



HAL
open science

Dispositifs photoniques hybrides sur Silicium comportant des guides nano-structurés : conception, fabrication et caractérisation

Ahmad Itawi

► **To cite this version:**

Ahmad Itawi. Dispositifs photoniques hybrides sur Silicium comportant des guides nano-structurés : conception, fabrication et caractérisation. Optique [physics.optics]. Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français. NNT : 2014PA112363 . tel-01127120

HAL Id: tel-01127120

<https://theses.hal.science/tel-01127120>

Submitted on 7 Mar 2015

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.

UNIVERSITÉ PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE 288 :
ONDES ET MATIÈRE

Laboratoire de Photonique et de Nanostructures

THÈSE DE DOCTORAT

PHYSIQUE

par

Ahmad ITAWI

**Dispositifs photoniques hybrides sur Silicium comportant
des guides nano-structurés : conception, fabrication et
caractérisation**

Date de soutenance : 01/12/2014

Composition du jury :

Directeur de thèse : Anne TALNEAU

Directeur de Recherche (LPN-CNRS, Marcoussis)

Rapporteurs : Nicolas BERTRU
Guillaume SAINT-GIRONS
Examineurs : Marie-Geneviève BARTHES
Anatole LUPU
Ségolène OLIVIER

Professeur (FOTON-Rennes)
Chargé de Recherche (INL, Ecole Centrale de Lyon)
Directeur de Recherche (ICMMO, Université Paris Sud)
Chargé de Recherche (IEF, Université Paris Sud)
Docteur Ingénieur (CEA-Leti, Grenoble)

Remerciements

Cette thèse a été préparée au Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN-CNRS) de Marcoussis. Je remercie M. Dominique Mailly, Directeur du laboratoire, de m'avoir accueilli au laboratoire et de m'avoir permis de réaliser ce travail. Je remercie le jury de l'école doctorale Ondes et Matières (EDOM) de m'avoir proposé une bourse pour préparer cette thèse. Je remercie également M. Jean-Jacques Greffet, directeur de l'école doctorale, M. Bernard Bourguignon, précédent directeur de l'école doctorale, M. Eric Charron, directeur adjoint et conseiller de thèse, ainsi que Mme Martine Basset, secrétariat de l'école doctorale, pour leur suivi durant toute la thèse. Je remercie aussi M. Paul Voisin, animateur du groupe GOSS -Groupe Optique des NanoStructures Semiconductrices-, ainsi que tous les membres du groupe, pour m'avoir accueilli dans leur groupe très actif.

J'adresse ensuite mes remerciements à mon directeur de thèse Mme Anne Talneau, directeur de recherche au LPN, pour m'avoir proposé cette étude dont le sujet original et varié m'a passionné pendant 3 ans. J'adresse aussi mes remerciements aux membres du jury, M. Nicolas Bertru et M. Guillaume Saint-Girons qui ont accepté de rapporter sur ce travail et Mme Marie-Geneviève Barthes, Mme Ségolène Olivier et M. Anatole Lupu qui ont accepté d'être examinateurs.

Cette thèse a été menée dans le cadre plus large d'un projet ANR. Le travail a bénéficié des nombreux échanges avec les partenaires hors LPN du projet : Eric Le Bourhis à l'Institut P', de Poitiers, A.Lupu à IEF Université d'Orsay et G.H.Duan à Alcatel-Lucent III-V Lab. Au laboratoire, l'expertise de Gilles Patriarche, Isabelle Sagnes, Grégoire Beaudoin et Konstantin Pantzas a grandement contribué aux résultats obtenus et à leurs analyses. J'ai aussi partagé l'avancement du travail de deux stagiaires de master, qui ont travaillé sur l'étude du guide optique, Xavier Pommarede et Ronan Tremblay.

Je remercie toute l'équipe de la salle blanche, en particulier Stéphane Guillet, Christophe Dupuis, Kamel Merghem, Laurence Ferlazzo, David Chouteau, Xavier Lafosse, Christian Ulysse, Laurent Couraud, Luc Le Gratiet, Edmond Cambril, Christophe Roblin, Laetitia Leroy et Jean-Claude Esnault, pour leur aide constante et leurs conseils, car je les ai de nombreuses fois sollicités pour l'avancement des procédés technologiques développés au cours de la thèse.

Je remercie aussi toute l'équipe informatique Olivier Oria, Lorenzo Bernardi, Medhi Idouhamd et Alain Pean, pour leur disponibilité et leur efficacité, à chaque sollicitation. .

Je remercie aussi ici toutes les personnes avec qui j'ai échangé et partagé au cours de ces trois années, en particulier, Sofiane, Anthony, Fabrice, Sophie, Abderrahim, Ali, Kamel, Karim, Baccem, Othman, Hugo, Antoine, Cosimo, Konstantinos, Vivek, Olivia, Lea, Lina, Natalia, Carmen, Aude, ...

Enfin,

أريد أن أوجه كل الشكر إلى أهلي "أمي وأبي وإخوتي وأخواتي" الذين قدموا لي كل الدعم والدفع والدعاء حتى أتمكن من الاستمرار

Table des matières

Chapitre I La photonique hybride sur silicium.....9

I-1 Introduction	9
I-2 Circuits photoniques intégrés sur silicium.....	9
I-3 Laser hybride III-V sur silicium	11
I-3-1 Laser Fabry-Pérot	11
I-3-2 Laser DFB (Distributed FeedBack).....	13
I-3-3 Laser DBR (Distributed Bragg Reflector)	13
I-3-4 Laser hybride micro-disque.....	14
I-4 Contexte et présentation de la thèse	15
I-5 Références	16

Chapitre II Le collage hétéroépitaxial, ou oxide-free19

II-1 Introduction, Etat de l'art	19
II-2 Collage hétéro-épitaxial InP sur Si.....	19
II-2.1 Croissance des couches épitaxiées	19
II-2.2 Préparation des surfaces oxide-free.....	20
II-2.3 Qualification de l'état de surface par mesure d'angle de goutte	20
II-2.4 Qualification de l'état de surface après désoxydation par mesure XPS.....	22
II-2.5 Collage hétéroépitaxial InP sur Si: conditions expérimentales	22
II-3 Caractérisation des matériaux collés et du joint de collage	23
II-3.1 Analyse des matériaux collés par diffraction aux rayons X.....	24
II-3.2 Analyse de l'interface collée et du joint de collage par STEM.....	25
II-3.3 Energie du joint de collage mesurée par indentation	25
II-3-3-1 Principe de la nano indentation	25
II-3-3-2 Mesures de l'interface hybride InP-Si.....	25
II-3.4 Qualification des puits quantiques collés mesurée par photoluminescence.....	28
II-4 Collage InP sur SOI comportant une nanostructuration.....	29
II-5 Conclusion.....	30
II-6 Références:	31

Chapitre III : Le collage III-V sur Si avec une fine couche d'oxyde33

III-1 Introduction, Etat de l'art	33
III-1-1 Collage avec une couche de benzocyclobutane BCB.....	33
III-1-2 Collage avec une couche d'oxyde	33
III-1.2.1 SiO ₂ épais : 50 à 100nm, technologie du CEA-Leti	34
III-1.2.2 SiO ₂ mince : 5 à 10nm technologie de UCSB	35
III-2 Collage au LPN avec une couche d'oxyde très fine : étape de l'oxydation.....	36
III-2-1 Couche de SiO ₂ sur Si obtenue par oxydation du Si ou par dépôt de SiO ₂	36
III-2-1-1 Oxydation thermique	36
III-2-1-2 Oxydation par Plasma O ₂ (RIE).....	37
III-2-1-3 Oxydation par Plasma O ₂ (ICP)	38
III-2-1-4 Dépôt d'une couche d'oxyde par PECVD.....	38
III-2-1-5 Dépôt d'une couche d'oxyde par Pulvérisation Cathodique	39
III-2-2 Oxydation de la surface de l'InP	39
III-2-2-1 Oxydation chimique.....	40

III-2-2-2 Oxydation par Plasma O_2 RIE	40
III-2-2-3 Oxydation par Plasma O_2 ICP	41
III-3 Qualification des couches d'oxyde	42
III-3-1 Mesure de l'épaisseur des couches d'oxyde par ellipsométrie	42
III-3-2 Analyse des couches d'oxyde SiO_2 par FTIR.....	43
III-4 Collage avec une couche d'oxyde très fine : étape de l'activation	43
III-4.1 Activation par Plasma	45
III-4.2 Activation par Ozone	45
III-5 Collage oxyde InP sur Si, résultats, discussion.....	46
III-5-1 Conditions expérimentales.....	46
III-5-2 Résultats expérimentaux des collages InP/Si avec une couche d'oxyde.....	46
III-5-2-1 Collage InP/Si avec l'oxyde sur Si déposé par PECVD	47
III-5-2-2 Collage InP/Si avec une couche d'oxyde déposée par pulvérisation cathodique	48
III-5-2-3 Collage InP/Si avec une couche d'oxyde créée thermiquement.....	48
III-5-2-4 Discussion	48
III-6 Caractérisation de l'interface collée.....	50
III-6.1 Analyse de l'interface par STEM	50
III-6.2 Analyse de l'interface par nano indentation, énergie du joint de collage	50
III-7 Collage oxyde sur SOI comportant une structuration.....	51
III-7-1 SOI nanostructuré , technologie de structuration réalisée au LPN.....	51
III-7.2 SOI structuré, technologie de structuration réalisée au LETI.....	52
III-8 Amincissement du substrat SOI, compatibilité avec le collage	52
III-9 Conclusion	53
III-10 Références	54

Chapitre IV Guide Silicium nanostructuré: Confinement, Sélectivité spectrale, Fabrication et Caractérisation de guides Si et de guides hybrides InP/Si.....57

IV-1 Introduction.....	57
IV-2 Design du guide photonique dans SOI	58
IV-2-1 Guides pour la photonique Silicium sur SOI (Silicon on Insulator), guide nanostructuré	58
IV-2-2 Représenter le matériau nanostructuré par un matériau effectif.....	58
IV-2-2-1 Milieu effectif à une dimension.....	59
IV-2-2-2 Milieu effectif à deux dimensions	60
IV-2-3 Analyse modale du guide nano-structuré	61
IV-2-3-1 Modes propres supportés par le guide	61
IV-2-3-2 Condition de monomodalité	63
IV-2-4 Géométrie de la nano structuration conduisant à une sélectivité spectrale	65
IV-3 Technologie des guide nano-structurés	66
IV-3-1 Gravure des trous de la nanostructuration dans le guide Si par RIE-ICP	66
IV-3-1-1 Mécanismes de gravure par plasma ICP	66
IV-3-1-2 Optimisation de la gravure de motifs nanométriques dans une couche guidante de Si sur SOI par ICP.....	67
IV-3-2 Conclusion.....	69
IV-4 Caractérisation des guide nano-structurés, guides SOI et guides hybrides InP/SOI... 69	69
IV-4-1 Fabrication d'un guide hybride pour la mesure de transmission.....	69

IV-4-2 Set-up de caractérisation par source externe	70
IV-4-3 Guide SOI, confinement par la nanostructuration	71
IV-4-4 Guide InP/SOI hybride sélectif en longueur d'onde	72
IV-5 Conclusion	73
IV-6 Références.....	74
Chapitre V Laser hybride III-V sur SOI	75
V-1 Introduction	75
V-2 Design du laser	75
V-2-1 Croissance des couches III-V	75
V-2-2 : Design du guide Si du laser	76
V-2-3 Design d'un drain pour améliorer le fonctionnement thermique.....	76
V-2-3-1 <i>Contexte</i>	76
V-2-3-2 <i>Notre approche pour la thermique</i> :	77
V-2-3-2-1 <i>Le matériau nanostructuré</i> :	77
V-2-3-2-2 <i>Un drain thermique</i>	77
V-3 Technologie du laser hybride	78
V- 3-1 Principales étapes du process de fabrication.....	78
V 3-2 Fabrication du mesa du laser.....	78
V-3-2-1-- <i>Gravure sèche par RIE- ICP</i>	79
V-3-2-1-1 <i>Les procédés de gravure développés</i>	79
V-3-2-1-2 <i>Le suivi de la gravure par réflectométrie</i>	81
V-3-2-2 - <i>Gravure chimique sélective des matériaux quaternaires</i>	82
V-3-3 Contact n.....	83
V-3-4 Contact p	84
V-3-4-1 <i>Isolation électrique des 2 contacts par BCB</i>	84
V-3-4-2- <i>Dépôt du contact p et réouverture du contact n</i>	85
V-3-5 Drain thermique	86
V-3-5-1 <i>Masque de résine, Gravure RIE-ICP de la couche de contact InP n et du guide Si</i>	86
V-3-5-2 <i>Gravure de la couche d'oxyde enterrée SiO₂ par RIE-CCP</i>	87
V-4 Caractérisation du laser hybride InP/SOI.....	87
V-4-1 Principe de fonctionnement d'un laser à semi-conducteur.....	88
V-4-2 Effet thermique sur le fonctionnement d'un laser	90
V-4-3 Caractérisation électrique du laser hybride.....	91
V-4-3-1 <i>Technologie des contacts</i>	91
V-4-3-2 <i>Mesure de la résistance d'accès</i>	91
V-4-4 Caractérisation optique du laser hybride	93
V-4-4-1 <i>Banc de mesure</i>	93
V-4-4-2 <i>Mesure optique du laser hybride</i>	93
V-5 Conclusion	94
V-6 Références	95
Conclusion et perspectives	97

Chapitre I La photonique hybride sur silicium

Ce chapitre introduit la photonique Hybride sur Silicium, présente certains éléments génériques d'un circuit photonique intégré sur silicium, en particulier les lasers hybride III-V sur silicium, et présente le contexte de la thèse.

I-1 Introduction

Le succès industriel d'un produit comme le « câble optique actif » développé par Luxtera (USA) et Zarlink (Canada) montre bien que le marché est demandeur de produits intégrant des sources III-V à base d'InP et de l'optique guidée passive silicium. Dans ce produit, la source est reportée et un coupleur est ajouté pour injecter la lumière dans la couche silicium. Ceci implique une architecture complexe, de relativement large encombrement et de rendement électro-optique limité.

Cette première phase de « photonique silicium » en est donc à un stade de développement de produits. Etant donné la succession des cycles d'innovations dans le secteur des semi-conducteurs, on peut dire qu'à ce stade de début de maturité « aval » pour des premiers produits, il y a en amont, c'est-à-dire en termes de recherche, un véritable potentiel pour concevoir de nouvelles architectures d'intégration qui s'affranchiront des limitations actuelles.

Disposer d'une nouvelle voie de conception des dispositifs photoniques intégrés permettra d'obtenir de meilleures performances en associant deux ou plusieurs matériaux différents, dont chacun dispose de propriétés spécifiques. En 1985, E. Soref a proposé d'utiliser le silicium comme un substrat pour la photonique [1]. Le silicium avec l'oxyde de silicium placé dessous créent, grâce à la différence d'indice optique entre les deux, une plateforme pour la fabrication de composants optiques passifs qui s'appelle SOI Silicon On Insulator. Dans le domaine spectral utilisé pour les télécommunications, le silicium est un excellent matériau pour la réalisation de guide optiques, de modulateurs et de photodiodes; par contre, il est encore peu efficace pour émettre ou amplifier la lumière. L'association de matériaux à base des éléments III-V, très performants pour l'émission de lumière, avec le silicium permet alors de réaliser des circuits photoniques intégrés complets incluant les fonctions d'émission et d'amplification.

Le développement de circuits intégrés photoniques pour les applications Télécom devient actuellement un enjeu crucial pour les équipementiers. Ces circuits permettront notamment une diminution de la consommation et une réduction de la taille au sein des systèmes.

I-2 Circuits photoniques intégrés sur silicium

La figure I-1 présente un schéma générique de circuit photonique intégré. Dans le cas que nous avons choisi, il comporte les éléments suivants : Laser, Modulateur, Multiplexeur/Démultiplexeur, Guide d'onde et Photo-détecteur [2-4].



Figure I-1 : Schéma d'un circuit photonique intégré sur silicium

- Le laser émettra dans le domaine spectral $1.3\mu\text{m}$ ou $1.5\mu\text{m}$ selon l'application souhaitée pour le circuit intégré. Il sera de préférence monomode pour être utilisé pour la transmission par multiplexage.

- Le modulateur sera souvent placé séparément de l'émetteur pour permettre une modulation rapide, pour la transmission haut-débit à longues distances, la modulation externe étant préférable [5-6]. Le matériau généralement utilisé dans la fabrication des modulateurs est de type semi-conducteur (matériau III-V) ou inorganique (LiNbO_3). De nombreux modulateurs silicium ont démontré des performances à haut débit de données jusqu'à 50Gbit/s [7-8]. Le modulateur peut aussi être hybride, à base de matériaux III-V sur silicium, comme réalisé par le groupe de J.E.Bowers [9], présenté en figure I-2.

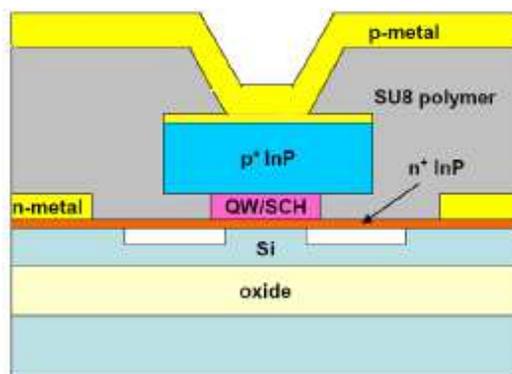


Figure I-2: Représentation schématique de la structure de modulateur InP sur SOI [9]

- Le multiplexage, en début de transmission, consiste à envoyer sur une même ligne de transmission des informations provenant de sources différentes, le démultiplexage, en fin de transmission, répartit sur plusieurs lignes les informations qui arrivent en série sur une même ligne. Ces deux fonctions peuvent être remplies par des MUX/DEMUX 4 canaux avec éventuellement une insertion verticale ((figure I-3) [10]), ou peuvent être assurées par des réseaux de guides à phase glissante ou Arrayed Waveguide Grating AWG. Un AWG comporte deux coupleurs en étoile reliés par un réseau de guides d'onde de longueurs différentes. Ces différences de longueurs génèrent un décalage de phase tel que chaque sortie ne reçoit qu'une certaine longueur d'onde [4].

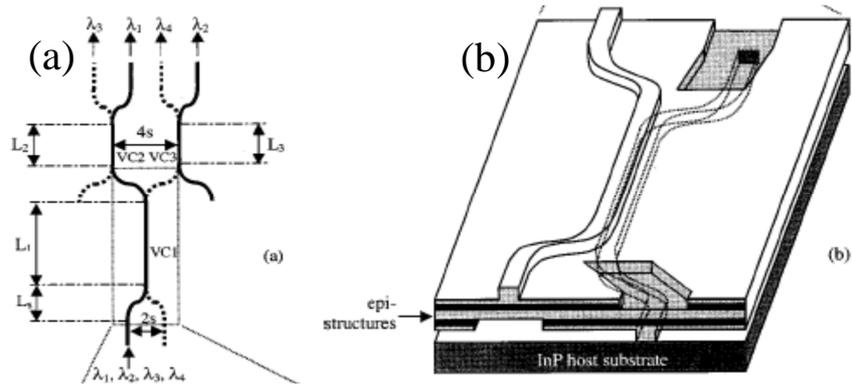


Figure I-3 : a) Schéma de principe d'un MUX/DEMUX quatre canaux,

b) coupleur 3D vertical avec entrée séparée horizontalement et guides de sortie [10].

- Le guide d'onde fonctionnant sur le principe du confinement par contraste d'indice est composé d'un milieu avec un indice de réfraction plus grand que celui du milieu environnement pour confiner la lumière grâce au phénomène de réflexion totale. Le détail des géométries possibles pour les guides d'onde sera abordé au chapitre IV.

- Le photo-détecteur convertit le signal optique en signal électrique. Il est fabriqué avec du germanium ou des matériaux III-V [11-12]. De même que le modulateur, les photodétecteurs hybrides sur SOI ont été développés [13-14]. La figure I-4 présente une structure de photo-détecteur PIN à base de matériaux III-V sur SOI, réalisée à IMEC (Ghent-be).

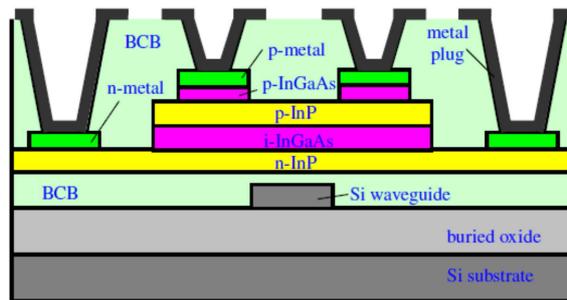


Figure I-4: Représentation schématique de la structure d'un photo-détecteur PIN hybride [13].

I-3 Laser hybride III-V sur silicium

L'intégration de matériaux III-V sur silicium apportera efficacement les fonctions d'émission /amplification. Les techniques d'intégration de matériaux III-V sur silicium sont présentées dans les chapitres II et III. Plusieurs équipes de recherche couvrent le sujet : UCSB, Intel, Caltech, IMEC, III-V Lab, LETI, INL. Ces équipes ont développé des lasers de type Fabry-Pérot, DFB, DBR ou micro-disque hybrides sur SOI. Le LPN a mis en œuvre le collage développé à IMEC pour la réalisation de dispositifs pompés optiquement dédiés aux applications de commutation non-linéaire [15].

Les lasers hybrides à l'état de l'art sont les suivants :

I-3-1 Laser Fabry-Pérot

Les différentes géométries de laser hybride Fabry-Pérot injectés électriquement dépendent de la technique utilisée pour le collage III-V sur Si.

Dans le cas d'une couche intermédiaire SiO_2 ou BCB assez épaisse - 50nm à 100nm-, comme réalisé par le LETI ou IMEC, le mode optique confiné dans les matériaux III-V pour expérimenter le gain retrouve le guide silicium grâce à un coupleur adiabatique. Les facettes clivées du guide silicium jouent le rôle de cavité Fabry-Pérot [16]. La figure I-5 présente la configuration de laser fabriqué par le III-V Lab [17].

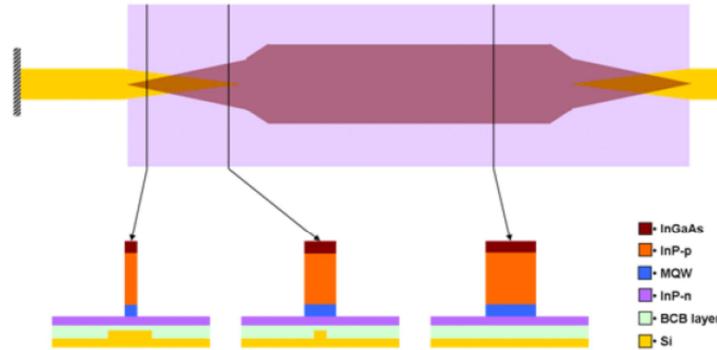


Figure I-5: Représentation schématique (vue de dessus et coupes localisées) de la structure de laser Fabry-Pérot hybride en utilisant une approche de couplage adiabatique [17]

Dans le cas d'une couche SiO_2 intermédiaire mince - 5 à 15nm-, comme développé par UCSB et Intel, le laser est basé sur le couplage évanescent entre les couches actives et le guide Si [18-19]. Une implantation de protons H^+ des deux côtés du mesa limite l'injection électrique. La figure I-6-a présente la structure de laser fabriqué par UCSB [18].

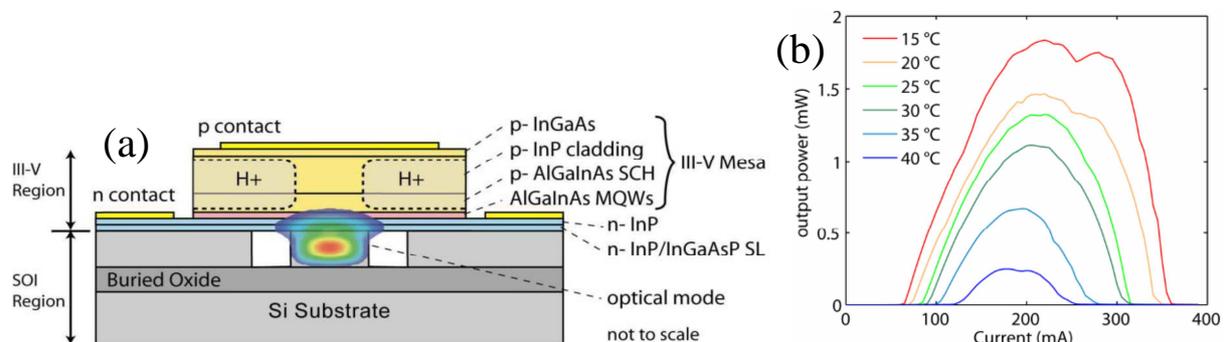


Figure I-6 : a) Représentation schématique de la structure de laser Fabry-Pérot hybride avec le mode optique superposé, b) Caractéristiques de l'émission laser, en fonction de la température, en injection électrique continue [18]

La figure I-6-b montre la puissance de sortie en fonction du courant d'injection pour un laser de type Fabry-Pérot, à différentes températures allant de 15 à 40°C. Le courant de seuil est de l'ordre de 65mA et la puissance maximale de sortie en courant continu est de l'ordre de 1.8mW à 15°C. On voit sur ce graphe que le point dur des émetteurs sur SOI est la pénalité sur les performances venant de l'échauffement lors de l'injection. Nous proposons au chapitre V une solution technologique visant à réduire cette pénalité.

I-3-2 Laser DFB (Distributed FeedBack)

Une périodicité est rajoutée sur le guide d'onde pour obtenir le fonctionnement monomode [20-23]. Cette périodicité peut être incluse

- soit au niveau des couches III-V comme le fait le groupe de Arai (TIT) [21] [24], figure I-7.

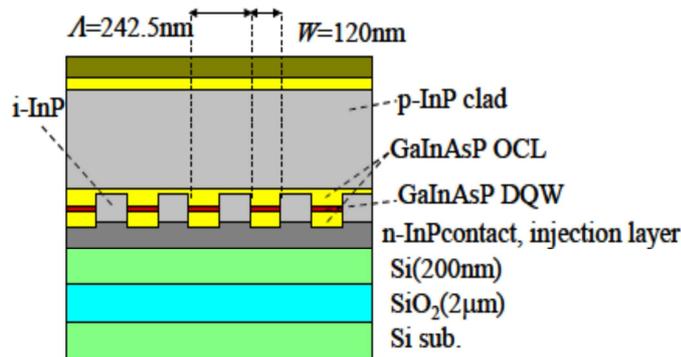


Figure I-7 : Représentation schématique de la structure de laser DFB hybride[21]

- Soit au niveau du guide Si, comme proposé par l'équipe de J.E. Bowers [25], figure I-8-a.

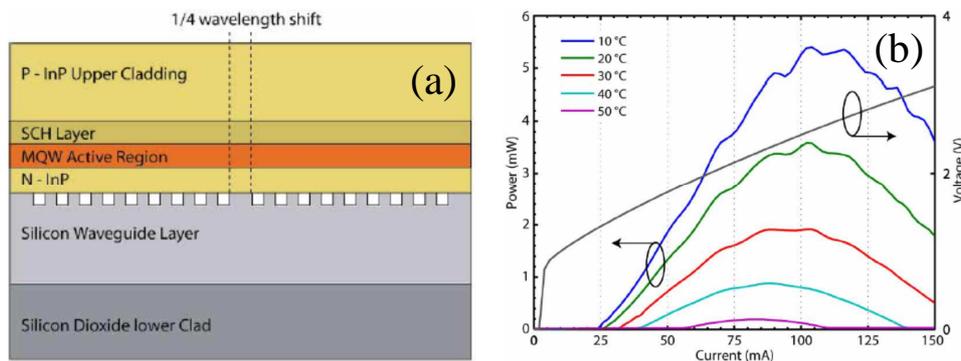


Figure I-8 : a) Représentation schématique de la structure de laser DFB hybride, b) Caractéristiques de l'émission laser en injection continu [25]

La figure I-8-b montre la puissance de sortie et la tension en fonction du courant d'injection à différentes températures. Le courant de seuil est de l'ordre de 25mA et la puissance maximale de sortie en courant continu est de l'ordre de 5.4mW à 10°C. On retrouve ici la même pénalité de roll-off thermique, provenant de la limitation de l'évacuation de la chaleur par la couche d'oxyde épaisse (~2µm) qui assure la séparation du mode optique confiné dans la couche guide Si du substrat Silicium.

I-3-3 Laser DBR (Distributed Bragg Reflector)

Pour rendre le laser mono-fréquence accordable, on peut ajouter un réseau de Bragg en dehors de la section de gain. La longueur d'onde émise est sélectionnée selon l'indice du réflecteur de Bragg qui est contrôlé soit par injection de porteurs soit par contrôle de la

température. La représentation schématique du laser DBR développée à UCSB est donnée sur la figure I-9-a [26]. La lumière est générée et amplifiée dans la section hybride du dispositif, puis un coupleur adiabatique couple le mode optique dans le guide d'onde silicium vers le réseau de Bragg.

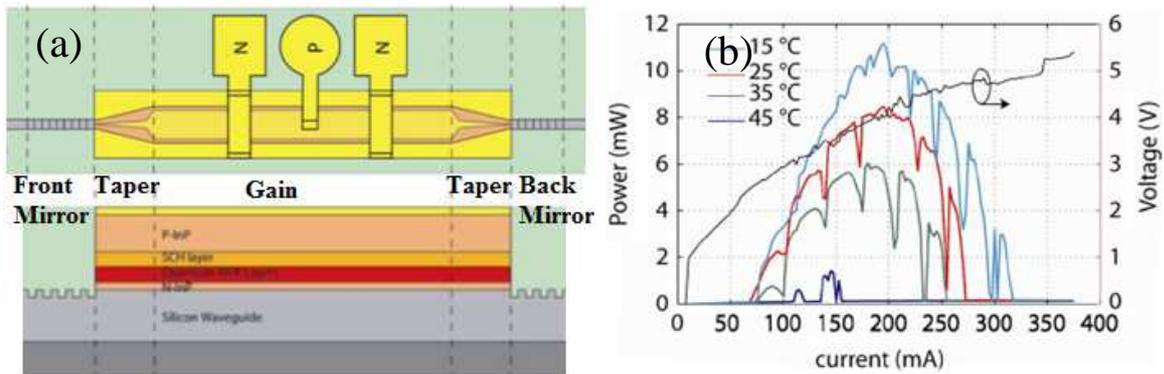


Figure I-9: a) Représentation schématique vue de dessus (en haut) et vue en coupe (en bas) de la structure de laser DBR hybride, b) Caractéristiques de l'émission laser en courant continu [26]

La figure I-9-b montre la puissance de sortie et la tension en fonction du courant d'injection et à différentes températures. On retrouve toujours la pénalité due à l'échauffement.

I-3-4 Laser hybride micro-disque

Le laser de type micro-disque a été développé depuis de nombreuses années par l'INL, Lyon. La figure I-10-a présente une vue schématique d'un laser hybride à micro-disque. Le collage des matériaux III-V est réalisé avec une couche intermédiaire de 130nm de SiO₂. Le guide d'onde silicium est de type ruban de largeur 550nm et d'épaisseur 220nm. Après collage des matériaux, le micro-disque est gravé dans les matériaux III-V et des contacts métalliques sont déposés [27-28]. Le mode laser est couplé latéralement de manière évanescente dans le guide d'onde silicium, aligné sur le bord extérieur latéral du micro-disque.

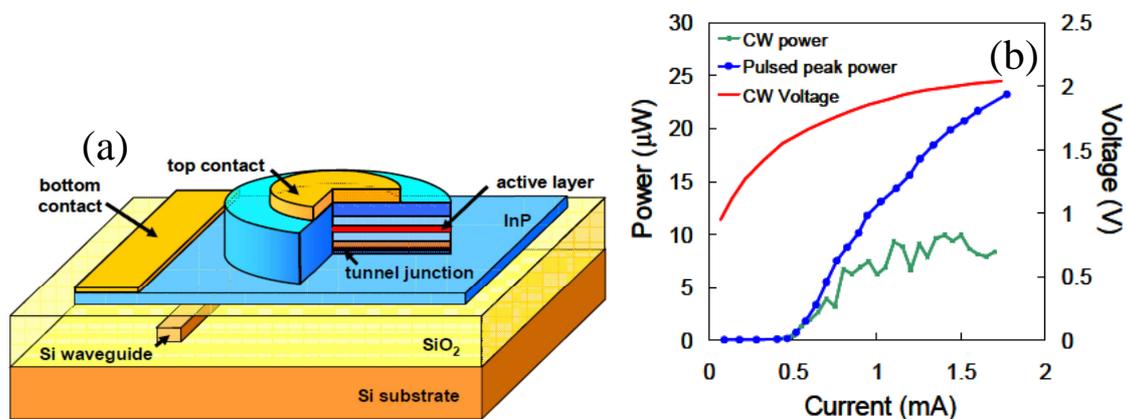


Figure I-10 : a) Représentation schématique de la structure de laser hybride micro-disque, b) Caractéristiques de l'émission laser à courant continu à 20°C pour un disque de 7,5μm de diamètre [28],

La figure I-10-b montre la puissance de sortie et la tension en fonction du courant d'injection à 20°C. Le courant de seuil est de l'ordre de 0,5 mA et la puissance maximale de sortie en courant continu est d'environ 10 μ W. Pour avoir un laser multi-longueur d'onde, plusieurs micro-disques de différents diamètres sont intégrés sur un seul guide d'onde [29-30].

I-4 Contexte et présentation de la thèse

Les études menées dans cette thèse s'intègrent dans le cadre plus large du projet ANR COHEDIO. L'objectif de ce projet est d'ouvrir une nouvelle voie pour l'élaboration des dispositifs photoniques intégrés hybrides sur silicium, à la fois par l'étude de l'interface hybride et par la structuration du guide Si.

Le LPN a considéré l'association des matériaux III-V et Si par collage hétéroépitaxial (Chapitre II), comme il avait pu le mettre en œuvre dans les années 1990 pour les miroirs de Bragg GaAs/GaAlAs sur InP [31]. Ce collage sans couche intermédiaire préserve toute nanostructuration que l'on aura au préalable définie sur l'une des surfaces. Cette technique permet de concevoir des dispositifs intégrés hybrides qui, grâce à cette nanostructuration built-in, rendent possibles des fonctionnalités qui ne sont pas accessibles à l'aide des méthodes actuelles de croissance ou de collage avec une couche intermédiaire. [II-16, 17, 18, 20, 21,23]

Le LPN a aussi étudié le collage avec couche intermédiaire (oxyde très fin) de façon à opérer à une température compatible avec la technologie CMOS (Chapitre III) [III- 15]

La nanostructuration du guide silicium a été étudiée (Chapitre IV) [IV- 4-6] pour simultanément confiner la lumière et assurer un comportement sélectif en longueur d'onde. On mettra à profit cette structuration pour obtenir le fonctionnement monomode d'un laser hybride (Chapitre IV) [IV- 9]

I-5 Références

- 1- R. A. Soref and J. P. Lorenzo, Single-crystal silicon: a new material for 1.3 and 1.6 μm integrated-optical components, *Electron. Lett.* **21**, 953 (1985)
- 2- M. Asghari and A. V. Krishnamoorthy, Energy-efficient communication, *Nature Photonics*, **5**, 268 (2011)
- 3- P. Dong, S. Liao, H. Liang, N. N. Feng, W. Qian, R. Shafiiha, D. Feng, G. Li, X. Zheng, J. E. Cunningham, A. V. Krishnamoorthy and M. Asghari, Low-power photonic components for optical interconnects, *SPIE*, 7944, 794403 (2011)
- 4- T. Dupont, Réalisation de source laser III-V sur silicium, Ecole centrale de Lyon, Thèse (2011)
- 5- M. El Gibari, Conception optique et hyperfréquence d'un modulateur électro-optique sur polymère : optimisation de transitions ultra-large bande pour l'électrode de commande, Université de Nantes, Thèse (2009)
- 6- K. P. Ho, Phase-Modulated optical communication systems, Springer, New York (2005)
- 7- W. Kobayashi, T. Ito, T. Yamanaka, T. Fujisawa, Y. Shibata, T. Kurosaki, M. Kohtoku, T. Tadokoro, H. Sanjoh, 50-Gb/s Direct Modulation of a 1.3- μm InGaAlAs-Based DFB Laser With a Ridge Waveguide Structure, *J. of Selected Topics in Quantum Electronics*, **19**, 1500908 (2013)
- 8- X. Xiao, H. Xu, X. Li, Y. Hu, K. Xiong, Z. Li, T. Chu, Y. Yu and J. Yu, 25 Gbit/s silicon microring modulator based on misalignment-tolerant interleaved PN junctions, *Opt. Express*. **20**, 2507 (2012)
- 9- Y. H. Kuo, H. W. Chen and J.E. Bowers, High speed hybrid silicon evanescent electroabsorption modulator, *Opt. Express*, **16**, 9936 (2008)
- 10- B. Liu, A. Shakouri, P. Abraham and J. E. Bowers, A wavelength multiplexer using cascaded three-dimensional vertical couplers, *Appl. Phys. Lett.*, **76**, 282 (2000)
- 11- L. Colace, V. Sorianello, M. Balbi and G. Assanto, Germanium near infrared detector in silicon on insulator, *APL*, **91**, 021107 (2007)
- 12- L. Chen, P. Dong and M. Lipson, High performance germanium photodetectors integrated on submicron silicon waveguides by low temperature wafer bonding, *Opt. Express*, **16**, 11513 (2008)
- 13- Z. Sheng, L. Liu, J. Brouckaert, S. He and D. Van Thourhout, InGaAs PIN photodetectors integrated on silicon-on-insulator waveguides, *Opt. Express*, **18**, 1756 (2010)
- 14- H. Park, A. W. Fang, R. Jones, O. Cohen, O. Raday, M. N. Sysak, M. J. Paniccia and J. E. Bowers, A hybrid AlGaInAs-silicon evanescent waveguide photodetector, *Optics Express*, **15**, 6044 (2007)
- 15- Y. Halioua, A. Bazin, P. Monnier, T. J. Karle, G. Roelkens, I. Sagnes, R. Raj and F. Raineri, Hybrid III-V semiconductor/silicon nanolaser, *Optics Express*, **19**, 9221 (2011)
- 16- S. Stankovic, R. Jones, M. N. Sysak, J. M. Heck, G. Roelkens and D. Van Thourhout, 1310-nm Hybrid III-V/Si Fabry-Pérot Laser Based on Adhesive Bonding, *Phot. Tech. Lett.*, **23**, 1781 (2011)
- 17- M. Lamponi, Lasers InP Sur Circuits silicium pour applications en télécommunications, Université Paris-Sud, Thèse (2012)
- 18- A. Fang, H. Park, O. Cohen, R. Jones, M. Paniccia and J. Bowers, Electrically pumped hybrid AlGaInAs-silicon evanescent laser, *Opt. Express*, **14**, 9203 (2006)
- 19- H. H. Chang, A. W. Fang, M. N. Sysak, H. Park, R. Jones, O. Cohen, O. Raday, M. J. Paniccia and J. E. Bowers, 1310nm silicon evanescent laser, *Opt. Express*, **18**, 11466 (2007)

- 20- C. Ting, H. Tao, P. J. Qing, C. W. Xi, C. Y. Bing, W. Yang, M. X. Bo, L. W. Li, Z. L. Juan, R. G. Zhao, W. Wei and Q. G. Gang, "Electrically pumped room-temperature pulsed InGaAsP-Si hybrid lasers based on metal bonding," *Chin. Phys. Lett.*, **26**, 6 (2009)
- 21- N. Nishiyama, T. Maruyama and S. Arai, III-V/SOI heterogeneous photonic integrated devices for optical interconnection in LSI, IPRM (2009)
- 22- S. Ginestar, Réalisation et caractérisation d'un laser DFB bi-mode pour applications radio sur fibre, Université de Lille, Thèse (2009)
- 23- T. Dupont, L. Grenouillet, A. Chelnokov, S. Messaoudene, J. Harduin, D. Bordel, J. M. Fedeli, C. Seassal, P. Regreny and P. Viktorovitch, A III-V on silicon distributed-feedback laser based on exchange-Bragg coupling, *Proc. Group IV Photonics* (2010)
- 24- T. Okumura, T. Maruyama, H. Yonezawa, N. Nishiyama, S. Arai, Injection-Type GaInAsP-InP-Si Distributed-Feedback Laser Directly Bonded on Silicon-on-Insulator Substrate, *Phot. Tech. Lett.*, **21**, 283 (2009)
- 25- A. Fang, E. Lively, Y. H. Kuo, D. Liang and J. Bowers, "A distributed feedback silicon evanescent laser," *Opt. Express*, **16**, 4413 (2008)
- 26- A. W. Fang, B. R. Koch, R. Jones, E. Lively, D. Liang, Y.-H. Kuo and J. Bowers, A Distributed Bragg Reflector Silicon Evanescent Laser, *Phot. Tech. Lett.*, **20**, 1667 (2008)
- 27- P. Romeo, J. V. Campenhout, P. Regreny, A. Kazmierczak, C. Seassal, X. Letartre, G. Hollinger, D. V. Thourhout, R. Baets, J. Fedeli and L. D. Cioccio, InP on Silicon Electrically Driven Microdisk Lasers for Photonic ICs, *Opt. Express*, **14**, 3864 (2006)
- 28- J. V. Campenhout, P. Romeo, P. Regreny, C. Seassal, D. V. Thourhout, S. Verstuyft, L. D. Cioccio, J. M. Fedeli, C. Lagae and R. Baets, Electrically pumped InP-based microdisk lasers integrated with a nanophotonic silicon-on insulator waveguide circuit, *Opt. Express*, **15**, 6744 (2007)
- 29- J. V. Campenhout, L. Liu, P. Romeo, D. V. Thourhout, C. Seassal, P. Regreny, L. D. Cioccio, J. M. Fedeli and R. Baets, A Compact SOI-Integrated Multiwavelength Laser Source Based on Cascaded InP Microdisks, *Phot. Tech. Lett.*, **20**, 1345 (2008)
- 30- G. Roelkens, L. Liu, J. Brouckaert, J. Van Campenhout, F. Van Laere, D. Van Thourhout and R. Baets, Wafer Bonding and Heterogeneous Integration: III-V/Silicon Photonics, ECIO '08 Eindhoven, The Netherlands (2008)
- 31- G. Patriarche, F. Jeannès, J. L. Oudar and F. Glas, Structure of the GaAs/InP interface obtained by direct wafer bonding optimised for surface emitting optical devices, *J. Appl. Phys.*, **82**, 4892 (1997)

Chapitre II Le collage hétéroépitaxial, ou oxide-free

II-1 Introduction, Etat de l'art

On peut associer les matériaux III-V sur Si soit par croissance, soit par collage.

Le LPN a étudié le collage sans couche intermédiaire, dit hétéroépitaxial ou oxide-free. Le joint de collage a été caractérisé structuralement, et le LPN a développé une technique de mesure quantitative de l'énergie du joint de collage à partir de mesures par nanoindentation.

Croissance hybride

La croissance de matériau III-V sur un substrat Si présentera nécessairement des défauts [1] provenant de la forte différence de maille cristallographique : la différence de maille est de 4.1% entre le Si et GaAs [2, 3] et de 8.1% entre le Si et InP [4]. On peut produire un matériau de relativement bonne qualité en introduisant une couche intermédiaire [5-6]. Bhattacharya, en 2007, a démontré l'émission de plusieurs dizaines de mWatt en pompage électrique pulsé à température ambiante par un laser épitaxié sur Si [6]. Cette couche intermédiaire, qui est souvent épaisse de quelques centaines de nm, fait un obstacle au couplage du mode entre le matériau III-V et le guide silicium, ce qui demande une ingénierie spécifique de l'empilement des couches. De plus, on peut s'interroger sur le vieillissement de cette couche, dans laquelle sont présentes les dislocations provenant du désaccord de maille.

Collage sans couche intermédiaire intentionnelle

Le collage hétéroépitaxial consiste à associer les deux matériaux sans l'utilisation d'une couche intermédiaire. L'interface ainsi obtenu présente une très bonne qualité électrique [7-8]. Sa mise en œuvre est difficile car elle requiert des surfaces parfaitement planes, sans défaut, parfaitement désoxydées [9]. Il faut opérer à une température de l'ordre de 500°C [7]

II-2 Collage hétéro-épitaxial InP sur Si

II-2.1 Croissance des couches épitaxiées

Les couches épitaxiées sont réalisées au LPN sur un substrat InP par MOVPE. Pour une première étude destinée à qualifier la technique de collage et le joint de collage, nous avons réalisé un empilement dédié, comportant quelques puits quantiques qui ont été placés intentionnellement relativement proches de l'interface silicium : la couche InP nid qui sera la couche de collage ne fait que 71nm. L'empilement est décrit dans le tableau II-1. La couche de 300nm d'InGaAs servira d'arrêt pour le retrait du substrat par attaque chimique sélective.

Matériaux	Epaisseur (nm)
InP nid	71 nm
4 GaInAs QW with barriers	80 nm
InP nid	71 nm
InGaAs (couche d'arrêt)	300nm
InP_substrat	300μm

Tableau II-1: empilement III-V dédié à l'étude du collage oxide-free.

II-2.2 Préparation des surfaces oxide-free

Le collage sera obtenu sans couche intermédiaire d'oxyde si les surfaces mises en contact sont préparées oxide-free, et si les conditions de recuit sont aussi oxide-free.

La préparation du silicium est relativement bien référencée dans la littérature [10-12]. Dans une première étape, un nettoyage solvant avec ultra-sons élimine les poussières provenant du clivage. Ensuite le nettoyage RCA élimine les contaminations possibles, puis le wafer est traité par HF pendant 30s, et rincé pendant 5s. Il est conseillé d'utiliser une solution diluée (4%) de façon à limiter la rugosité [10], mais nous n'avons pas vu de rugosification significative produite par le HF 40%. Il est par contre préférable de ne rincer que pendant un temps très court, car un temps prolongé dans l'eau pourrait reformer des liaisons –OH à la surface, et donc piéger des atomes d'Oxygène à l'interface [11]. Cette préparation conduit à une surface du Si parfaitement hydrophobe, ce qui est une signature d'une surface parfaitement désoxydée. Cette désoxydation se maintient au moins 30mn, c'est pour cette raison que le Si sera préparé en premier.

La désoxydation de InP est proposée dans la littérature par immersion dans HF, ce qui produirait une surface hydrophobe [10]. Nous avons essayé de nombreux procédés d'oxydation/désoxydation de la surface d'InP sans jamais obtenir de surface hydrophobe. Il semble même que cette assertion ne soit pas partagée par tous les auteurs, et nous allons dans ce sens.

Pour s'assurer de la qualité oxide-free de la surface d'InP, nous avons alors mis en œuvre des mesures d'angle de goutte et des mesures XPS, réalisées dans l'équipe de P. Etcheberry, à l'Université de Versailles St Quentin.

II-2.3 Qualification de l'état de surface par mesure d'angle de goutte

La mesure d'angle de contact rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface par mouillabilité [13]. Une goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane à l'aide d'une seringue automatisée ou d'une micropipette calibrée. Le volume de la goutte est de l'ordre de la dizaine de microlitre (μL). L'angle entre la tangente à la goutte au point de contact liquide/solide/gaz et la surface solide est appelé angle de contact θ (figure II-1).

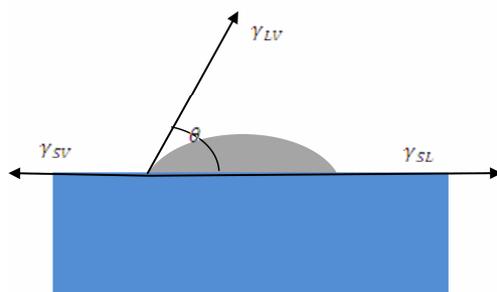


Figure II-1 : principe de l'angle de goutte [13].

La mesure de cet angle nous donne trois types d'informations [13]:

- Energie libre de surface
- Rugosité de la surface
- Affinité d'un liquide vis-à-vis de la surface

Si on utilise l'eau, on peut déduire que le caractère de surface est :

- Hydrophobe si le liquide ne mouille pas sur la surface (grand angle et faible énergie de surface),
- Hydrophile si le liquide est plutôt mouillant (petit angle et grande énergie de surface).

L'étude menée sur la surface de InP conduit aux résultats présentés dans le tableau II-2. Une couche de 100nm d'InP sur substrat InP, la couche InP 1342, a été réalisée spécifiquement pour cette étude par MOVPE. Elle est hydrophile dès que la plaque sort du bati à cause de la couche d'oxyde natif qui se crée. On regarde alors le comportement après désoxydation, et l'évolution de la réoxydation au cours du temps.

Couche	Traitement	Après quelques minutes		Après 1 jour		Après 2 jours	
		Eau	Diiodo-méthane	Eau	Diiodo-méthane	Eau	Diiodo-méthane
InP 1342	Sans traitement	43.4	38.5	68.1	43.3	71.3	44.8
	HF bouteille (40%) 1min, rincer 3min	24.7	32.6	60.7	38.7	60.1	39.6
	HF (4%) 1min, rincer 3min	30.4	36.5	57.7	39.7	66.8	41.2
	HF (0.4%) 1min, rincer 3min	31	36.2	55.7	39.9	62.4	40.6

Tableau II-2 : valeurs de l'angle de goutte selon le traitement chimique de la surface, et évolution au cours du temps.

Cette mesure d'angle de goutte montre que la surface obtenue après désoxydation n'est jamais mesurée hydrophobe, contrairement à ce que l'on peut trouver dans la littérature [4, 9].

On peut conclure que, dans le cas de InP, on ne peut pas établir une relation univoque désoxydée <-> hydrophobe, comme c'est si clairement le cas avec la surface du silicium.

Pour s'assurer du caractère oxide-free de la surface de InP, nous avons mis en œuvre une mesure XPS

II-2.4 Qualification de l'état de surface après désoxydation par mesure XPS

La mesure XPS - X-ray - Photo-electron Spectroscopy- permet d'avoir accès aux liaisons chimiques qui se trouvent à la surface d'un échantillon. L'interprétation des spectres demande de bien connaître les surfaces étudiées, elle a été faite pour nous par Damien Aureau, du groupe de Pr. Etcheberry.

Nous avons étudié l'état de la surface après désoxydation par HF pour différentes concentrations de solution. Les contributions P-O et In-O mesuré par XPS sont présentées dans la figure II-2. On voit que la surface de l'InP sans traitement est légèrement oxydée (signature P-O et In-O), le traitement par HF dilué 4% contribue à désoxyder, la meilleure désoxydation est obtenue avec HF 40%.

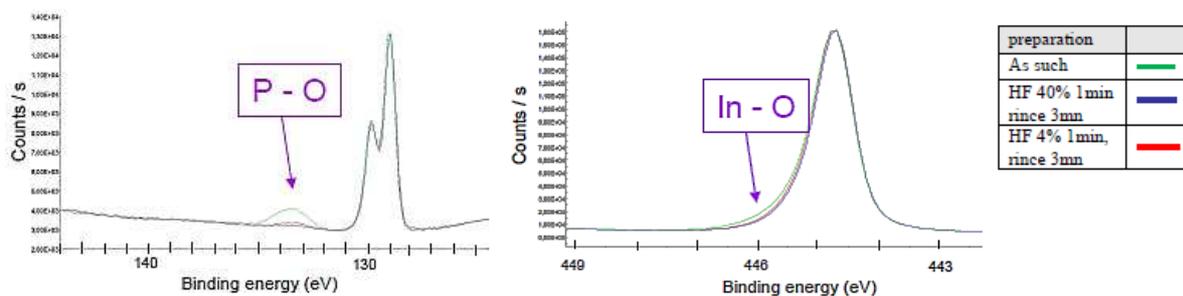


Figure II-2: Analyse XPS après désoxydation par différentes concentrations du HF.

Or pour cette préparation, les mesures d'angle de goutte ne donnaient pas une surface hydrophobe. On peut vraiment conclure que dans le cas de InP il n'y a pas de relation directe entre oxide-free et hydrophobe.

Nous retiendrons cette préparation par HF 40% pour la désoxydation de la surface d'InP pour l'étude du collage.

II-2.5 Collage hétéroépitaxial InP sur Si: conditions expérimentales

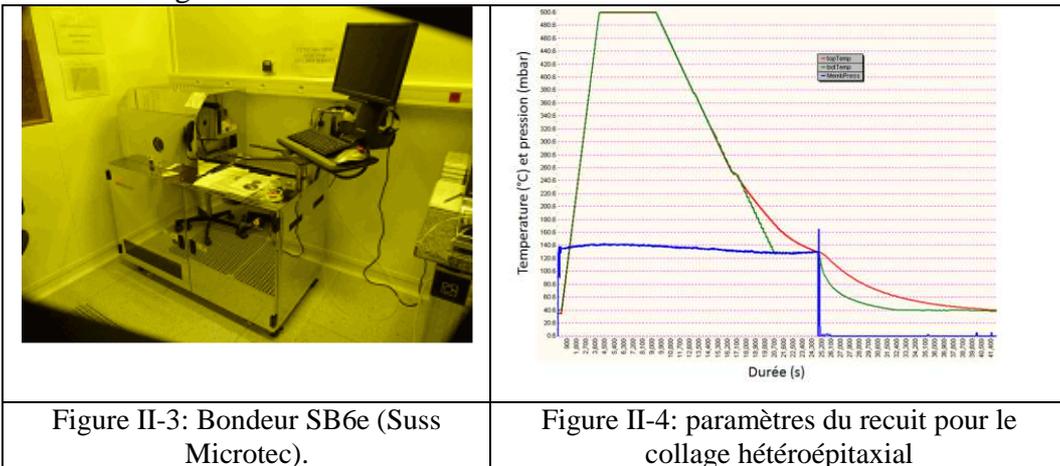
Les deux surfaces sont donc assurément préparées oxide-free selon le protocole :

- Pour le Si : par immersion courte dans HF 40%, et rincer 5s,
- Pour l'InP : par une première désoxydation, puis une ré-oxydation plasma de façon à produire un oxyde connu, et ensuite la désoxydation par HF 40%, 1mn et rincer 5s, désoxydation qualifiée par XPS.

Ensuite ces 2 surfaces préparées sont mises en contact. Le recuit est réalisé sous vide, condition nécessaire pour obtenir un joint de collage sans oxyde. L'équipement utilisé est le bondeur Suss SB6E, (figure II-3), qui assure un bon niveau de vide mais une planéité qui n'est pas toujours parfaite car la machine est qualifiée pour les grands substrats et nous utilisons de petits échantillons. Or, si le collage est réalisé sans couche intermédiaire, il est infiniment exigeant en termes de planéité.

Le recuit a lieu à une température de 500°C pendant 90min sous très faible pression de façon à ne pas dégrader les surfaces. La température doit être suffisamment élevée pour que les atomes bougent à la surface de InP de façon à se réarranger : il faut donc dépasser la température de fusion congruente de InP (410°C). L'évolution de la température sur les deux

têtes du bondeur (upper head et lower head) et de la pression au cours du recuit sont présentées sur la figure II-4.



Le résultat du collage d'une membrane InP 400nm après le retrait du substrat InP par HCl et de la couche d'InGaAs par gravure humide sélective (FeNO3) est présenté dans la figure II-5.

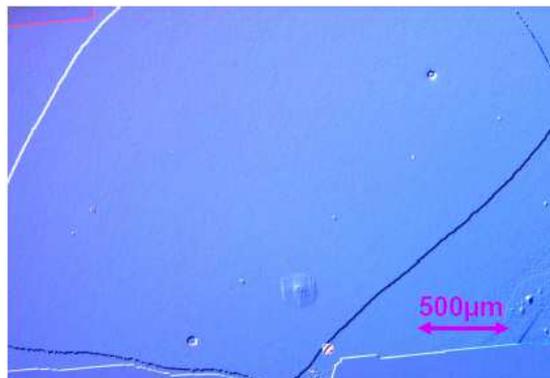


Figure II-5: Image par microscope optique après collage, membrane InP 400nm sur Si après retrait du substrat.

Nous avons collé InP sur Si en condition oxide-free et le résultat le montre sans aucun trou présent sur la surface collée. Dans le paragraphe suivant, nous allons présenter les techniques utilisées pour étudier la qualité des couches collées et la qualité du joint de collage.

II-3 Caractérisation des matériaux collés et du joint de collage

Nous avons utilisé plusieurs techniques de caractérisation pour qualifier le collage :

- Mesures de la structure cristalline et de l'orientation relative des mailles par rayons X
- Analyse structurale par TEM et nanoindentation
- Analyse de la qualité des puits quantiques placés dans notre cas proche de l'interface hybride par mesure de la luminescence des puits.

II-3.1 Analyse des matériaux collés par diffraction aux rayons X

Les mesures par diffraction rayon-X haute résolution et en incidence rasante ont été réalisées au LPN par Ludovic Largeau, avec un équipement « Rigaku Smartlab X-ray diffractometer » avec anode tournante.

La caractérisation par rayons X est réalisée sur une membrane InP de 400nm collée sur un substrat de Si d'épaisseur 300 μ m. Elle informe sur la qualité des deux mailles cristallines après collage [15], et sur leurs positions relatives : on en déduit une valeur sur le tilt, angle entre les 2 surfaces, et sur le twist, angle entre les 2 directions cristallographiques [16].

La figure II-6-a présente l'intensité des pics diffractés dus aux plans (004) en fonction de la position angulaire du détecteur, pour deux azimuts séparés par 180°. Le pic à la valeur angulaire $2\theta = 69.131^\circ$ provient de la maille du substrat silicium. Les deux pics à une valeur angulaire $2\theta = 63.2875^\circ$ sont dus aux plans (004) de la membrane d'InP. Les mesures effectuées à deux azimuts séparés par 180° conduisent à une erreur de tilt dans la direction $\langle 110 \rangle$ de l'ordre de $\sim 0.05^\circ$. Cette très faible valeur est à relier à la préparation oxide-free des surfaces. Il n'y a en effet aucun matériau entre les 2 surfaces.

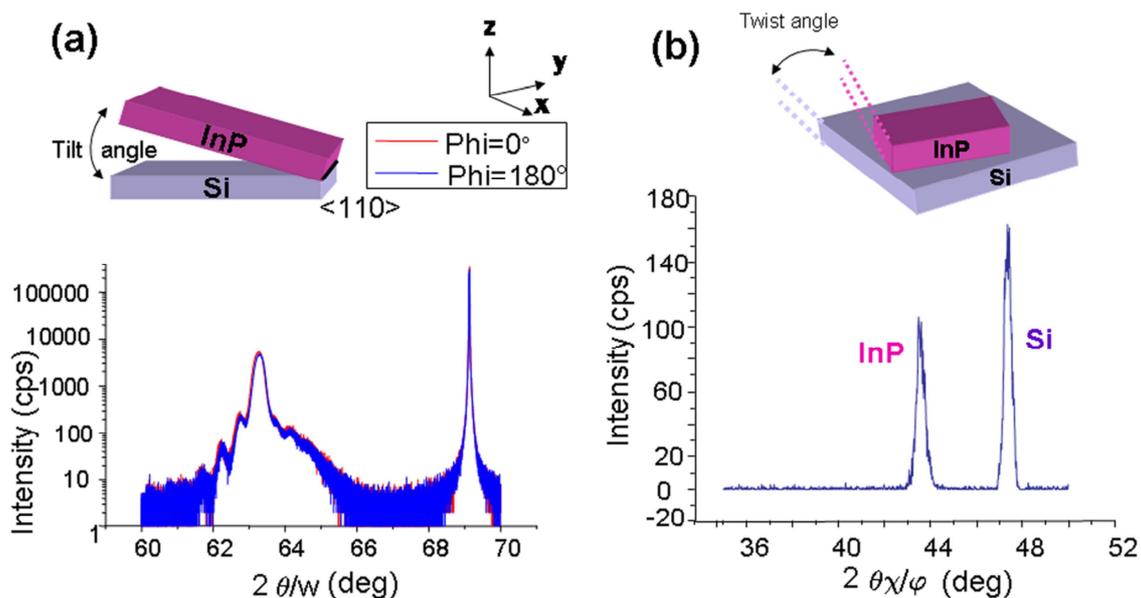


Figure II-6: (a) Diffraction de rayon X par les plans (004) le long de deux azimuts, (b) Diffraction en incidence par les plans(220) perpendiculaires à la surface.

La figure II-6-b présente les pics de diffraction produits par les plans (220) perpendiculaires à la surface (001) à la fois pour le substrat Si et pour la membrane InP. Le signal $2\theta = 47.35^\circ$ venant des plans (220) de Si étant la référence, on obtient pour l'InP (220) une valeur de $2\theta = 43.58^\circ$, très proche de la valeur des plans (220) du matériau InP non collé. A partir de cette différence et après calibration, la limite supérieure de l'angle de torsion est estimée à 0.1° . Cette très faible valeur témoigne du très bon alignement relatif des directions cristallographiques lors de la mise en contact des plaques. En outre, la très faible largeur angulaire des pics du matériau InP de la membrane collée est une preuve forte de la très bonne cristallinité du matériau collé : le collage hétéroépitaxial n'a pas dégradé la maille.

II-3.2 Analyse de l'interface collée et du joint de collage par STEM

Une analyse approfondie par STEM -Scanning Transmission Electron Microscope- du joint de collage a été effectuée au LPN par Gilles Patriarche sur un équipement JEOL 2200FS, incluant une analyse EDX qui permet d'accéder à la composition du joint de collage [17]. Dans la figure II-7-a, les deux mailles cristallines de Si et d'InP sont visibles, sans aucune couche amorphe à l'interface entre les deux matériaux collés. Par cartographie d'analyse géométrique de phase –GPA- à travers l'interface (Figure II-7-b), on mesure une variation de paramètre de maille de 8.1%, que l'on voit très abrupte, ce qui traduit bien que l'on passe d'un matériau à l'autre sans présence de couche amorphe. Les dislocations nécessaires pour accommoder le désaccord de maille cristalline sont localisées dans le joint d'interface, qui s'étend sur une à deux monocouches. Les deux mailles cristallines de InP et de Si sont parfaitement préservées.

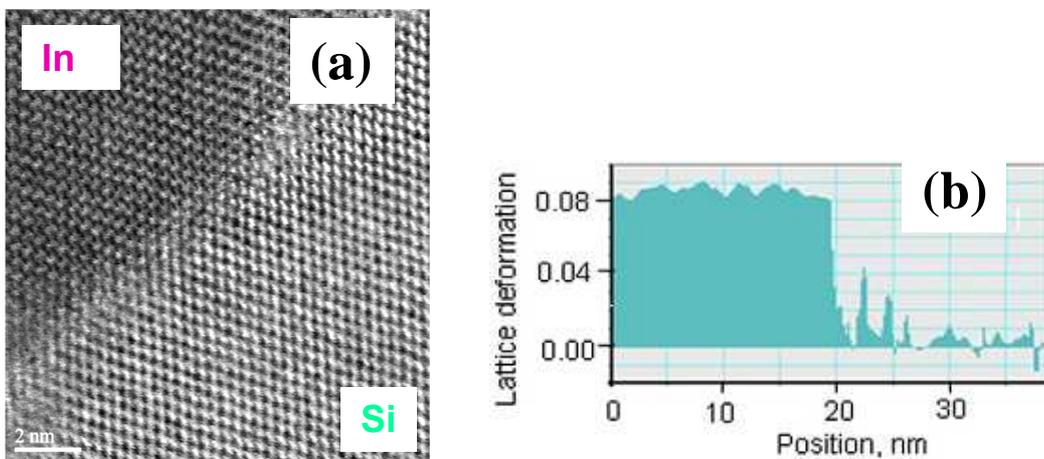


Figure II-7: a) Image STEM de l'interface collée entre l'InP et le silicium, b) Cartographie GPA réalisée à travers l'interface montrant la transition abrupte entre les deux mailles cristallines.

II-3.3 Energie du joint de collage mesurée par indentation

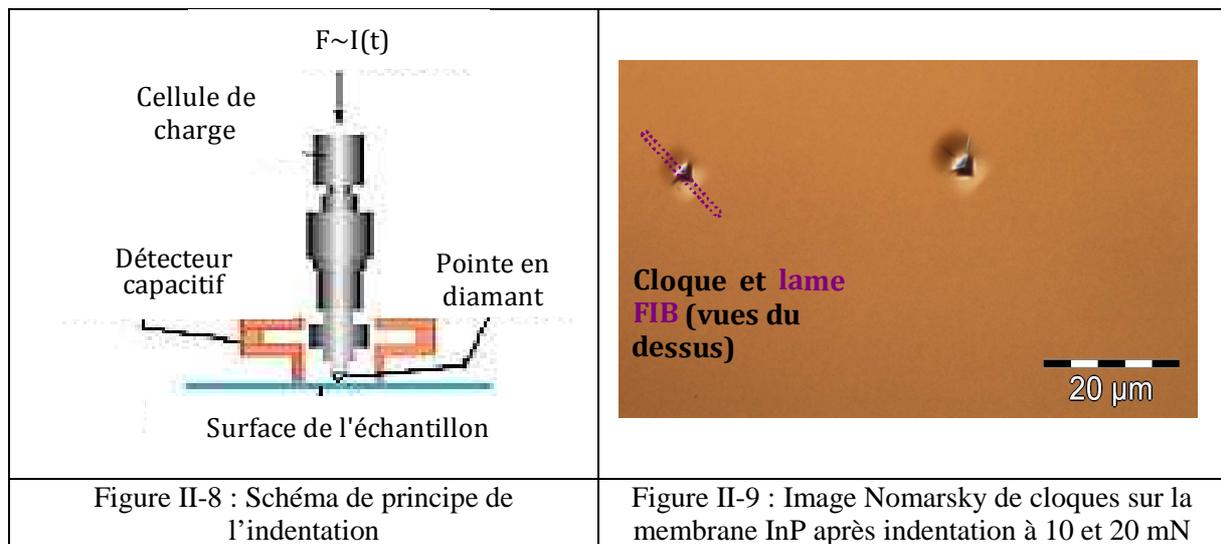
II-3-3-1 Principe de la nano indentation

La nano-indentation est une technique qui permet d'évaluer la résistance mécanique des couches [18] : une pointe très dure en diamant est poussée en pression à l'aide d'une charge contrôlée, sur une couche de matériau ; la déformation qui en résulte est analysée et conduit aux paramètres mécaniques de la couche, schéma de principe figure II-8. Elle a été utilisée pour produire des mesures localisées, reproductibles et très sensibles de la solidité et de l'énergie du joint de collage de couches d'oxydes ultra-minces sur un substrat de verre [19]. Nous avons ici mis en œuvre cette technique pour tester la solidité du joint de collage oxide-free [20], et, en association avec la mesure STEM, pour déterminer l'énergie du joint de collage [21].

II-3-3-2 Mesures de l'interface hybride InP-Si

La membrane est déformée par une pointe en diamant de type Berkovich, dans un équipement de type Nanohardness testeur de CSE. La procédure d'étalonnage proposée par

Oliver et Pharr [22] a été utilisée pour corriger les contributions provenant de l'appareil et de la forme de la pointe de l'indenter. Nous avons appliqué des charges d'indentation variant de 5, 10, 20, et 50mN en différents endroits de la surface de la membrane InP. A partir de 10mN, la membrane se décolle et produit localement une cloque. La taille de la zone décollée est bien visible au microscope optique en contraste de phase (Nomarski) figure II-9. Une fois la charge de décollement dépassée, on apprécie au microscope que la taille de la cloque est d'autant plus grande que la charge est importante. Pour conforter ce mécanisme de décollement, un spécimen STEM a été préparé à partir de l'échantillon en réalisant la gravure FIB de la lame exactement à travers la cloque, comme indiqué sur la cloque gauche figure II-9. Comme référence, nous avons utilisé un échantillon non indenté préparé de la même façon pour le collage et la fabrication de la lame.



La figure II-10 est l'image à faible grossissement BF-STEM de l'échantillon correspondant à une charge d'indentation de 10mN : on voit le décollement de la membrane d'InP sur une distance L assez loin du point d'impact de la pointe. A faibles charges d'indentation (<50 mN), les dislocations générées par l'indenter ne traversent pas l'interface entre InP et Si et sont contenues à l'intérieur de la membrane InP. Une étude plus approfondie de la membrane InP sous la pointe de l'indenter permet de conclure que l'origine de ce décollement provient de la rotation macroscopique des plans d'InP autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ sous l'effet de l'indentation. Par mesure GPA des directions des plans des 2 matériaux de part et d'autre de l'interface, on peut estimer cet angle de rotation ; il est de 16° dans le cas de la charge de 10mN et d'autant plus important que la charge augmente [23]. Quand la charge devient trop importante (>50 mN), le matériau Si se trouve amorphisé sous la pointe de l'indenteur (figure II-11).

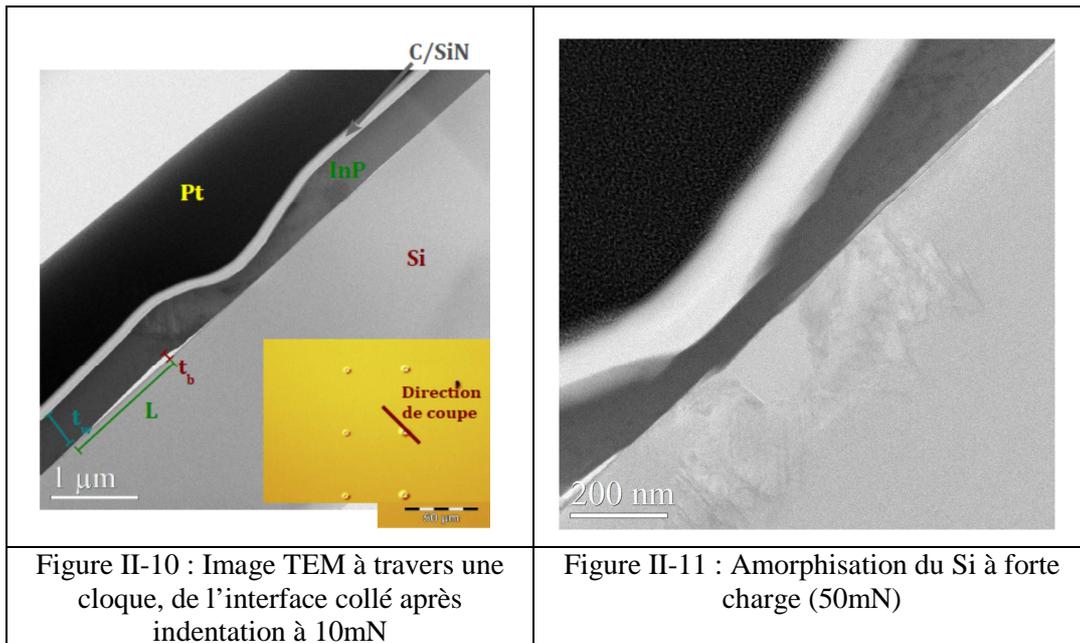


Figure II-10 : Image TEM à travers une cloque, de l'interface collé après indentation à 10mN

Figure II-11 : Amorphisation du Si à forte charge (50mN)

L'énergie du joint de collage peut être obtenue en utilisant les valeurs de hauteur et de longueur du décollement. La mesure de l'énergie du joint de collage est très souvent mesurée par la méthode du crack-opening, ou ouverture de l'interface par introduction d'une lame [9] [24] : on insère une fine lame de rasoir au niveau de l'interface et on mesure la longueur sur laquelle les 2 matériaux associés se séparent. Cette façon de faire demande de préparer un échantillon dédié, car elle est destructive. De plus, on comprend assez bien qu'elle peut dépendre de la mise en œuvre expérimentale, donc sa fiabilité peut être mise en doute [9]. L'avantage de la technique mise en œuvre ici est que la mesure est faite localement sur l'échantillon final, et la calibration de l'indenteur garantit une mesure reproductible et fiable.

Nous avons adapté la relation générale [24] aux dimensions de la cloque mesurée sur l'image TEM. Pour une longueur de fissure L et une hauteur de cloque t_b , l'énergie de liaison de surface est donnée par :

$$\gamma = \frac{3E_{InP}t_{InP}^3t_b^2}{16L^4}$$

Où E_{InP} et t_{InP} sont le module de Young et l'épaisseur de la membrane InP, respectivement. Cette équation ne s'applique que dans le cas d'une membrane InP décollée élastiquement. Les dimensions des cloques, et l'énergie moyenne calculée pour le joint de collage InP sur Si oxide-free en fonction de la charge d'indentation sont présentées dans le tableau II-3.

Charge	Longueur Fissure	Hauteur Cloque	Énergie
<i>mN</i>	<i>μm</i>	<i>nm</i>	<i>mJ/m²</i>
5	0,2	6,7	-
10	1	23,4	594
20	2	61	511
50	1,2	49	651

Tableau II-3: Dimensions géométriques de la cloque et Energie du joint de collage calculée pour les différentes charges d'indentation appliquées

Cette étude a été développée essentiellement par K. Pantzas (LPN) et E. Le Bourhis (Institut P').

II-3.4 Qualification des puits quantiques collés mesurée par photoluminescence

Pour cette étude, la plaque contenant 4 puits quantiques GaInAs placés intentionnellement proches de la surface (71 nm) a été collée (Tableau II-1). La caractérisation optique des puits est réalisée par une mesure de photoluminescence sous pompage optique à 980 nm. Cette énergie de pompage a été choisie pour se situer dans les barrières, afin d'empêcher les porteurs photo-générés de s'échapper dans la couche d'InP d'interface [17]. On voit sur l'image STEM (figure II-12) les 4 puits quantiques.

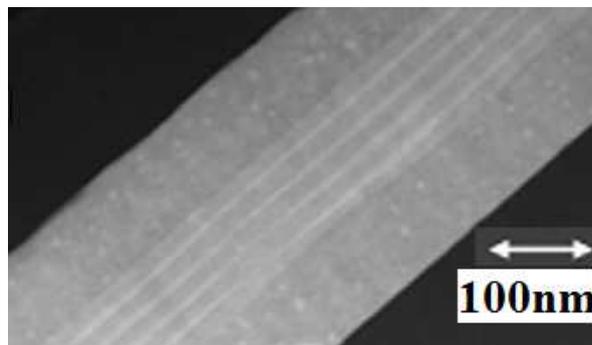


Figure II-12: Image STEM de la membrane collée comportant les 4 QW

Pour qualifier le collage hétéroépitaixial réalisé à 500°C, nous avons utilisé comme référence la même membrane collée sur silicium par BCB à 300°C. La figure II-13 présente les spectres de photoluminescence –PL– obtenus à 300 K pour les deux collages dans les mêmes conditions de pompage et de détection. La précision de la mesure de la longueur d'onde maximale PL est dans la plage de ± 1 nm. Le résultat obtenu montre que les deux maximums de l'énergie de luminescence et de l'intensité PL sont presque identiques pour la membrane collée dans les deux conditions de collage.

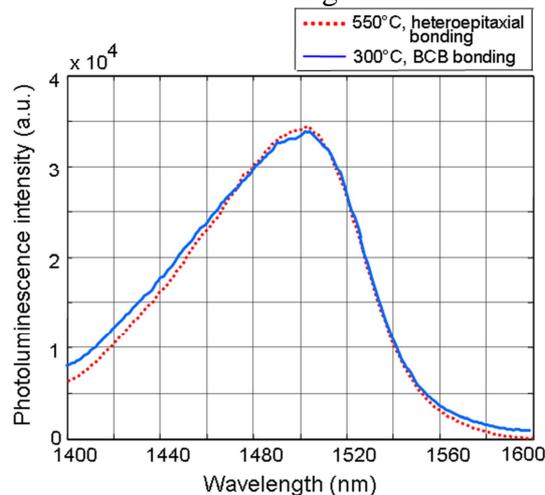


Figure II-13: Spectres de photoluminescence à 300K sous pompage optique à 980 nm

Pour le processus de collage hétéro-épitaxial, on a estimé que le coefficient de dilatation thermique entre l'InP et le Si, au cours du cycle thermique de la température ambiante à 550°C, induit une contrainte de traction de l'ordre 0,1%, conduisant ainsi à un déplacement de +4 nm de la longueur d'onde émise. Un tel comportement thermique est également présent dans l'échantillon collé par BCB, avec un impact plus faible en raison de la plus faible excursion thermique. La différence dans le décalage maximal PL dû à la dilatation thermique entre les deux procédés du collage reste dans la précision de la mesure. Ces mesures montrent que la longueur d'onde de luminescence et son intensité ne sont pas altérées par le collage oxide-free opéré à 500°C. Ce collage ne dégrade pas la qualité des puits quantiques, même quand ceux-ci se trouvent très proches (<100nm) du joint d'interface. Ces mesures confortent ce qui est visible en STEM : aucune dislocation ne remonte du joint de collage dans le matériau collé.

II-4 Collage InP sur SOI comportant une nanostructuration

Pour fabriquer un dispositif hybride InP sur silicium, nous devons réaliser le collage sur une structure SOI qui comporte la structuration du guide optique. Dans notre cas, cette structuration est une nanostructuration à une échelle sub-longueur d'onde guidée, le matériau structuré étant utilisé comme un milieu effectif pour le confinement latéral. La géométrie consiste en un réseau bidimensionnel de trous périodiques, réalisé par litho-électronique et gravure sèche par RIE- ICP dans la couche guidante de Si du substrat SOI (figure II-14). Cette structuration est étudiée dans le chapitre IV.

Pour le collage sur du SOI contenant une structuration, il faut pouvoir, après les étapes technologiques de structuration, régénérer la surface du Si de façon à retrouver un état de surface aussi propre et plan que celui d'un Si qui n'a vu aucune technologie.

Ayant utilisé des composés carbonés pour la technologie (résine e-beam), nous procédons à un traitement RCA. Puis, de façon à être absolument sûr de ne plus avoir de trace de contaminant à l'interface, nous procédons à une oxydation thermique du Si, pendant 25s à 1050°C. Ainsi, quand on retire par HF la couche d'oxyde formée, on peut retrouver une surface exempte de toute contamination, puisque l'oxyde thermique a été formé à partir des atomes de silicium de la surface. Cette oxydation thermique a aussi l'avantage de lisser les flancs de gravure [25].

Cette préparation du Si structuré a été réalisée avant le collage d'une membrane de 400nm d'InP, et on voit en figure II-15 une face clivée d'un guide hybride nanostructuré. Il ne présente, à l'échelle de l'image au microscope électronique, aucun défaut d'interface.

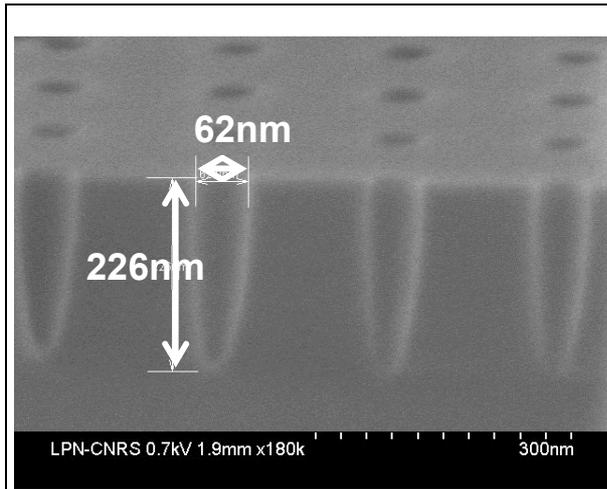


Figure II-14 : Image MEB de SOI patterné

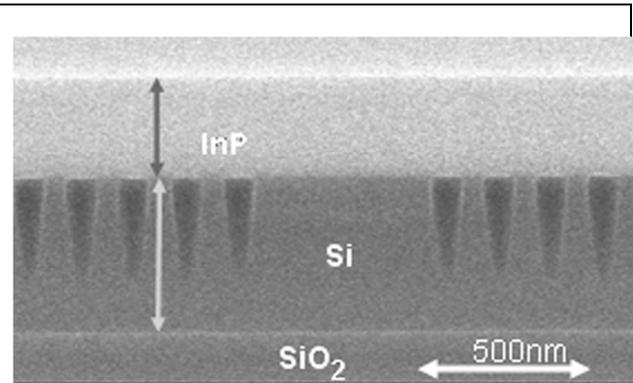


Figure II-15 : Image SEM de la facette clivé d'un guide hybride InP collé sur SOI contenant des guides nano-structurés

II-5 Conclusion

Le collage sans couche intermédiaire, que nous nommons hétéroépitaxial ou oxide-free est obtenu sans dégradation des matériaux collés: les deux matériaux InP et Si ont leur maille cristalline préservée, le joint de collage ne comporte pas de vide ni de couche amorphe, les dislocations nécessaires à l'adaptation de la maille se retrouvent contenues dans une à deux couches atomiques. Ce dernier point est très important car il offre un véritable avantage si on considère le vieillissement des structures hybrides.

La préparation des surfaces a été étudiée très en détail, en particulier pour établir une procédure conduisant à une surface oxide-free de InP.

Les matériaux collés et le joint de collage ont été très complètement caractérisés, l'énergie du joint de collage est déterminée à partir du décollement de la membrane obtenu par nanoindentation.

Le collage oxide-free est aussi démontré sur une surface Si ou SOI nanostructurée régénérée par oxydation thermique.

II-6 Références:

- 1- U. Gosele and Q. Y. Tong, Semiconductor Wafer Bonding. *Annu. Rev. Mater. Sci.*, **28**, 215 (1998)
- 2- R. M. Lum, J. K. Klingert, R. B. Bylisma, A. M. Glass, A.T. Macrander, T. D. Harris and M. G. Lamont, Effects of misfit dislocations and thermally induced strain on the film properties of heteroepitaxial GaAs on Si, *J. Appl. Phys.*, **64**, 6727 (1988)
- 3- A. Georgakilas, P. Panayotatos, J. Stoemenos, J. L. Murrain and A. Christou, Achievements and limitations in optimized GaAs films grown on Si by molecular-beam epitaxy, *J. Appl. Phys.*, **71**, 2679 (1992)
- 4- D. Pasquariello, M. Camacho, F. Ericsson and K. Hjort, Crystalline defects in InP-to-Silicon direct wafer bonding, *J. Appl. Phys.*, **40**, 4837 (2001)
- 5- G. Saint-Girons, J. Cheng, A. Chettaoui, J. Penuelas, B. Gobaut, P. Regreny, L. Largeau, G. Patriarche, C. Botella, G. Hollinger, *Microelectron. Eng.* **88**, (4) 469-471 2011
- 6- J. Yang, Z. Mi and P. Bhattacharya, Groove-Coupled InGaAs/GaAs Quantum Dot Laser/Waveguide on Silicon, *J. Lightwave Technol.*, **25**, 1826 (2007)
- 7- D. Pasquariello and K. Hjort, Plasma-Assisted InP-to-Si Low Temperature Wafer Bonding, *IEEE, Mater. Sci.*, **8**, 118 (2002)
- 8- K. Tanabe, K. Watanabe and Y. Arakawa, 1.3 μm InAs/GaAs quantum dot lasers on Si rib structures with current injection across direct-bonded GaAs/Si heterointerfaces, *Optics Express*, **20**, 315 (2012)
- 9- D. Pasquariello, M. Camacho, K. Hjort, L. Dosza, and B. Szentpali, Evaluation of InP-to-silicon heterobonding, *Mater. Sci. Eng., B* **80**, 134 (2001)
- 10- Q. Y. Tong and U. Gosele, *Semiconductor Wafer Bonding: Science and Technology*, Wiley, 1998
- 11- G. W. Trucks, K. Raghavachari, G. S. Higashi and Y. J. Chabal, Mechanism of HF etching of silicon surfaces: A theoretical understanding of hydrogen passivation, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 504 (1990)
- 12- B. Chen, Mechanisms of layer-transfer related to silicon-on-insulator structures, *Mater. Sci. Eng.* (2004)
- 13- Biophy Reaserch, Angle de contact
- 14- S. Moulinet, Rugosité et dynamique d'une ligne de contact sur un substrat désordonné, Université Paris 7, Thèse (2003)
- 15- H. Q. Zhao, L. J. Yu, Y. Z. Huang and Y. T. Wang, Strain analysis of InP/InGaAsP wafer bonded on Si by X-ray double crystalline diffraction, *Mater. Sci. Eng. B*, **133**, 117 (2006)
- 16- A. Talneau, C. Roblin, A. Itawi, O. Mauguin, L. Largeau, G. Beaudouin, I. Sagnes, and G. Patriarche, IPRM, Santa Barbara (2012)
- 17- A. Talneau, C. Roblin, A. Itawi, O. Mauguin, L. Largeau, G. Beaudouin, I. Sagnes, G. Patriarche, C. Pang, and H. Benisty, Atomic-plane-thick reconstruction across the interface during heteroepitaxial bonding of InP-clad quantum wells on silicon, *Appl. Phys. Lett.*, **102**, 212101 (2013)
- 18- E. Le Bourhis, D. J. Morris, M. L. Oyen, R. Schwaiger and T. Staedler, Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology IV, *Mater. Res. Soc.* **1049** (2008)
- 19- S. J. Bull, Analysis methods and size effects in the indentation fracture toughness assessment of very thin oxide coatings on glass, *Sci. Direct*, **339**, 518 (2011)
- 20- E. Le Bourhis, A. Talneau, I. Sagnes, G. Patriarche, L. Largeau and D. Troadec, *Mater. Res. Soc.*, **1510** (2013)
- 21- K. Pantzas, G. Patriarche, E. Le Bourhis, D. Troadec, A. Itawi, G. Beaudoin, I. Sagnes and A. Talneau, Evaluation of the surface bonding energy of an InP membrane bonded oxide-free to Si using instrumented nanoindentation, *Appl. Phys. Lett.*, **103**, 81901 (2013)

- 22- W. C. Oliver and G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992)
- 23- K. Pantzas, E. Le Bourhis, G. Patriarche, A. Itawi, G. Beaudoin, I. Sagnes and A. Talneau, Instrumented nanoindentation and scanning electron transmission microscopy applied to the study of the adhesion of InP membranes heteroepitaxially bonded to Si, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, **65**, 20702 (2014)
- 24- F. Fournel, L. Continni, C. Morales, J. Da Fonseca, H. Moriceau, F. Rieutord, A. Barthelemy and I. Radu, Measurement of bonding energy in an anhydrous nitrogen atmosphere and its application to silicon direct bonding technology, *J. Appl. Phys.*, **111** , 104907 (2012)
- 25- C.T.Santis, S.T.Steger, Y.Vilenchik, A.Vasilyev and A.Yariv “High coherence semiconductor lasers based on integral High-Q resonators in hybrid si/III-V platforms” *PNAS*, Feb 25, 111, 2879-2884, (2014)

Chapitre III : Le collage III-V sur Si avec une fine couche d'oxyde

III-1 Introduction, Etat de l'art

Le collage adhésif consiste à utiliser une couche intermédiaire pour coller les deux matériaux InP et Si. Les couches intermédiaires les plus utilisées sont le benzocyclobutane BCB et l'oxyde de silicium SiO_2 . L'intérêt de la présence d'une couche intermédiaire est de permettre un collage à une température plus basse que celle exigée par le collage sans couche intermédiaire, on peut le faire à une température autour de 300°C , et donc ainsi inclure cette étape de collage parmi les étapes d'un process compatible avec la technologie CMOS.

III-1-1 Collage avec une couche de benzocyclobutane BCB

Cette technologie a été développée par l'équipe de R. Baets, groupe IMEC, à l'université de Ghent (be).

Le BCB est déposée sur le silicium, puis recuit à une température de 150°C pour évacuer le solvant et le polymériser partiellement [1]. L'épaisseur du BCB est de l'ordre de 50 à 100nm [2]. La surface du matériau III-V est désoxydée avec une solution de HF. Alors les deux surfaces sont mises en contact. Le recuit est réalisé à une température de l'ordre 200- 250°C pendant une heure pour compléter la polymérisation du BCB avec une pression uniforme pour favoriser l'adhésion [3]. On voit en figure III-1 une image obtenue par microscope électronique à balayage qui présente les différents couches après le collage par BCB (le guide d'onde SOI, la couche de collage BCB et la couche épitaxiale InP/InGaAsP).

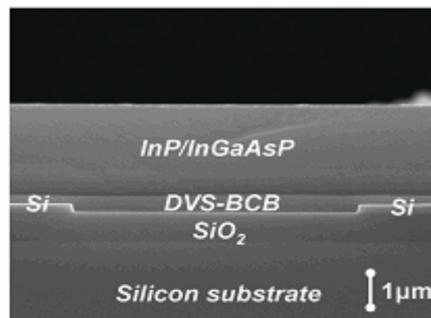


Figure III-1 : Image SEM de la section transversale après le collage par BCB [2].

III-1-2 Collage avec une couche d'oxyde

Le principe du collage entre 2 oxydes est bien connu et utilisé depuis longtemps pour la réalisation des substrats de SOI.

Une couche de SiO_2 est déposée sur les 2 surfaces à coller, le collage se fait alors par adhésion moléculaire hydrophile $\text{SiO}_2\text{-SiO}_2$, après activation de l'oxyde. L'oxyde SiO_2 peut être obtenu par plasma O_2 [4] ou déposé par PECVD [5-6]. L'activation de la couche d'oxyde par plasma O_2 [4-6] permet d'augmenter l'énergie de la surface pendant l'étape du recuit. Des interconnexions par liaisons hydrogène (figure III-2), plus fortes que l'attraction de Van-der-Waals, peuvent être mises en jeu, dès lors que les surfaces sont constituées d'atomes

présentant une grande affinité pour les électrons (électronégatifs) liés à des atomes d'hydrogène (comme O–H) [7]. Un recuit basse température entre 200°C à 350°C permet de transférer les liaisons faibles en liaisons covalentes. Le collage est alors assuré par les liaisons hydrogène entre les groupements (Si-OH---OH-Si) puis à plus haute température, ces liaisons sont remplacées par des liaisons covalentes siloxanes (Si–O–Si) [7].

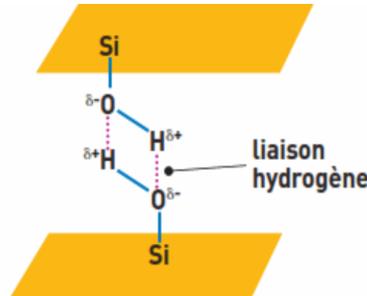


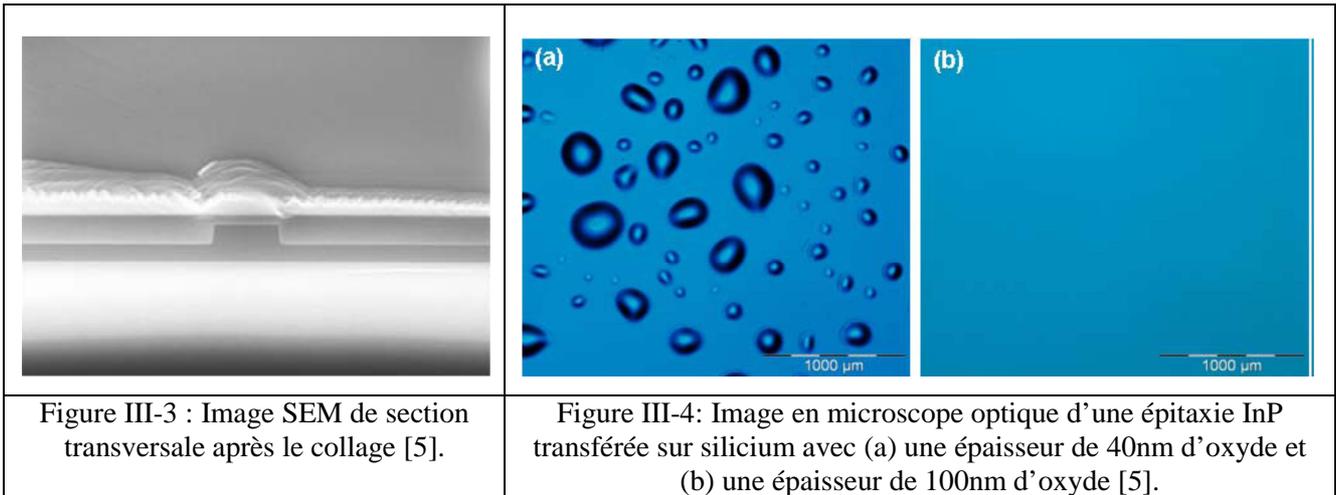
Figure III-2 : Principe du collage moléculaire de deux surfaces d'oxyde par liaisons hydrogène entre des liaisons silanols (SiOH–SiOH) de surface [7].

L'avantage du collage adhésif par SiO₂ par rapport au BCB est que le SiO₂ a une meilleure conductivité thermique que le BCB (1.3W/K.m pour l'oxyde SiO₂ et 0.29W/K.m pour le BCB) [8-9]. Le procédé est très sensible aux défauts des surfaces mises en contact. En général, pour que le collage soit réussi, il faut que les surfaces collées aient toutes les deux une rugosité inférieure à 0.5nm [6].

Deux grandes équipes de recherche ont développé ce type de collage : le CEA Leti qui utilise une couche de SiO₂ relativement épaisse (de l'ordre de 100nm) et l'Université de California Santa Barbara qui utilise une couche fine de Si O₂ (de l'ordre de 10nm).

III-1.2.1 SiO₂ épais : 50 à 100nm, technologie du CEA-Leti

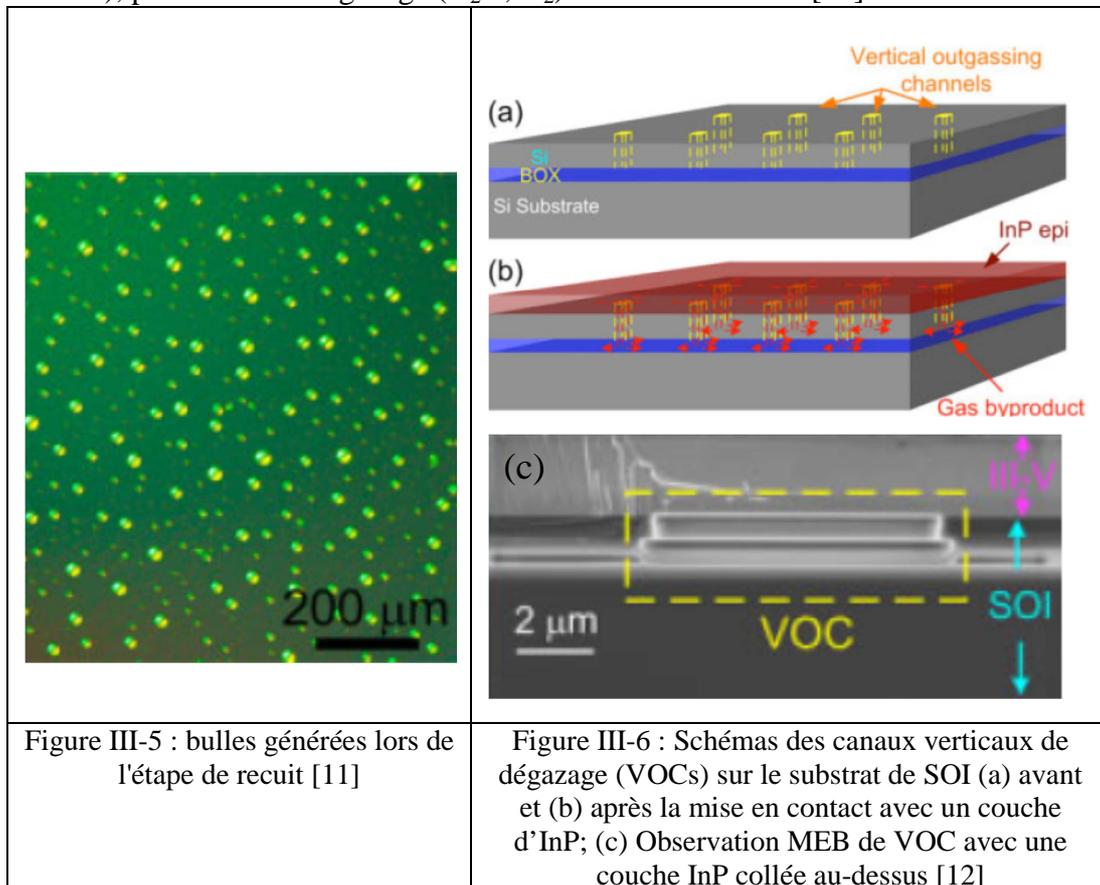
Une couche d'oxyde est déposée par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vaporisation Deposition) sur les surfaces des 2 matériaux. Sur la surface de InP, la couche déposée est de 10nm. Sur la surface du silicium, la couche déposée est plus épaisse car elle a pour rôle d'encapsuler le guide gravé dans la couche guidante de Si. Puis elle est amincie par polissage mécano-chimique –CMP- à une épaisseur finale ~80nm [5]. Une étape de traitement thermique est réalisée pour les deux échantillons afin de prévenir un dégazage éventuel de l'oxyde lors des traitements thermiques suivants. L'activation des surfaces est réalisée par Plasma O₂ pendant 30 secondes. Les deux surfaces sont mises en contact à température ambiante, puis le recuit est réalisé à 200°C pendant 2h. Après retrait du substrat par attaque chimique sélective, on observe le collage suivant, figure III-3.



Cette méthode conduit à la formation d'un assez grand nombre de bulles qui sont des zones non collées résultant du dégazage (Figure III-4-a), que l'on peut limiter en augmentant l'épaisseur de la couche d'oxyde, qui joue le rôle de piège pour les gaz formés (figure III-4-b).

III-1.2.2 SiO₂ mince : 5 à 10nm technologie de UCSB

Le groupe de J. E. Bowers (UCSB) a développé le collage oxyde à l'aide d'une couche d'oxyde SiO₂ très fine, de l'ordre de 5nm. La température de recuit est de 300°C pendant 12h sous une pression de 2MPa [10]. Cette technique produit un assez grand nombre de bulles (figure III-5), provenant du dégazage (H₂O, H₂) au cours du recuit [11].



On peut, comme proposé en [12] (figure III-6), structurer la surface préalablement au collage de façon à créer des cheminées d'évacuation des gaz. Cette méthode est efficace, mais nécessite un pré-processing du substrat, qui ne sera pas toujours compatible avec le design photonique voulu.

III-2 Collage au LPN avec une couche d'oxyde très fine : étape de l'oxydation

De façon à développer un procédé de collage compatible avec le process mis en œuvre au III-V Lab, partenaire du projet ANR COHEDIO, Le LPN a choisi le SiO₂ comme couche intermédiaire, pour sa meilleure conductivité thermique par rapport au BCB. Nous nous sommes attachés à comprendre les mécanismes mis en jeu lors du collage, pour comprendre d'où proviennent les bulles et comment les éliminer afin d'éviter une technologie supplémentaire de la surface du silicium pour leur évacuation.

Nous avons étudié plusieurs méthodes de génération de l'oxyde, et plusieurs méthodes d'activation. Nous nous sommes intéressés uniquement à des couches d'oxyde fines, de façon à préserver l'effet sur le mode optique de la nanostructuration que l'on aura réalisée pour le guide silicium (chapitre IV).

III-2-1 Couche de SiO₂ sur Si obtenue par oxydation du Si ou par dépôt de SiO₂

Pour réaliser une fine couche d'oxyde sur le silicium, nous avons utilisé deux méthodes différentes : soit l'oxydation de la surface du silicium, par oxydation thermique ou oxydation par plasma, soit le dépôt d'une couche d'oxyde par PECVD ou par pulvérisation cathodique. Les épaisseurs des couches d'oxyde sont mesurées par ellipsométrie. L'oxydation thermique est réalisée dans un four de recuit lent, à 1050°, le dépôt de SiO₂ par PECVD est réalisé à 280°C, avec les gaz SiH₄ et N₂O comme précurseurs, le dépôt de SiO₂ par pulvérisation cathodique est réalisé à température ambiante. Dans les 3 cas, les procédés ont été calibrés pour obtenir sur le silicium une couche d'oxyde de ~2nm.

III-2-1-1 Oxydation thermique

L'oxydation thermique est obtenue dans un four de recuit lent qui fonctionne à haute température. Dans une première série de tests, nous avons enfourné et défourné les plaquettes en ayant fixé la température du four à 1050°C. On se retrouve face à un problème d'oxydation supplémentaire par rapport aux valeurs estimées. Ce problème provient du gradient de température sur la plaquette au cours de l'enfournement. En effet, au départ de l'enfournement nos plaquettes sont à température ambiante et se retrouvent à 1050°C au milieu du four. Entre temps, elles atteignent à un moment une température supérieure à 800°C, température au-dessus de laquelle un oxyde peut déjà se former, avant que nous procédions à l'oxydation sous O₂, et ce même si nous essayons d'introduire les plaquettes lentement dans le four.

Suite à cette série de tests, nous avons décidé de procéder aux étapes d'enfournement et de défournement des plaquettes à une température de 700°C. La séquence d'étapes de cette oxydation correspondant au dépôt d'oxyde ultramine (<10nm) à T=1050°C est la suivante :

- Chargement la plaquette dans la nacelle avec 2 plaquettes écran
- Azote chargé à un débit de 5l/min pendant 10 minutes.
- On enfourne la nacelle au centre du four.
- On monte la température de 700°C à 1050°C (N2=2l/min pendant 20min).
- **Oxydation** sous O₂=1,5l/min,
- Purge du tube sous N2=5l/min (pour chasser le O₂) pendant 2 minutes.
- On monte la température de 1050°C à 1100°C (rampe d'une durée de 2min30)
- Stabilisation de la température à 1100°C pendant 5 minutes, en choisissant N2=2l/min
- On descend la température de 1100°C à 700°C (durée d'environ t=1h). Alors on peut retirer la plaquette sans oxydation supplémentaire au contact de l'air ambiant.

L'épaisseur de l'oxyde formé, en fonction de la durée d'oxydation, est mesurée par ellipsométrie optique, et portée en figure III-7 :

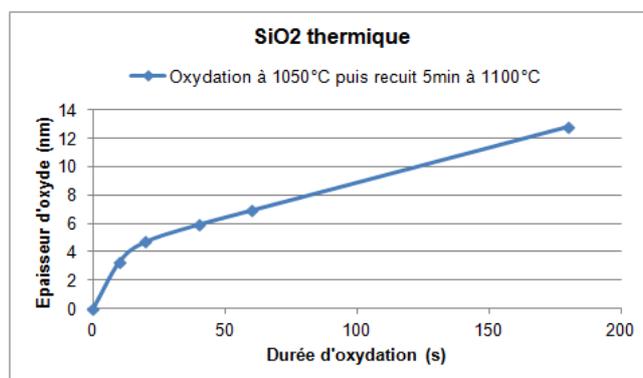


Figure III-7: épaisseur de l'oxyde en fonction de la durée de l'oxydation

III-2-1-2 Oxydation par Plasma O₂ (RIE)

Cette oxydation est réalisée dans un bâti RIE de type CCP « Capacitive Coupled Plasma ». Nous avons choisi les paramètres suivants : 10sccm de flux d'oxygène, 30mTorr de pression. Nous avons étudié le rôle de la polarisation, en réalisant 2 valeurs de tension de polarisation : 80 et 160V.

L'épaisseur de l'oxyde formé, en fonction de la durée d'oxydation, est mesurée par ellipsométrie optique, et portée en figure III-8, pour les 2 valeurs de la polarisation :

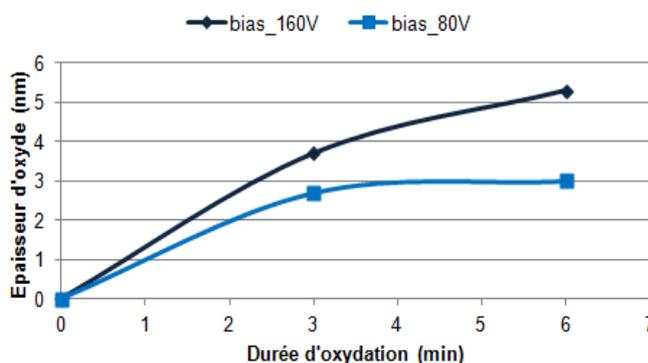


Figure III-8 : Épaisseur de l'oxyde créé par plasma RIE sur Si en fonction du temps et de tension.

On voit, comme attendu, que l'oxyde le plus fin est obtenu avec le procédé de plus faible polarisation.

III-2-1-3 Oxydation par Plasma O₂ (ICP)

Nous disposons au LPN d'un bâti de type RIE-ICP dans lequel on peut ne pas appliquer de polarisation, c'est à dire opérer le plasma sans qu'il y ait accélération des ions : ceci a l'avantage de ne pas du tout dégrader la surface que l'on expose au plasma. On modifie les paramètres suivants : pression, puissance, débit de flux de gaz, température et temps d'exposition. La figure III-9 donne les épaisseurs de la couche d'oxyde sur silicium en fonction du temps et pour différents paramètres du plasma ICP.

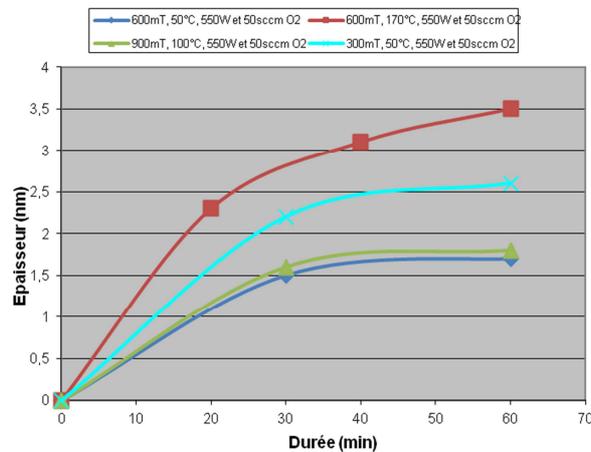


Figure III-9 : Epaisseur de l'oxyde créé par plasma ICP en fonction de la durée de l'oxydation

III-2-1-4 Dépôt d'une couche d'oxyde par PECVD

La PECVD est un procédé de dépôt de couches minces sous vide, de type processus chimique CVD. Les constituants d'une phase gazeuse réagissent pour former un film solide déposé sur un substrat, le plasma permet d'augmenter la densité des espèces.

Nous avons utilisé une recette précédemment optimisée par l'équipe technologie du LPN, le dépôt de l'oxyde se fait à une température de 280°C, la vitesse du dépôt est de l'ordre de 47.7nm/mn. Les mesures éllipsométriques de l'épaisseur de la couche d'oxyde déposée par PECVD sont présentées dans la figure III-10.

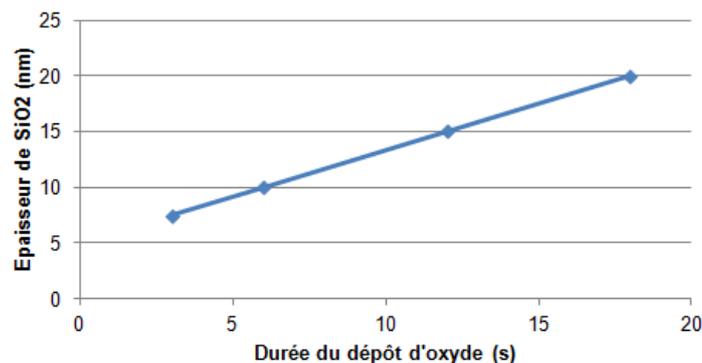


Figure III-10: Epaisseur de la couche d'oxyde déposé par PECVD sur le Si en fonction du temps.

A l'aide du procédé utilisé, la couche de SiO₂ déposée reste toujours assez épaisse, on pense aussi que la phase de stabilisation du plasma n'est peut-être pas reproductible, il sera donc difficile d'obtenir une couche fine d'épaisseur bien calibrée.

III-2-1-5 Dépôt d'une couche d'oxyde par Pulvérisation Cathodique

La pulvérisation cathodique est un procédé de dépôt de couches minces sous vide. Une cible contenant le matériau que l'on souhaite déposer est bombardée par des ions qui lui arrachent des molécules qui vont se déposer sur le substrat. Cette technique opère à température ambiante, et permet de produire des films d'oxyde de quelques nm à quelques μm .

Pour avoir une couche fine d'oxyde, nous avons créé une recette dédiée, en ajustant les paramètres suivants : la pression est de 0.4Pa et la tension est de 200V. Le résultat obtenu est présenté dans la figure III-11.

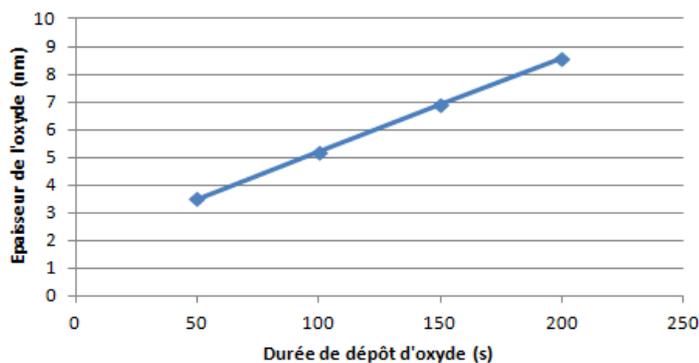


Figure III-11: Épaisseur de la couche SiO₂ déposée par pulvérisation cathodique sur le Si en fonction du temps.

Tous ces procédés permettant d'obtenir une couche fine de SiO₂ sur Si ont été calibrés afin d'être utilisées pour la préparation du Si pour le collage. Chacune ayant des conditions opératoires différentes, nous étudierons l'impact de la nature de l'oxyde SiO₂ et des conditions d'obtention de l'oxyde SiO₂ sur la qualité du collage obtenu.

III-2-2 Oxydation de la surface de l'InP

Nous avons choisi de ne pas déposer d'oxyde, de type SiO₂, sur InP, mais d'oxyder la surface de InP.

Les collages oxyde obtenus en déposant un oxyde SiO₂ sur InP comme reporté dans la littérature ramène à l'association SiO₂-SiO₂, bien connu et maîtrisé, mais semble conduire, dans tous les cas, à un dégazage important.

Nous avons donc choisi d'oxyder InP. Avant l'oxydation, la surface de InP est désoxydée par HF (40%) pendant 1mn, puis rincée pendant 3mn. Nous savons préparer une surface InP correctement désoxydée, afin d'être sûr de l'oxyde que nous y formons.

III-2-2-1 Oxydation chimique

L'oxydation chimique est réalisée à partir d'un agent oxydant qui va attaquer très lentement l'InP : plutôt que H_2O_2 , nous avons utilisé H_2SO_4 pur, connu pour oxyder très lentement InP. Cette oxydation étant très lente, nous n'avons pas fait de mesure par ellipsométrie de l'épaisseur obtenue, mais nous avons qualifié l'oxyde formé par TEM. On voit en figure III-12-a une image TEM de la couche d'oxyde obtenue après 1mn dans H_2SO_4 pur. La figure III-12-b montre l'intensité HAADF (High Angle Annular Dark Field) selon la position à travers la surface: l'épaisseur de l'oxyde est de l'ordre de 1.9nm. Comme l'intensité HAADF est proportionnelle au nombre atomique Z de l'échantillon, les oscillations visibles sont produites par les colonnes atomiques In puis P, ensuite il n'y a plus d'oscillation le matériau oxydé étant amorphe. L'intensité continument variable indique une composition qui varie continument depuis InP jusqu'à la surface. La stœchiométrie de l'oxyde ne peut pas être établie, car plusieurs oxydes peuvent être formés [13-14].

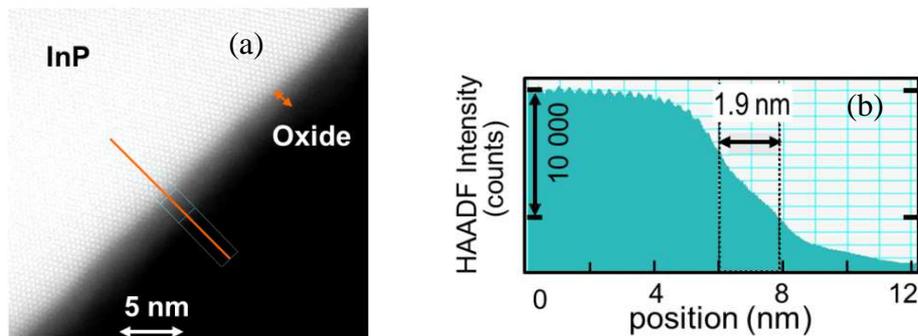


Figure III-12 : a) Image TEM de l'InP après oxydation chimique, b) variation de l'intensité HAADF en fonction de la position [15]

III-2-2-2 Oxydation par Plasma O_2 RIE

L'oxydation de InP est réalisée par RIE, comme proposé dans la littérature [16]. Nous avons développé un procédé dédié opérant à très faible tension de polarisation, de façon à ne pas rugosifier la surface par le bombardement des ions. L'épaisseur de l'oxyde obtenue sur l'InP en fonction du temps et de la tension de polarisation est portée en figure III-13.

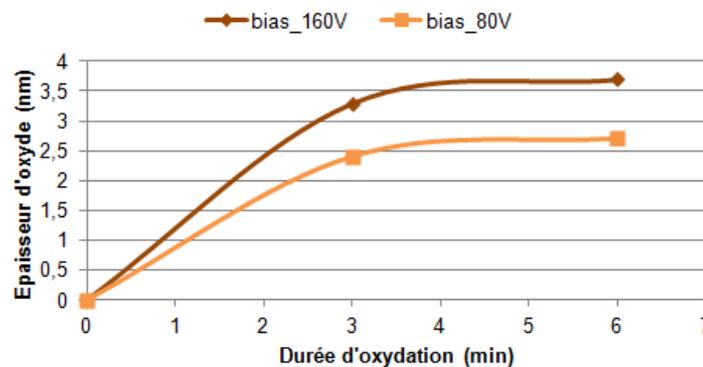


Figure III-13: Epaisseur de la couche d'oxyde sur InP en fonction du temps et de la tension de polarisation.

De même que pour le silicium, on voit qu'à faible polarisation, l'épaisseur d'oxyde obtenu sature au cours du temps.

La couche d'oxyde obtenue dans le cas de la polarisation-80V, durée 3mn, a été caractérisée par TEM. Sur la figure III-14, on voit la limite bien définie pour l'interface InP / oxyde, beaucoup plus clairement que dans le cas de l'oxydation par voie chimique. Le TEM permet aussi de voir qu'il n'y a aucune dégradation de la maille cristalline de InP qui proviendrait de la RIE, ceci est dû à l'utilisation d'une faible polarisation. L'intensité HAADF montre ici clairement une composition bien définie pour l'oxyde sur une épaisseur de 2.4nm.

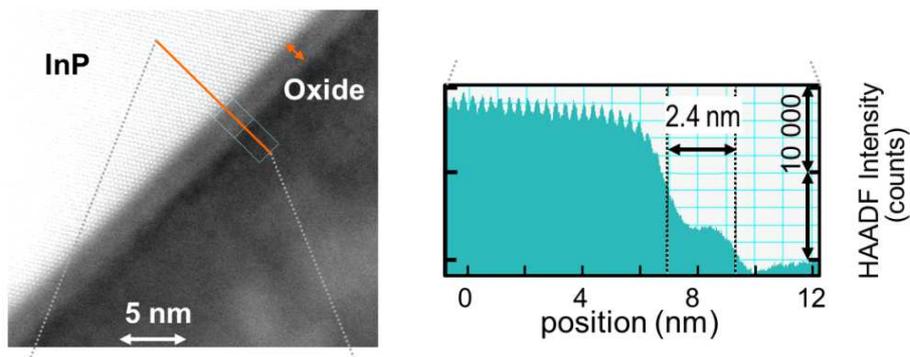


Figure III-14 : Image TEM de l'InP après oxydation par plasma O₂, variation de l'intensité HAADF en fonction de la position [15]

III-2-2-3 Oxydation par Plasma O₂ ICP

De même que pour Si, le plasma ICP a été utilisé pour ne pas dégrader la surface en travaillant avec un plasma sans aucune polarisation. Les valeurs optimisées des paramètres de la recette sont : pression (260mT), puissance (200W), débit de flux d'oxygène (20sccn), température (50°C). La figure III-15 détaille le résultat de l'épaisseur de la couche d'oxyde obtenue sur l'InP en fonction du temps, mesurée par ellipsométrie.

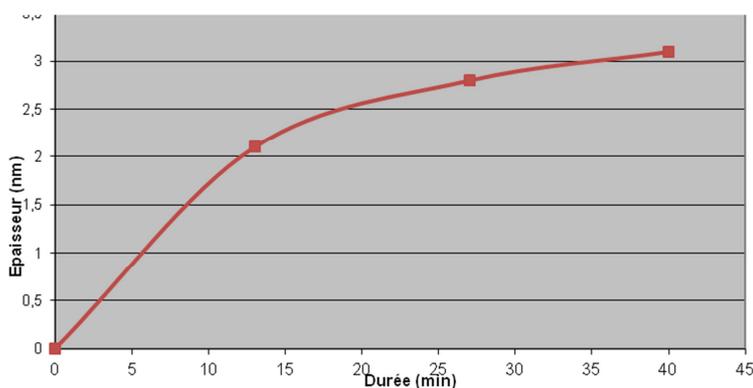


Figure III-15 : Epaisseur de la couche d'oxyde sur InP, en fonction de la durée du plasma ICP

Cette technique d'oxydation plasma va conduire, comme dans le cas du plasma RIE, à une couche d'oxyde de composition bien définie sur InP. Mais le bati ICP présente de façon aléatoire quelques re-dépôts, qui, s'ils se produisent sur la plaque, seront très préjudiciables au

collage, puisque c'est cette surface que sera au contact du SiO₂ obtenu sur Si. Afin de ne pas prendre de risque, nous avons choisi d'utiliser l'oxydation de InP par plasma O₂ RIE, l'observation TEM ayant montré que la faible polarisation ne conduit pas à une dégradation de la maille de InP.

III-3 Qualification des couches d'oxyde

III-3-1 Mesure de l'épaisseur des couches d'oxyde par ellipsométrie

L'ellipsométrie spectroscopique (Spectroscopic Ellipsometry SE) est une technique optique qui permet d'analyser les surfaces et les couches fines, monocouche ou multicouche. Cette technique est basée sur le comportement en réflexion de la lumière polarisée (figure III-16) [17]. La modification de la polarisation lors de la réflexion permet, après calculs, d'obtenir l'épaisseur et les propriétés optiques (indice et absorption) du matériau(x) constituant la ou les couches optiques. L'ellipsométrie spectroscopique est une technique non destructive et non perturbatrice.

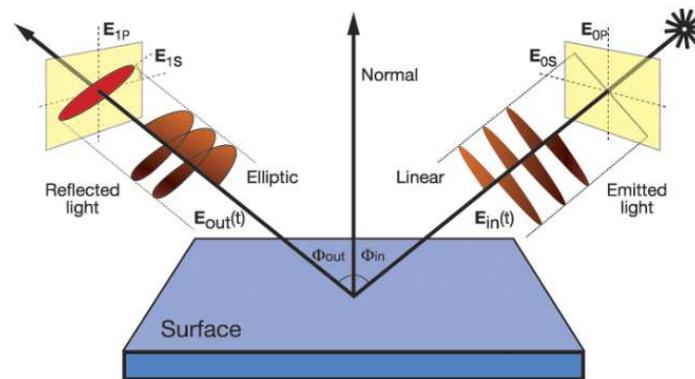


Figure III-16: Principe de l'ellipsométrie [17].

Les mesures sont faites dans un intervalle spectral qui contient la partie visible et une partie de l'infrarouge du spectre (de 0.6eV à 6eV). Pour une couche fine sur substrat, la résolution de cette technique est de l'ordre de l'Angstrom quand la nature de la couche est bien référencée et que l'interface est très bien définie. L'outil d'analyse des résultats permet, après définition d'un gabarit pour l'empilement étudié, d'accéder aux épaisseurs et indices, et à des informations sur la rugosité en analysant les erreurs sur l'épaisseur.

Nous avons utilisé cette technique pour mesurer les valeurs des épaisseurs des couches d'oxyde créés ou déposés par les différentes techniques sur le silicium et l'InP (III-2)

Pour l'oxyde sur Si, le SiO₂ étant bien référencé, on peut accéder à des valeurs très précises pour les couches d'oxyde très fines (~2nm), les valeurs que l'on a indiquées en III-2-1 sont donc entièrement fiables. Pour l'oxyde sur InP, la composition de cet oxyde étant dépendant de sa méthode d'élaboration, son indice n'est pas référencé. Nous avons pris une valeur indicative de l'ordre de 1.775. Les valeurs d'épaisseur que l'on a portées sur le graphe en III-2-2- sont dans ce cas plus indicatives.

III-3-2 Analyse des couches d'oxyde SiO₂ par FTIR

Comme on va le présenter en III-4, les bulles présentes à l'interface, qui produisent des zones non collées pour la membrane, proviennent d'un dégazage au cours du recuit de collage. Pour s'affranchir de ces bulles, on peut créer des VOC (voir III-1) ou augmenter l'épaisseur de l'oxyde, qui joue alors le rôle de piège. On peut aussi limiter la création du gaz, ceci en utilisant un oxyde qui contient le moins possible de liaisons susceptibles de produire ces gaz. Les gaz produits sont essentiellement H₂O et H₂. On a donc recherché, dans les oxydes déposés, la présence de liaisons de type -OH ou -H susceptibles de produire H₂O ou H₂ lors du recuit.

Pour évaluer le rôle des liaisons -H et -OH au cours du recuit, ces trois oxydes générés sur Si ont été caractérisés par transmission FTIR (Fourier Transformed Infrared Spectroscopy). La figure III-17 présente les spectres de transmission des trois différentes couches d'oxyde : oxyde déposé par PECVD, oxyde déposé par pulvérisation cathodique et oxyde créé thermiquement. La signature de la liaison -H est clairement visible dans le spectre de SiO₂ PECVD, en raison de l'utilisation de SiH₄ comme gaz précurseur. Dans le matériau SiO₂ déposé par pulvérisation cathodique, on voit peu la signature de la liaison -H, qui pourrait être liée à la teneur en H résiduel dans la charge SiO₂. On ne voit aucune signature -H dans la couche d'oxyde créée thermiquement à haute température. Ces spectres montrent également la signature de liaison -OH dans le cas de l'oxyde SiO₂ PECVD, associée à des liaisons -OH de surface en raison probable de l'adsorption de l'eau lorsque la couche est retirée de l'enceinte de dépôt à 280 ° C.

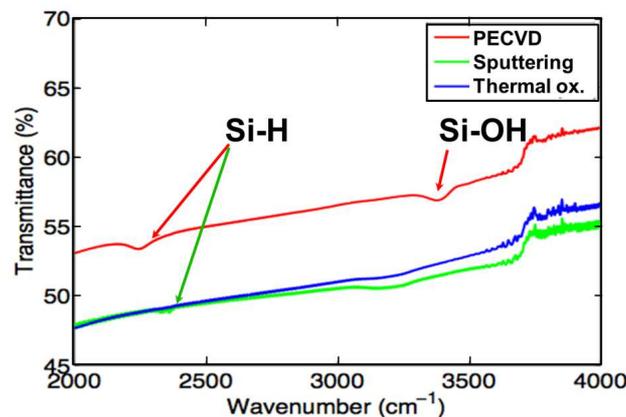


Figure III-17 : Spectre de transmission par FTIR des différentes couches d'oxyde.

III-4 Collage avec une couche d'oxyde très fine : étape de l'activation

Les deux surfaces InP et Si sont oxydées. Par la suite, InP sera toujours oxydé par plasma O₂ RIE ; nous étudions le rôle des différentes méthodes d'oxydation de Si présentées en III-2-1 ainsi que le rôle des 2 techniques d'activation présentées ci-après sur la qualité du collage, en particulier l'obtention d'un collage sans bulles.

L'activation des couches d'oxyde est la deuxième étape de préparation des surfaces oxydées avant mise en contact. Le but de l'activation est d'augmenter l'énergie de la surface hydrophile. En 2009, R. E. Belford a comparé la variation de l'énergie de surface Si-Si en

fonction de la température du recuit, pour des échantillons non activés et des échantillons activés par plasma oxygène de SiO₂ créé par RCA (figure III-18) [18].

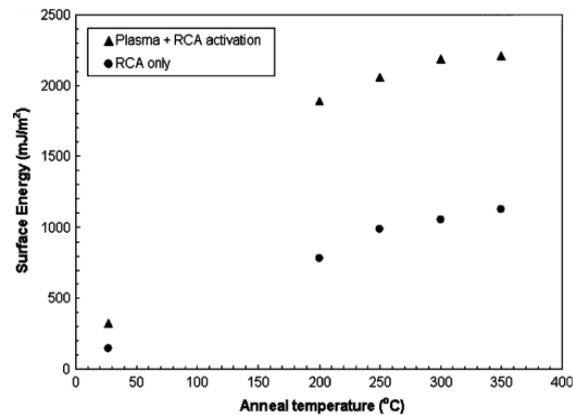
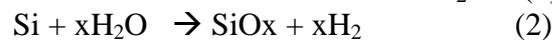


Figure III-18 : Energie de surface en fonction de la température du recuit pour des échantillons non activés et activés par plasma [18].

Pour comprendre la raison pour laquelle l'activation peut augmenter l'énergie de surface de l'interface collée, nous présentons le mécanisme de l'établissement des liaisons pendant le recuit. Dans le cas du collage de 2 surfaces de Si oxydées par SiO₂, ce mécanisme est bien connu. Les deux équations qui décrivent les réactions qui ont lieu pendant le recuit sont les suivantes [16].



On comprend donc que si on augmente le nombre de liaisons -OH à la surface des oxydes, alors on établira d'autant plus de liaison Si-O-Si, ce qui aura tendance à consolider le joint de collage. Mais on voit aussi que au cours de ces 2 réactions, de l'eau et du H₂ gaz sont formés, qui sont responsables des bulles reportées dans la littérature.

Nous voulons développer un collage sans bulles. Il faudra donc
 -générer un oxyde qui ne contienne pas dans son volume de -OH ou de -H
 -activer la surface avec le nombre de liaisons hydroxyles -OH juste nécessaire pour créer les liaisons qui assurent le joint d'interface, sans liaisons en surplus inutiles pour la solidité du joint qui ne feront que produire des gaz qui créeront des bulles.

Après étude de la littérature, nous avons considéré 2 techniques d'activation : le plasma O₂ RIE, à très faible polarisation et très faible flux de O₂, et l'utilisation de l'ozone. Les 2 oxydes SiO₂ sur Si et l'oxyde formé sur InP sont activés simultanément et les surfaces sont mises en contact immédiatement après activation.

Nous ne disposons pas de technique d'analyse de l'activation d'une surface, et il n'y a rien de clair dans la littérature qui permet de la qualifier. Il faut donc, pour valider une activation, aller au bout de l'expérimentation du collage, et voir si in fine le collage tient, et combien il comporte de bulles. Cette méthode expérimentale est assez lourde, et suppose que toutes les autres étapes sont par ailleurs reproductibles et sans contribution à ce que l'on veut mettre en évidence.

III-4.1 Activation par Plasma

L'activation par plasma est celle utilisée par tous les groupes qui réalisent le collage à l'oxyde.

Pour essayer de cerner l'impact de l'activation par plasma, nous avons étudié les surfaces des oxydes sur InP et Si avant et après activation. Le procédé d'activation utilisé est celui développé à faible polarisation -80V, de façon à limiter au maximum une possible rugosification de la surface. Nous avons mesuré par éllipsométrie la couche d'oxyde avant et après activation, tableau III-1.

Echantillon	Etape	Epaisseur de l'oxyde (nm)	Erreur (nm)
Silicium	Avant activation	2.3	0.02
	Après activation	3.4	0.05
InP	Avant activation	2.5	0.12
	Après activation	2.8	0.12

Tableau III-1 : Mesure éllipsométrique de l'épaisseur de la couche d'oxyde avant et après activation par plasma RIE O₂, polarisation -80V.

L'augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur Si est significative . Comme mentionné dans le § 3-1, les valeurs obtenues pour le SiO₂ sont significatives. Par contre, on ne peut rien conclure de ce qui se passe sur InP.

L'activation par RIE étant reportée comme pouvant rugosifier et contenir beaucoup d'eau [19-20], nous avons étudié l'activation par ozone.

III-4.2 Activation par Ozone

Nous avons considéré l'activation par ozone pour produire les groupes hydroxyle -OH à la surface de l'oxyde. L'Ozone obtenu par irradiation UV est reporté dans la littérature pour éliminer la contamination par le carbone sur le silicium et le SiO₂, et produire une surface oxydée et passivée dans le cas de GaAs et InP [21]. L'ozone a également été étudié pour maîtriser la formation d'oxyde à la surface d'InP, afin de contrôler la passivation de la surface d'InP [22-23].

Notre mise en œuvre expérimentale est la suivante : l'équipement comporte deux lampes UV à 2 longueurs d'onde différentes (184.9nm et 253.7nm), dans une chambre dans laquelle on ne fait pas entrer d'oxygène en extra, qui n'utilise donc que l'oxygène de l'air. La première radiation transforme une partie du dioxygène présent dans la chambre en ozone, tandis que la deuxième absorbe une partie de l'ozone créé. Il en résulte une concentration stable au cours du temps en oxygène atomique (O) dans la chambre, qui va réagir avec le substrat. L'oxygène sous sa forme atomique est un oxydant très puissant qui va créer les groupes hydroxyle en surface. Le paramètre que l'on fait varier ici est uniquement la durée de l'activation.

Pour trouver quelle est la durée optimale conduisant à un collage sans bulle, nous avons réalisé et qualifié le collage d'une membrane InP collée sur Si, en faisant varier la durée

de l'étape d'activation Ozone. Les oxydes utilisés sont les suivants : Si est oxydé thermiquement, et InP est oxydé par plasma RIE O₂. On a vu que l'oxyde SiO₂ thermique ne contient ni-OH ni -H, donc ne contribuera pas à la production de gaz au cours du recuit. Le gaz présent dans l'étude sera donc uniquement celui produit par les groupes -OH créés par l'activation et en excès par rapport à ce qui est nécessaire pour établir le joint de collage. Après retrait du substrat InP et de la couche d'arrêt chimique InGaAs, la qualité du collage est observée au microscope Nomarsky. Nous n'avons pas fait de mesure de l'énergie du joint pour chaque collage, nous avons limité l'étude à l'observation de la membrane collée.

Activation ozone	durée	résultat
	2 h	Collage réussi avec des trous
	1 h	Collage réussi avec des trous
	5mn	Collage réussi avec des trous
	1mn	Collage réussi avec quelques trous
	30 s	Collage réussi avec peu de trous
	20s	la membrane ne tient pas

Tableau III-2: résultat du collage après activation par UV/ozone.

Cette technique d'activation par ozone, pour une durée de 30s, est celle que nous retenons, quand un collage oxyde devra être réalisé pour les dispositifs hybrides.

III-5 Collage oxyde InP sur Si, résultats, discussion

III-5-1 Conditions expérimentales

Bien que le collage soit réalisé entre 2 surfaces oxydées, nos essais expérimentaux ont conclu qu'il est nécessaire d'opérer sous vide. Ceci est peut-être lié au fait que l'oxygène ambiant peut dégrader l'activation lors de la montée en température pour le recuit. Le collage est donc réalisé dans le bondeur SB6e (Suss Microtec), comme le collage heteroépitaxial. [24].

Les paramètres d'un cycle de recuit sont les suivants : la température monte jusqu'à 300°C (pente de 1°C/sec), dans le même temps, la pression augmente jusqu'à 150mbarr, le recuit dure 3 heures. La redescente en température se fait sous azote (N₂) en conservant la pression de la tête haute du bondeur sur l'échantillon jusqu'à une température de 50°C.

III-5-2 Résultats expérimentaux des collages InP/Si avec une couche d'oxyde

Nous avons collé une membrane InP de 400nm sur des substrats de Si. L'InP a toujours été oxydé par plasma, nous présentons ici les résultats mettant en évidence le rôle de la nature de l'oxyde créé ou déposé sur Si. Le collage est observé après retrait du substrat (attaque chimique par HCl, puis retrait de la couche sélective GaInAs par chimie sélective).

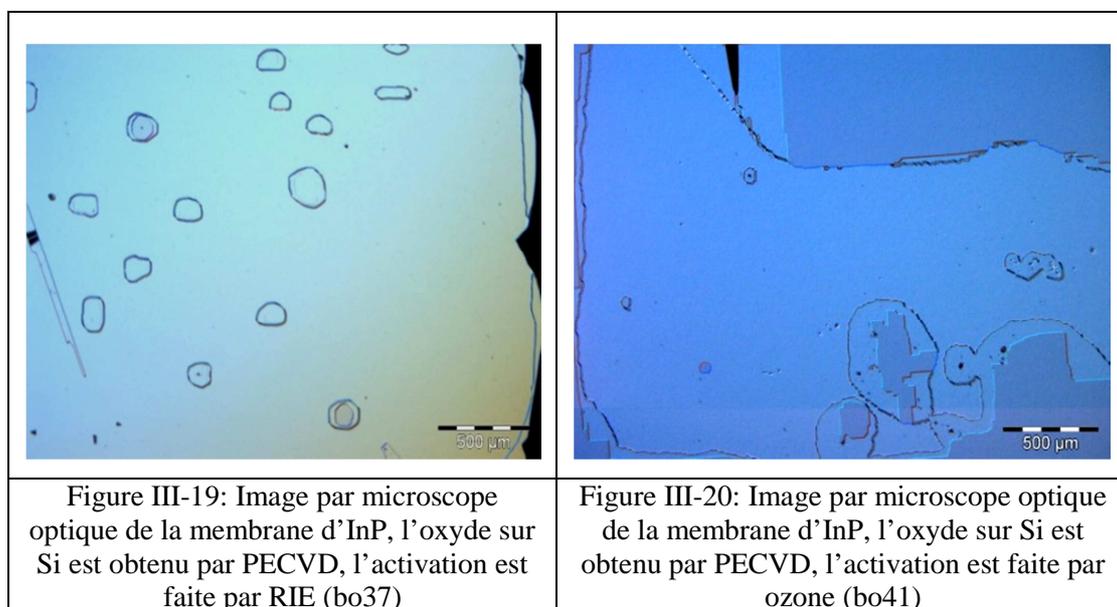
Ces résultats, qui ne représentent qu'une petite partie de toutes les investigations faites sur les conditions de collage, sont résumés dans le tableau III-3.

N°	InP	Si	Activation	Bonder SB6e
bo37	Oxydation_RIE_5min	SiO ₂ par PECVD 5sec	Activation RIE 30sec	- Sous vide - T= 300°C - P= 150mbar - durée= 3h
bo41	Oxydation_RIE_5min	SiO ₂ par PECVD 4sec	Activation par Ozone 30sec	
bo43	Oxydation_RIE_5min	SiO ₂ pulvé 70sec	Activation par Ozone 30sec	
Bo63	Oxydation_RIE_5min	SiO ₂ thermique 1050°C-20sec	Activation par Ozone 25sec	

Tableau III-3 : Conditions expérimentales des collages présentés.

III-5-2-1 Collage InP/Si avec l'oxyde sur Si déposé par PECVD

Le SiO₂ déposé par PECVD sur le Si a une épaisseur de l'ordre de 7nm. Dans une première expérimentation, l'activation des deux couches d'oxyde sur Si et sur InP est faite en même temps par plasma RIE pendant 30 secondes. Les surfaces des deux échantillons sont mises en contact avec un goutte d'eau DI avant d'installer le système dans le Bonder pour le recuit. Le résultat obtenu après le retrait du substrat InP est présenté dans la figure III-19.



Avec les mêmes conditions d'oxydation des deux échantillons, l'activation a été réalisée par UV/Ozone lors de l'expérimentation bo41. Le résultat obtenu après le retrait du substrat InP est présenté en figure III-20.

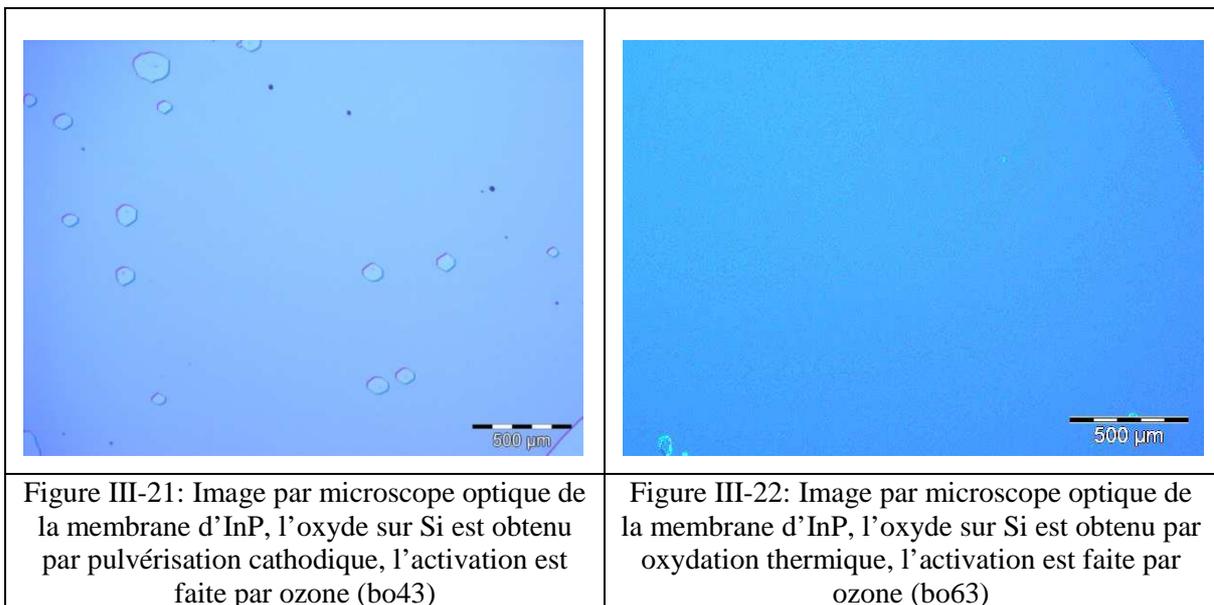
Dans les 2 cas, on voit des trous, zones où la membrane n'a pas été collée car il y avait du gaz. Nous proposons que ce gaz, en abondance, ne vienne pas de l'activation qui serait trop forte (la durée optimale de l'activation a été calibrée (III-4-2) , mais de la couche d'oxyde générée par PECVD qui contient, comme l'a montré la mesure FTIR, de nombreuses liaisons -H et -OH. On se retrouve dans les mêmes conditions que les équipes qui ont précédemment développé le collage à l'oxyde.

Le SiO₂ généré par PECVD, c'est-à-dire avec les gaz vecteurs SiH₄-N₂O, contient trop de liaisons -H et -OH. Les liaisons -H sont susceptibles d'être présentes dans la couche, car formées au cours du dépôt, en présence du gaz vecteur SiH₄ cracké dans le plasma, les

liaisons –OH sont susceptibles d’être formées à la surface de la couche lors de la mise à l’atmosphère, quand on ouvre la chambre qui est à 280°C.

III-5-2-2 Collage InP/Si avec une couche d’oxyde déposée par pulvérisation cathodique

Nous avons alors essayé une autre technique de dépôt de SiO₂ qui soit à température ambiante : la pulvérisation cathodique. Nous avons déposé une couche de SiO₂ par pulvérisation cathodique d’une épaisseur de l’ordre 3nm, puis les deux surfaces d’oxyde sont activées en même temps par ozone pendant 30 secondes (expérience bo43). Les deux surfaces sont mises en contact et le recuit a lieu. La membrane collée est visible figure III-21. Elle ne présente que très peu de trous, et ce sont de tous petits trous.



III-5-2-3 Collage InP/Si avec une couche d’oxyde créée thermiquement

La couche d’oxyde obtenue sur silicium par oxydation thermique est une couche de très bonne qualité, ceci est bien connu. Cet oxyde nous sert de bench mark, mais nous souhaitons ne pas avoir à utiliser cette technique car la température mise en œuvre est élevée (1050°C). Nous avons créé une couche d’oxyde thermique sur le silicium d’une épaisseur de 3nm. L’activation des couches d’oxyde a été faite par ozone pendant 25s. On voit en figure III-22 un collage parfait, sans aucun trou.

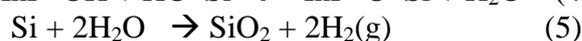
III-5-2-4 Discussion

Le mécanisme du collage assisté par oxyde est bien décrit dans le cas du silicium (III-4). Quand le collage concerne des éléments du groupe III, Tong et Gosele ont considéré un mécanisme de collage similaire que l’on peut écrire sous la forme:



qui produit les liaisons entre les éléments du groupe III et Si [25]. Les produits de la réaction sont, comme dans le cas du collage Si-Si, H₂O et H₂ (gaz).

En suivant cette considération, nous proposons dans notre cas un mécanisme de liaison entre InP et le silicium. Après activation, les groupes hydroxyle InP-OH et Si-OH sont formés. Pendant le recuit, ces groupes hydroxyle peuvent polymériser suivant les réactions suivantes :



créant ainsi les liaisons covalentes entre InP et Si.

On peut maintenant revenir aux mesures FTIR faites sur les oxydes créés sur Si pour comprendre les résultats des collages présentés. Dans le cas du SiO₂ déposé sur Si par PECVD, les liaisons interstitielles -H et -OH produisent, en plus des gaz issus de la réaction, du gaz au cours du recuit. Ces gaz migrent à l'interface et forment une grande quantité de bulles, ce qui produit des zones non collées pour la membrane. Dans le cas du SiO₂ déposé par pulvérisation cathodique, il n'y a que des liaisons -H interstitielles présentes, le nombre de bulles est limité. L'oxyde thermique ne présentant aucune liaison ni -H, ni -OH, le collage dans ce cas est obtenu sur toute la surface.

On peut aussi proposer que la dimension des zones non collées soit corrélée au gaz mis en jeu. H₂ étant une petite molécule, elle diffuse facilement à l'interface et ne reste piégée qu'au niveau des défauts de grande taille. Ceux-ci ne sont pas très nombreux grâce à la qualité de la préparation, et on aura donc dans ce cas un nombre limité de trous. Quand une grande quantité de H₂O est produite, cette grosse molécule est piégée dans chaque défaut rencontré, même les plus petits, on obtient alors un grand nombre de trous car la densité de petits défauts est plus grande.

En conclusion, le collage oxyde est obtenu sans bulles (zones où la membrane n'est pas collée) quand on utilise un oxyde qui contient le moins possible de liaisons -H ou -OH interstitielles, et que l'activation de l'oxyde est réalisée par UV/Ozone.

Le procédé optimal sur lequel nous avons convergé, qui ne contient que des étapes à basse température, donne des surfaces collées avec une densité de trous minimale.[15].

Les étapes sont les suivantes:

Pour Si : - nettoyage solvant US, - désoxydation, - RCA - désoxydation - dépôt de SiO₂ par pulvérisation cathodique

Pour InP : - nettoyage solvant US, - désoxydation - oxydation O₂ RIE

Activation : ozone pendant 25sec à température ambiante.

Recuit sous vide, T=300°C, 3 heures sous une pression de 150mBar.

III-6 Caractérisation de l'interface collée

Comme pour le collage hétéroépitaxial (chapitre II), nous avons caractérisé l'interface collée par TEM et par nano indentation.

III-6.1 Analyse de l'interface par STEM

Après préparation d'une lame mince par FIB, l'interface est observée au STEM sur le JEOL 2200FS, figure III-23. On voit la fine couche d'oxyde de l'interface, d'une épaisseur totale de l'ordre de 7nm. Ce résultat correspond à l'expérience bO48. L'analyse X permet d'identifier les 2 oxydes, celui formé sur InP, noté ici InPO et le SiO₂ déposé sur Si. La couche de SiO₂ mesure ~5nm, est un peu plus épaisse que ce qui était attendu à partir de la calibration. L'oxyde InPO mesure ~2nm, on retrouve la valeur obtenue lors de la calibration (figure III-14). Nous n'avons pas fait d'analyse de la stœchiométrie de l'oxyde formé sur InP.

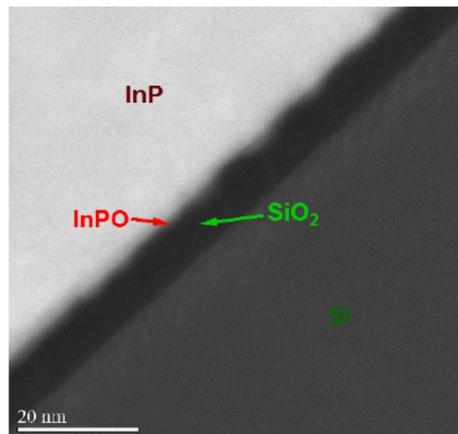


Figure III-23: Image STEM de l'interface collée entre l'InP et le Silicium avec une fine couche d'oxyde.

III-6.2 Analyse de l'interface par nano indentation, énergie du joint de collage

Les mesures de nanoindentation ont été menées, suivant la même méthode que celle mise en œuvre pour le collage hétéroépitaxial, permettant ainsi de déterminer l'énergie du joint de collage. La figure III-24 présente l'image HAADF-STEM de l'échantillon dans la zone de la cloque résultant de l'application d'une charge d'indentation de 10mN. La membrane InP est décollée du substrat de Si à l'endroit où a été appliquée la charge. L'image STEM montre ici que le décollement a lieu entre les deux oxydes SiO₂ et l'InPO.

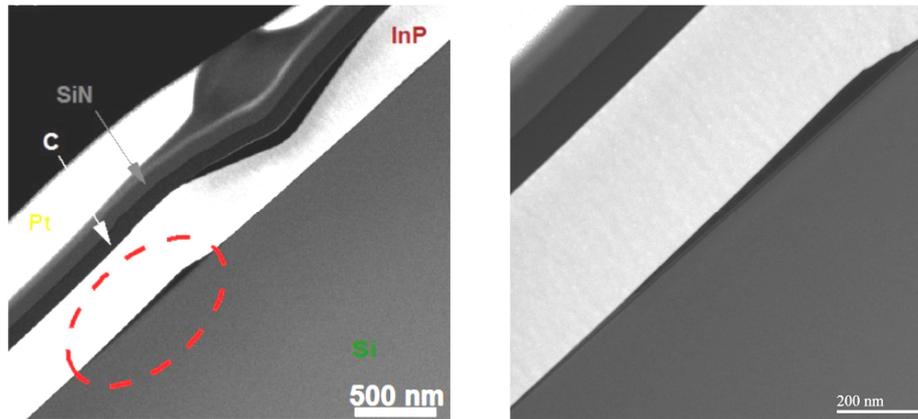


Figure III-24: Image HAADF-STEM de l'échantillon dans la zone indentée

L'énergie du collage dans le cas du collage avec une fine couche d'oxyde est de l'ordre de 280mJ.m^{-2} , valeur plus faible que celle obtenue pour le collage oxide-free.

III-7 Collage oxyde sur SOI comportant une structuration

III-7-1 SOI nanostructuré , technologie de structuration réalisée au LPN

Comme dans le cas du collage hétéroépitaxial, le but sera de fabriquer un dispositif hybride InP sur SOI, c'est-à-dire un SOI ayant vu la technologie de la nanostructuration. Il faut donc qualifier le collage oxyde dans le cas d'un SOI nanostructuré. La nanostructuration du guide Si en surface du SOI est obtenue avec la même technologie que celle décrite au chapitre II-6, qui a été utilisée pour le collage hétéroépitaxial. Le SOI, après l'ensemble des étapes technologiques produisant la structuration subit un recuit thermique qui régénère la surface. Puis, pour le collage, les 2 surfaces InP et Si du SOI sont préparées comme décrit en fin de paragraphe III-5. Nous avons réalisé un collage oxyde sur une surface avec motifs nanométriques, le résultat du collage est observé après retrait du substrat InP et de la couche d'InGaAs par microscope optique (figure III-25). Il n'y a à peu près aucune bulle.



Figure III-25: Image par microscope optique d'une membrane InP collée sur SOI nanostructuré, technologie de nanostructuration réalisée au LPN.

Nous avons de cette façon collé une membrane InP pour réaliser des guides hybrides (chapitre IV), nous avons aussi collé de cette façon l'empilement des couches lasers contenant des puits quantiques pour la fabrication du laser hybride (chapitre V).

III-7.2 SOI structuré, technologie de structuration réalisée au LETI.

Comme présenté en introduction, nous avons étudié le collage oxyde pour maîtriser une technique opérant à température compatible avec la technologie CMOS. Nous pouvons mettre en œuvre cette technique sur les guides Si fabriqués par le LETI pour les circuits photoniques hybrides développés au LETI-IIIIV Lab [26]. Dans cette technologie de structuration, les guides Si sont des shallow ridges classiques, délimités latéralement par de l'air. Le ruban a une dimension typique de $1\mu\text{m}$ de large, les tranchées d'air de part et d'autre du ruban ont une dimension de $6\mu\text{m}$. Après gravure des ribs, la structure est enterrée dans une couche d'oxyde SiO_2 déposée par PECVD, puis planarisée par CMP (Chemical Mechanical Polishing). La couche de SiO_2 restante a une épaisseur ~ 60 à 70nm au dessus des rubans. Nous avons essayé de prendre avantage de cette couche d'oxyde pour réaliser le collage, en déposant l'oxyde par pulvérisation par dessus cet oxyde PECVD. Mais sans succès. Nous avons pu obtenir un collage oxyde sur ces guides en ayant retiré en totalité tout l'oxyde PECVD, puis en ayant procédé comme nous l'avons qualifié pour le collage oxyde, § III-5. Le résultat obtenu après le retrait du substrat InP par HCl est présenté en figure III-26. La membrane est collée sans défaut, la présence des tranchées de $6\mu\text{m}$ de large n'est en rien une difficulté.

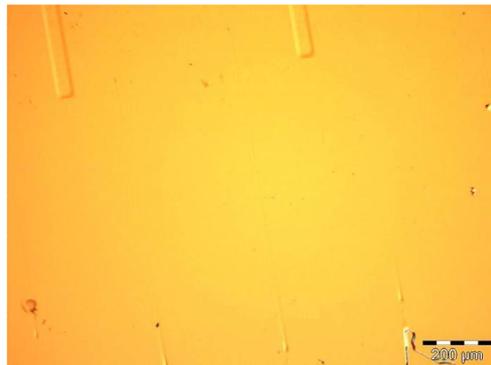


Figure III-26: image par microscope optique d'une membrane InP collée sur SOI structuré, technologie réalisée au LETI

III-8 Amincissement du substrat SOI, compatibilité avec le collage

Dans notre projet, nous allons fabriquer des guides ou des lasers hybrides InP/SOI. Pour les guides comme pour les lasers, l'essentiel du mode est dans la couche guide Si (voir chapitre IV), il n'y a pas de réseau d'insertion/extraction. Ce qui veut dire que les faces de sortie des dispositifs sont des faces clivées. Donc il faut à un moment du process amincir le substrat de SOI de $\sim 700\mu\text{m}$ à une valeur $\sim 100\mu\text{m}$ afin de pouvoir obtenir par clivage des faces qui soient des plans cristallographiques.

Dans un premier temps, nous avons pensé réaliser le collage des plaques de SOI déjà amincies à l'épaisseur finale de $\sim 100\mu\text{m}$, afin de ne pas dégrader les dispositifs processés par un amincissement post-processing. Mais au cours de la plupart des essais de collage, le SOI

aminci est ressorti cassé. Le bondeur peut être mis en cause ; en effet la planéité qu'il assure n'est pas parfaite car l'équipement ne possède pas de détecteur de pression, il fonctionne par mesure d'un déplacement. Or notre technique de collage est, de par le fait qu'il n'y a aucune ou qu'une très fine couche intermédiaire, très exigeant en terme de planéité.

Nous avons étudié la planéité de la couche de SOI après amincissement par profilomètre mécanique (figure III-27). Le substrat de SOI de $720\mu\text{m}$ est aminci à $300\mu\text{m}$ (a), $120\mu\text{m}$ (b) et $100\mu\text{m}$ (c). La mesure est faite sur une distance de 5mm .

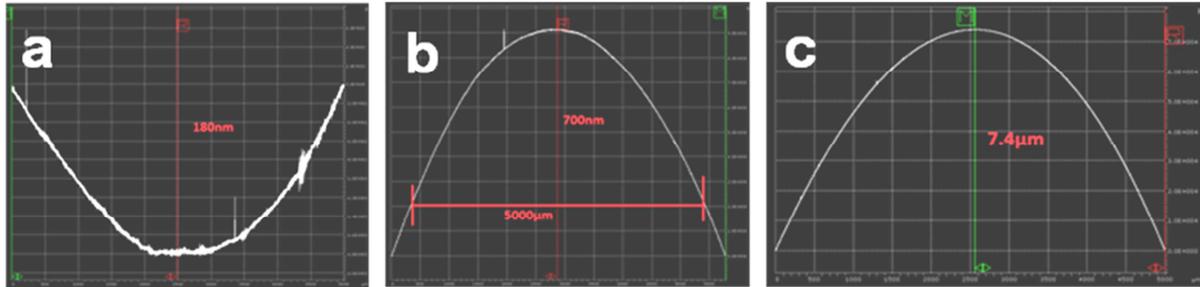


Figure III-27: Profil d'une surface de SOI après amincissement à une épaisseur finale de a) $e=300\mu\text{m}$, b) $e=120\mu\text{m}$ et c) $e=100\mu\text{m}$,

On voit bien que la courbure de la surface du SOI est d'autant plus importante que la plaque a été amincie. Cette courbure ne permet pas à la plaque de subir le recuit sous pression sans se trouver dégradée. Nous avons donc renoncé à coller les plaques SOI amincies à l'épaisseur finale.

Nous avons choisi d'amincir en 2 étapes, un premier amincissement est fait au tout début du process, jusqu'à $300\mu\text{m}$, l'ensemble du process est réalisé avec cette épaisseur, et en toute fin de process, une fois le dispositif achevé, le substrat est aminci à $100\mu\text{m}$. Cette dernière étape est très délicate, car il ne faut en aucun cas dégrader les dispositifs entièrement réalisés.

III-9 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les développements faits pour réaliser un collage InP sur Si ou SOI avec une fine couche intermédiaire d'oxyde. Nous avons étudié plusieurs types d'oxyde déposés sur Si, et plusieurs techniques d'oxydation de InP. Nous avons aussi proposé une technique nouvelle pour l'activation des oxydes, qui contribue à obtenir un collage sans ou avec très peu de zones non collées. En nous basant sur la bibliographie, nous avons proposé un mécanisme pour le collage Si/InP dans le cas d'un oxyde intermédiaire. Nous avons confirmé par mesure par STEM et nano-indentation que le collage obtenu est de bonne qualité avec une énergie de joint d'interface de $280\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$. De plus, nous avons confirmé la compatibilité de notre technique sur les échantillons préparés au LETI- III-V Lab.

Plus généralement, l'activation UV/ozone proposée ici peut servir dans le cadre de collage d'autres matériaux sur Si, en particulier les grenats, ce qui permet d'élaborer des isolateurs hybrides [27].

III-10 Références

- 1- M. Lamponi, S. Keyvaninia, C. Jany, F. Poingt, F. Lelarge, G. De Valicourt, G. Roelkens, D. V. Thourhout, S. Messaoudene, J. M. Fedeli and G. H. Duan, Low-threshold heterogeneously integrated InP/SOI lasers with a double adiabatic taper coupler, *Phot. Tech. Lett.*, **24**, 76 (2012)
- 2- G. Roelkens, J. V. Campenhout, J. Brouckaert, D. V. Thourhout, R. Baets, P. R. Romeo, P. Regreny, A. Kazmierczak, C. Seassal, X. Letartre, G. Hollingerb, J.M. Fedelic, L. D. Cioccio and C. L. Blanchardd, III-V/Si photonics by die-to-wafer bonding, *Materialstoday*, **10**; 36 (2007)
- 3- M. CARETTE, Etude des propriétés remarquables de nanofils optiques InP/polymère en vue de la réalisation de fonctions optoélectroniques hyperfréquences, Université de sciences et technologies de Lille, Thèse (2008)
- 4- A. W. Fang, H. Park, Y. H. Kuo, R. Jones, O. Cohen, D. Liang, O. Raday, M. N. Sysak, M. J. Panizza and J. E. Bowers, Hybrid Silicon Evanescent Devices. *Materialstoday*. **10**, 28 (2007)
- 5- D. Bordela, M. Argoudb, E. Augendrec, J. Harduinc, P. Philippec, N. Olivierc, S. Messaoudènc, K. Gilbertc, P. Grossec, B. B. Bakirc and J. M. Fedelic, Direct and Polymer Bonding of III-V to Processed Silicon-On-Insulator for Hybrid Silicon Evanescent Lasers Fabrication, *ECS transactions*, **33**, 403 (2010)
- 6- T. Dupont, Réalisation de sources laser III-V sur silicium, Ecole Centrale de Lyon, Thèse (2011)
- 7- H. Moriceau, Le collage moléculaire, une technique attractive, *CLEFS CEA*, n° 52, 44-46 (2005)
- 8- A. Delan, M. Rennau, S. E. Schulz and T. Gessner, Thermal Conductivity of Ultra Low-k Dielectrics, *Microelectronics Engineering* **70**, 280 (2003)
- 9- Cyclotene, *Advanced Electronic Resins* (2005)
- 10- D. Liang, J. E. Bowers, D. C. Oakley, A. Napoleone, D. C. Chapman, C. L. Chen, P. W. Juodawlkis, and O. Raday, High-quality 150 mm InP-to-silicon epitaxial transfer for silicon photonic integrated circuits, *Electrochem. Solid St. Lett.*, **12**, 101 (2009)
- 11- G. Roelkens, L. Liu, D. Liang, R. Jones, A. Fang, B. Koch and J. Bowers, III-V/Si photonics for on-chip and inter-chip optical interconnects, *Laser & Photon. Rev.*, **10**, 1 (2009)
- 12- D. Liang and J. E. Bowers, "Highly Efficient Vertical Outgassing Channels for Low-Temperature Inp to-Silicon Direct Wafer Bonding on The Silicon-on-Insulator Substrate". *J. Vac. Sci. Technol. B*, **26**, 1560 (2008)
- 13- G. Hollinger, D. Gallet, M. Gendry, M. P. Besland and J. Joseph, Evidence for a new passivating indium rich phosphate prepared by ultraviolet/ozone oxidation of InP, *Appl. Phys. Lett.*, **59**, 1617 (1991)
- 14- Z. H. Lu, B. Bryskiewicz, J. McCaffrey, Z. Wasilewski and M. J. Graham, Ultraviolet ozone oxidation of GaAs(100) and InP(100), *J. Vac. Sci. Technol. B*, **11**, 2033 (1993)
- 15- A. Itawi, K. Pantzas, I. Sagnes, G. Patriarche and A. Talneau, Void-free direct bonding of InP to Si: Advantages of low H-content and ozone activation, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **32**, 021201 (2014)
- 16- X. Ma, W. Liu, S. Zhitang, L. Wei and C. Lin, Void-free low-temperature silicon direct-bonding technique using plasma activation, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **25**, 229 (2007)
- 17- HORIBA Jobin Yvon, *Spectroscopy Ellipsometry, User Guide*
- 18- R. E. Belford and S. Sood, Surface activation using remote plasma for silicon to quartz wafer bonding, *Microsyst. Technol.*, **15**, 407 (2009)

- 19- C. M. Tan, W. Yu and J. Wei, Comparison of medium-vacuum and plasma-activated low-temperature wafer bonding, *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 114102 (2006)
- 20- X. Ma , W. Liu, Z. Song, W. Li, and C. Lin., Void-free low-temperature silicon direct-bonding technique using plasma activation, *J. Vac. Sci. Technol.*, B **25**,229 (2007)
- 21- W. Kern, “Handbook of semiconductor wafer cleaning technology:” Science, Technology, and Applications, 253-258 (1993)
- 22- G. Hollinger, D. Gallet, M. Gendry, M. P. Besland and J. Joseph, Evidence for a new passivating indium rich phosphate prepared by ultraviolet/ozone oxidation of InP, *Appl. Phys. Lett.*, **59**, 1617 (1991)
- 23- Z. H. Lu, B. Bryskiewicz, J. McCaffrey, Z. Wasilewski and M. J. Graham, Ultraviolet-ozone oxidation of GaAs (100) and InP (100) , *J. Vac. Sci. Technol. B* **11**, 2033 (1993)
- 24- Bondeur SB6e (Suss Microtec), User guide
- 25- Q. Y. Tong and U. Gosele, A model of low-temperature wafer bonding and its applications, *J. Electrochim. Soc.*, **143**, 1773 (1996)
- 26- M. Lamponi, Lasers InP Sur Circuits silicium pour applications en télécommunications, Université Paris-Sud, Thèse (2012)
- 27- Y. Shoji, M. Ito, Y. Shirato and T. Mizumoto, MZI optical isolator with Si-wire waveguides by surface-activated direct bonding, *Optics Express*, **20**, 18440 (2012)

IV-2 Design du guide photonique dans SOI

IV-2-1 Guides pour la photonique Silicium sur SOI (Silicon on Insulator), guide nanostructuré

Dans la photonique sur Silicium, les structures guidantes sont composées d'une couche de silicium, couche guidante dans laquelle est confiné l'essentiel du mode, en dessous de cette couche guidante une couche d'oxyde enterrée qui isole du substrat en Silicium, et au-dessus de la couche guidante, on peut trouver de l'air, ou de l'oxyde si on veut avoir une structure le plus possible symétrique pour un meilleur management de la polarisation.

Les 3 guides optiques standard sont:

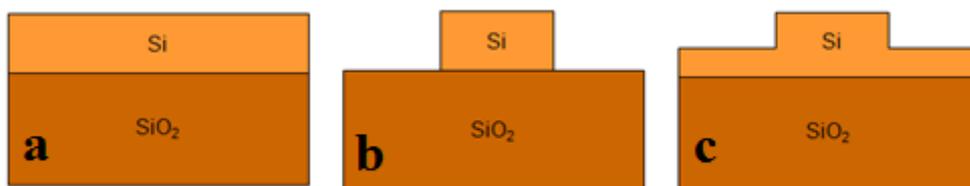


Figure IV-2 : Guides standard en optique sur silicium
a) Slab b) Strip et c) Shallow-Ridge ou Rib

Le guide Rib correspond à une gravure partielle de la couche guidante, il reste une fine couche de Si de part et d'autre du guide. Pour un choix d'épaisseur de la couche guidante, on peut ajuster la largeur du guide et l'épaisseur de la couche restante. Avec ces paramètres, on peut trouver plusieurs configurations qui assurent un comportement monomode en présence d'une couche guidante relativement épaisse, ce qui est notre choix.

Notre design est de type Rib waveguide, la nanostructuration est présente de part et d'autre du guide central (figure IV-3).

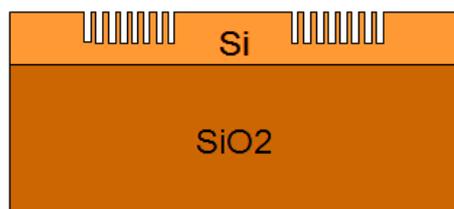


Figure IV-3 : Design d'un guide nanostructuré

IV-2-2 Représenter le matériau nanostructuré par un matériau effectif

La nanostructuration étant à une échelle plus petite que la longueur d'onde guidée, sa description dans les structures que l'on veut simuler demandera un maillage fin si on veut une représentation correcte de la géométrie, et ce maillage fin conduira à des temps de calcul importants.

Nous avons choisi de décrire le matériau nanostructuré par un matériau homogène dont l'indice est donné par la théorie du milieu effectif Effective Medium Theory – EMT-

[1]. Nous utiliserons ensuite cet indice de milieu effectif pour représenter le matériau nanostructuré comme un matériau homogène dans les calculs d'analyse modale.

IV-2-2-1 Milieu effectif à une dimension

L'approche EMT pour un milieu structuré unidimensionnel -1D- est résumée dans la figure IV-4. La structuration consiste en un réseau périodique de couches d'un matériau de forte constante diélectrique ϵ_2 séparées par des couches de matériau de faible constante diélectrique ϵ_1 . On peut décrire le matériau structuré en couches par un matériau homogène équivalent dont la constante diélectrique tient compte de la direction du champ électrique par rapport aux interfaces. Ce matériau a donc 2 constantes diélectriques, une constante diélectrique notée ϵ_{\perp} quand le champ électrique est perpendiculaire aux interfaces, et une constante diélectrique notée ϵ_{\parallel} lorsque le champ électrique est parallèle aux interfaces. C'est un matériau uniaxe.

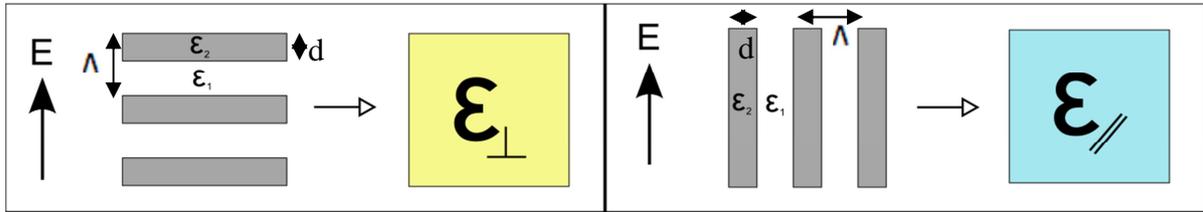


Figure IV-4 : Théorie du milieu effectif en 1D.

Les expressions de ces constantes sont les suivantes [1] :

$$\frac{1}{\epsilon_{\perp}^{(0)}} = \frac{f}{\epsilon_2} + \frac{1-f}{\epsilon_1} \quad (1)$$

$$\epsilon_{\parallel}^{(0)} = f\epsilon_2 + (1-f)\epsilon_1 \quad (2)$$

d est la largeur des couches de matériau de forte constante diélectrique, et Λ est la période de la structuration, $f = \frac{d}{\Lambda}$ est le facteur de remplissage en air, ici le matériau de faible indice. ϵ_{\parallel} est la moyenne géométrique des surfaces occupées par chaque matériau. Ces relations correspondent à un développement à l'ordre zéro en α , $\alpha = \frac{\Lambda}{\lambda}$, et peuvent être rendues plus précises en incluant des termes en α , comme proposé par Bräuer et Bryngdahl [2],

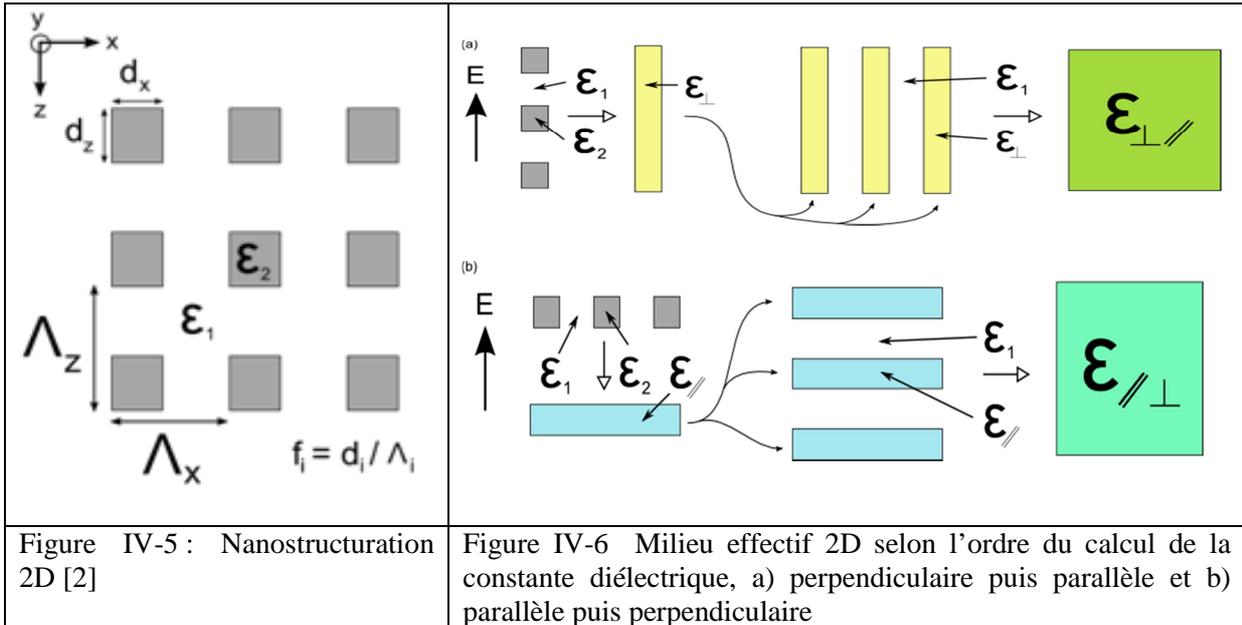
$$\epsilon_{\parallel}^{(2)} = \epsilon_{\parallel}^{(0)} + \frac{\pi^2}{3} [f(1-f) \cdot (\epsilon_1 - \epsilon_2)]^2 \cdot \alpha^2 \quad (3)$$

$$\epsilon_{\perp}^{(2)} = \epsilon_{\perp}^{(0)} + \frac{\pi^2}{3} [f(1-f) \cdot \frac{(\epsilon_1 - \epsilon_2)}{\epsilon_1 \cdot \epsilon_2}]^2 \cdot \epsilon_{\parallel}^{(0)} \cdot \epsilon_{\perp}^{(0)^3 \cdot \alpha^2 \quad (4)$$

IV-2-2-2 Milieu effectif à deux dimensions

Dans le cas d'une structuration bidimensionnelle -2D- (figure IV-5) présentant la même période dans les deux directions, il n'y a pas une formule exacte pour obtenir l'indice effectif quand le champ n'est pas aligné le long de la direction d'invariance [2]. Il faut faire une moyenne dans chacune des directions, et utiliser l'approche 1D successivement 2 fois, comme décrit dans la figure IV-6.

On a deux choix selon l'ordre dans lequel on fait le calcul :



Soit

$$\frac{1}{\epsilon_{\perp\parallel}} = \frac{f}{\epsilon_{\parallel}} + \frac{1-f}{\epsilon_1} \quad (6)$$

Soit

$$\epsilon_{\perp\parallel} = f\epsilon_{\parallel} + (1-f)\epsilon_1 \quad (7)$$

Ces deux façons d'effectuer le calcul de la constante diélectrique conduisent à deux valeurs différentes [3], l'une étant toujours supérieure à l'autre. On appelle $\epsilon_{\parallel\perp}$ la borne supérieure, $\epsilon_{\perp\parallel}$ la borne inférieure.

Dans notre cas, le facteur de remplissage en air est de l'ordre de 40%, l'écart entre les 2 valeurs est de l'ordre de 10%. [4]

Une formule un peu plus élaborée a été proposée dans [2], mais nous avons préféré considérer, pour la valeur de la constante diélectrique dans le plan de la structuration le résultat obtenu à partir de la courbe de dispersion d'un cristal photonique 2D calculé par une décomposition en ondes planes [5].

Le matériau structuré en trou d'air présente donc 2 constantes diélectriques distinctes, c'est un matériau uniaxe.

- une constante diélectrique ordinaire, le long de la direction d'invariance, obtenue comme la valeur moyenne des constantes diélectriques des matériaux.

- une constante diélectrique extraordinaire, dans le plan de la structuration, calculée à partir des courbes de dispersion d'un cristal photonique 2D.

Les 2 indices obtenus sont portés sur la figure IV-7, selon le facteur de remplissage en air, f.

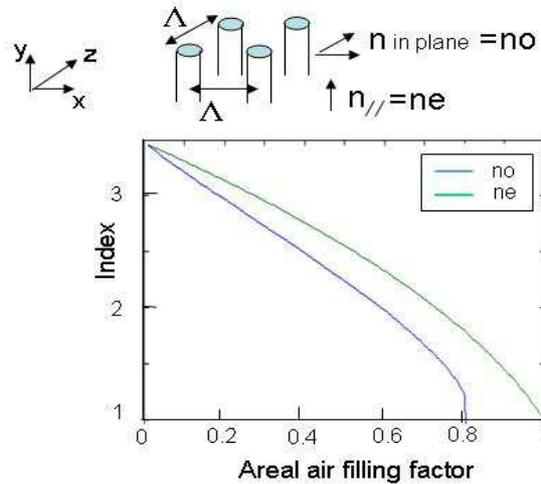


Figure IV-7 : Indices ordinaire et extraordinaire en fonction du facteur de remplissage en air , pour des trous d'air dans le silicium.

Ce travail a été réalisé en collaboration avec X.Pommarede lors de son stage Master II (Sept.2012-Mars 2013) [6].

IV-2-3 Analyse modale du guide nano-structuré

IV-2-3-1 Modes propres supportés par le guide

Avec l'approche EMT, nous obtenons une valeur pour la constante diélectrique du matériau nanostructuré. Nous allons utiliser ces indices pour représenter le matériau nanostructuré dans le calcul modal d'un guide rib comportant ce matériau dans les parties latérales du guide. Ces calculs vont nous servir à rechercher les paramètres géométriques du guide rib incluant ce matériau dans les couches latérales et qui conduisent à un comportement monomode du guide hybride.

La structure réelle sera représentée par un matériau EMT, comme décrit de façon générique en figure IV-8

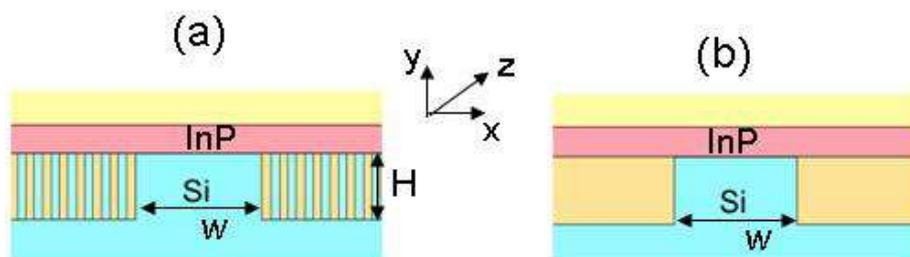


Figure IV-8 : Géométrie d'InP collé sur silicium avec une nano-structuration
a) structure réelle b) représentation avec un matériau EMT

Nous avons utilisé l'outil commercial COMSOL, module RF pour le calcul des modes propres. Pour chaque mode, nous avons calculé les composantes des 2 champs électrique et magnétique. Pour nommer les modes, nous adoptons la convention de l'optique guidée : on nomme le mode « TE » si le champ électrique est majoritairement selon l'axe x dans la figure IV-8, c'est-à-dire dans le plan des couches, et on nomme le mode « TM » si son champ électrique est majoritairement selon l'axe y, perpendiculaire au plan des couches. Pour une géométrie donnée du rib, la simulation donne pour chaque mode ses composantes et son indice effectif. On peut alors calculer le confinement de ce mode dans chacune des couches. Le facteur de confinement correspond au rapport de l'intégrale du module du champ dans la couche considérée sur la totalité du champ selon la relation suivante :

$$\Gamma_{\text{domaine}} = \frac{[\int |E|^2 dS]_{\text{domaine}}}{[\int |E|^2 dS]_{\text{géométrie}}} \quad [7]$$

Dans le modèle 2D, le calcul Comsol est simple et rapide, mais pour avoir une simulation exacte, nous allons travailler sur un modèle 3D, plus lent en terme de temps de traitement et très demandeur de mémoire. Le matériau nanostructuré est alors représenté, dans la géométrie complète étudiée, par un milieu homogène (figure IV-9).

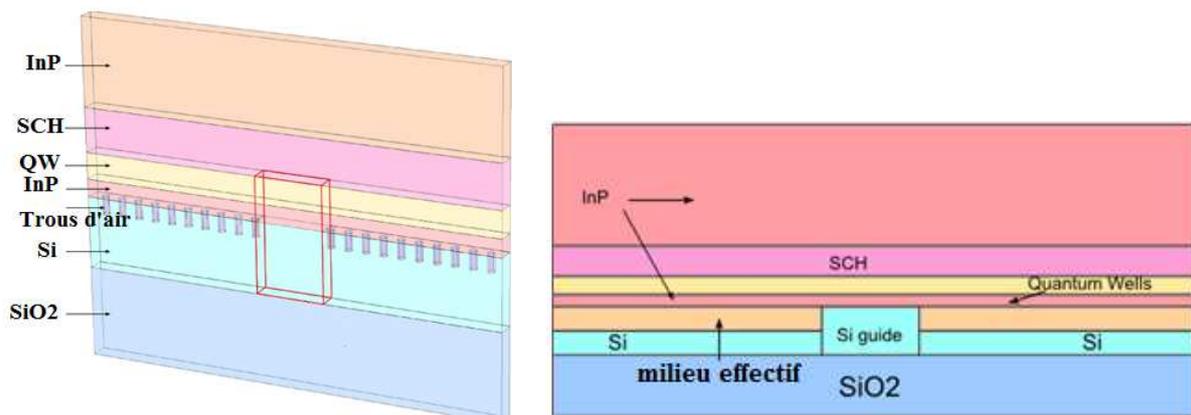


Figure IV-9 : Représentation du matériau structuré (gauche) par un milieu homogène (droite)

Les indices du milieu homogène sont les indices obtenus par la théorie du milieu effectif.

Nous recherchons, pour une géométrie donnée, les modes propres supportés par la structure, leurs indices effectifs, et nous analysons leur polarisation. L'utilisation du milieu homogène permet une étude relativement rapide d'un grand nombre de paramètres géométriques.

Nous limitons ici la présentation à un seul résultat de simulation.

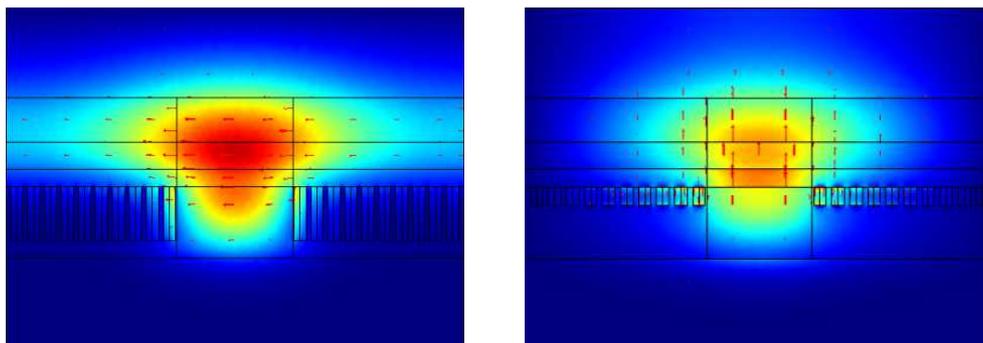


Figure IV-10 : Guide nano-structuré : mode fondamental TE (gauche) et TM (droite) pour deux géométries différentes.

La figure IV-10 présente la cartographie de 2 modes TE (gauche) et TM (droite) , dans le cas de deux géométries de guides nano-structurés différentes. Dans les 2 cas, la couche guidante en silicium a une épaisseur de 600nm. A gauche, le mode TE est le mode fondamental supporté par un guide silicium de largeur 700nm qui contient une structuration de profondeur 300nm, à droite le mode fondamental TM est celui supporté par un guide silicium de largeur 600nm qui contient une structuration de profondeur 100nm. Dans ces deux cas de polarisation, on voit que le milieu effectif, équivalent au milieu nanostructuré, permet le confinement modal. On ajustera ensuite les paramètres géométriques de façon à obtenir le confinement voulu (~10% du champ) dans les puits quantiques. L'ensemble des résultats numériques de simulation correspondant à cette étude paramétrique n'est pas reporté ici.

IV-2-3-2 Condition de monomodalité

Pogossian et al. ont démontré que, dans le cas d'un guide de géométrie Rib, pour que le guide soit monomode, il faut que les modes d'ordre supérieurs du Rib en section I (section centrale) aient un indice effectif plus petit que le mode fondamental du Slab de la section II, sections latérales (figure IV-11) [7]. De cette façon les modes d'ordre supérieur de la section centrale peuvent fuir via les sections latérales, et donc le guide central se retrouve être monomode.

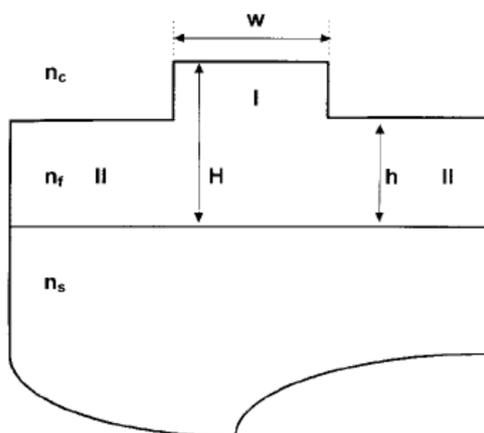


Figure IV-11 : Schéma du guide d'onde Rib [7]

On va regarder à quelles dimensions conduisent ces considérations dans notre cas de guide nanostructuré hybride.

La géométrie de guide utilisée dans notre étude est présentée dans la figure IV-12. La couche guidante de silicium ($n=3.48$) a une épaisseur de 600nm, le milieu nanostructuré des 2 côtés du guide est représenté par un matériau homogène, l'ensemble est recouvert par une couche d'InP ($n=3.17$) d'épaisseur 400nm. Le matériau homogène (EMT) a les deux indices calculés en IV-2-2-2 figure IV-7 pour un facteur de remplissage en air de 20%.

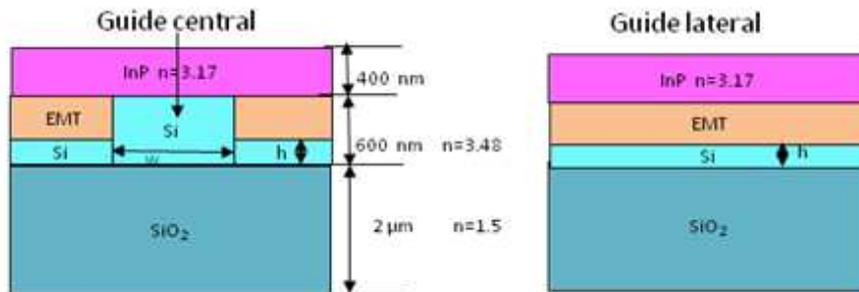
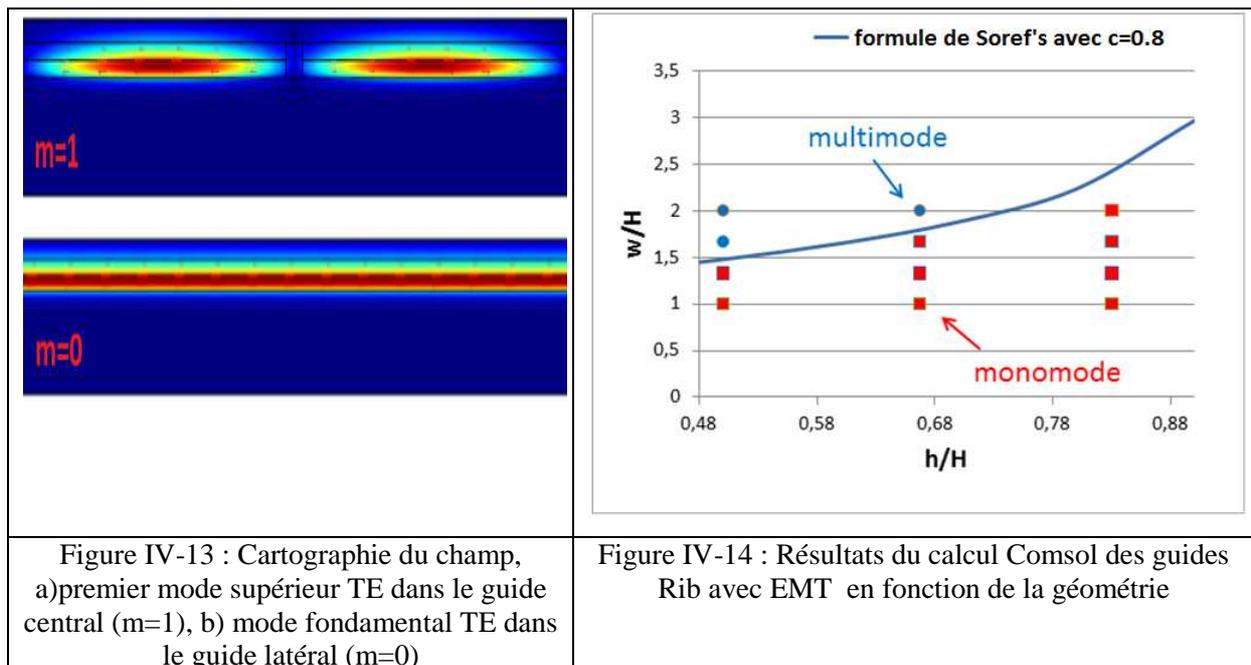


Figure IV-12 : Géométrie de guide étudiée

Nous avons mené l'étude uniquement pour les modes de polarisation TE. L'épaisseur de la couche guidante de Si est fixée à 600nm, qui est en pratique l'épaisseur du guide silicium utilisée dans toute l'étude, et qui est celle sur laquelle seront fabriqués tous les dispositifs.

A l'aide de l'outil Comsol, nous avons calculé le mode fondamental et le 1^{er} mode supérieur pour le guide central, et le mode fondamental pour le guide latéral. Nous avons fait ce calcul en regardant le rôle de la largeur du guide central, qui varie de 600 à 1200nm, et de la hauteur du guide latéral qui varie de 100 à 500nm. La figure IV-13 présente la cartographie du champ du premier mode d'ordre supérieur TE dans le guide central, d'indice effectif $n_{\text{eff}} = 3.1999$, et celle du mode fondamental TE du guide latéral, d'indice effectif $n_{\text{eff}} = 3.2008$, dans le cas d'un guide de largeur 600nm et de hauteur 300nm. Ce cas correspond donc à un guide Rib monomode, selon le critère de Pogossian et al. [7].



Cette étude a été menée pour différentes largeurs et hauteurs du Rib. L'ensemble des indices effectifs obtenus sont portés en figure IV-14, les guides monomodes sont portés en rouge, et les guides multimodes sont portés en bleu.

Soref et al. ont proposé une condition analytique pour décrire la propagation monomode dans le guide central avec une grande section transversale en tenant compte de valeurs limites à partir de solutions numériques [8].

$$t < c + \frac{r}{(1 - r^2)^{1/2}} \quad [8]$$

Avec $c=0.3$, $t = \frac{w_{\text{eff}}}{H_{\text{eff}}}$, $r = \frac{h_{\text{eff}}}{H_{\text{eff}}} > 0.5$, $h_{\text{eff}} = h + q$, $H_{\text{eff}} = H + q$, $w_{\text{eff}} = w + \frac{2\gamma_{\text{EMT}}}{k(n_{\text{Si}}^2 - n_{\text{EMT}}^2)^{1/2}}$,

$q = \frac{\gamma_{\text{EMT}}}{k(n_{\text{Si}}^2 - n_{\text{EMT}}^2)^{1/2}} + \frac{\gamma_{\text{SiO}_2}}{k(n_{\text{Si}}^2 - n_{\text{SiO}_2}^2)^{1/2}}$, en modes TE, $\gamma_{\text{EMT}} = \gamma_{\text{SiO}_2} = 1$ et $k = 2\pi/\lambda$, avec λ est la

longueur d'onde.

Cette formule est applicable à nos résultats. Elle permet de s'ajuster à notre conclusion monomode/multimode si on prend une valeur $c=0.8$ pour la constante. La courbe de la formule de Soref avec $c=0.8$ est dessinée sur la figure IV-14.

Notre choix sera donc les géométries conduisant à des guides de type rib nanostructurés monomodes.

IV-2-4 Géométrie de la nano structuration conduisant à une sélectivité spectrale

La sélectivité spectrale est obtenue si il existe dans le guide une structuration à une période Λ_s qui soit un multiple du vecteur d'onde β_g dans la structure, $\Lambda_s = m \beta_g/2$, m est ici l'ordre du couplage. Quand le confinement latéral est assuré par un milieu nanostructuré 2D à une période Λ plus petite que le vecteur d'onde β_g , il suffira de rajouter une 2eme période, uniquement dans la direction de propagation, qui va vérifier $\Lambda_s = \beta_g$, cas du couplage contra-directionnel au 1^{er} ordre. Ce premier ordre, $\Lambda_s = 2*\Lambda$, correspond à des dimensions relativement aisées à réaliser technologiquement. Cette double période correspond à un trou plus gros chaque 2 trous de la nanostructuration (figure IV-15-a). Pour quantifier la taille de ce trou additionnel qui assurera une sélectivité voulue, nous avons simulé en FDTD 3D le comportement d'un guide nanostructuré comportant cette double période. Les simulations sont réalisées avec le logiciel commercial LUMERICAL. Dans ce cas, la géométrie est décrite avec le détail de chaque trou; une étude paramétrique a été réalisée, en tenant compte du diamètre du trou plus gros placé ici en 1ere rangée. La structure considérée pour ce calcul est un empilement simple SOI, avec de l'air au-dessus du guide Si. Le guide Si a une épaisseur de 600nm et les trous ont tous la même profondeur de 300nm. La période Λ est de 120nm, la taille nominale de tous les trous est de 60nm, les plus gros trous sont respectivement plus gros de 30%, 50% et 70%. La figure IV-15-b montre la transmission normalisée, après une propagation sur 100 rangées, en fonction de la longueur d'onde, pour ces 3 diamètres de trous plus gros. La sélectivité spectrale est d'autant plus importante que le plus gros trou est plus gros.

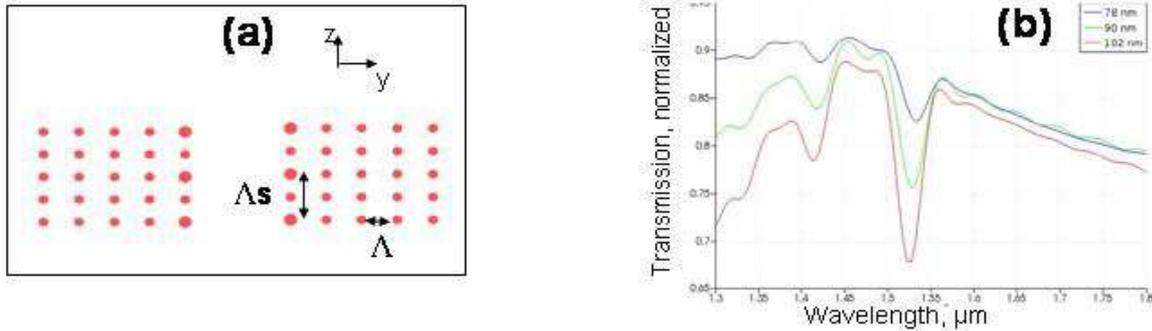


Figure IV-15: a) Design de guide nano-structuré à maille carrée avec une super-périodicité en première rangée, b) Transmission normalisée en fonction de la longueur d'onde

Ces simulations ont été développées au cours du stage de master de R.Tremblay et ont fait partie de la contribution acceptée au workshop ESLW'2014 (18-19 sept. 2014, Paris) [9].

IV-3 Technologie des guide nano-structurés

Nous avons vu lors de l'analyse modale que les paramètres géométriques de la maille carrée conduisant à un confinement correct et un comportement monomode sont les suivants : la période des trous est de l'ordre de 120 à 150nm, les trous ont un diamètre de l'ordre de 50 à 60nm, assurant un facteur de remplissage en air de l'ordre de 15-20%, la profondeur des trous est de l'ordre de la moitié de l'épaisseur du guide, soit de l'ordre de 300nm.

Cette nanostructuration est réalisée par lithographie électronique et gravure sèche du silicium. Le motif est dessiné dans une couche de SiO₂ qui servira de masque à la gravure du Si. Nous avons développé un procédé de gravure sèche RIE-ICP du Si pour obtenir cette structuration.

IV-3-1 Gravure des trous de la nanostructuration dans le guide Si par RIE-ICP

IV-3-1-1 Mécanismes de gravure par plasma ICP

Le plasma est un gaz partiellement ionisé qui comporte des charges positives et négatives, et des espèces réactives neutres. Les espèces réactives contribuent pour la partie chimique de la gravure, et les ions contribuent pour la partie physique.

La gravure se fait en plusieurs étapes:

- Génération des espèces actives
- Diffusion des espèces vers la surface
- Adsorption des espèces sur la surface de façon non dissociative
- Réaction de surface pour former le produit adsorbé
- Désorption du produit volatil
- Diffusion des espèces loin de la surface

La technique de génération du plasma par couplage inductif – ICP- conduit à la formation dans la chambre d'un plasma de densité plus élevée que celle obtenue dans le cas d'un réacteur RIE à couplage capacitif –CCP- . [10].

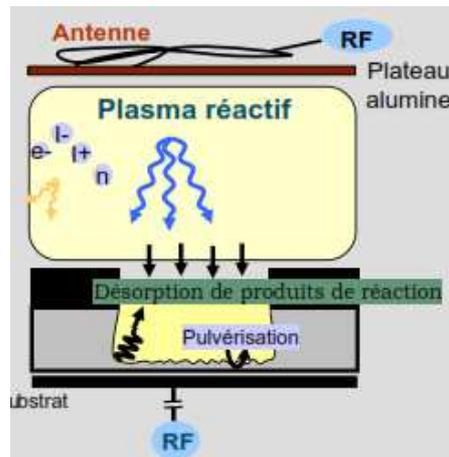


Figure IV-16 : Schéma de principe d'un réacteur ICP

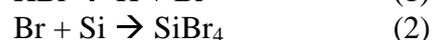
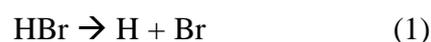
Le fonctionnement de l'ICP est le suivant : une antenne placée au-dessus de la chambre crée un champ magnétique qui induit un champ électrique, excite les électrons qui forment un plasma de forte densité. L'électrode placée sous le porte échantillon sert à contrôler l'énergie des ions (figure IV-16). La gravure RIE-ICP présente de nombreux avantages :

- contrôle indépendant de la densité des espèces –ions et neutres- par la puissance de l'antenne, et de l'énergie des ions par la polarisation de l'électrode
- forte densité de neutres, donc vitesse de gravure accrue
- possibilité de graver à faible polarisation, cad avec des ions peu énergétiques, donc faible usinage du masque (sputtering), d'où meilleure sélectivité et meilleure contrôle des cotes

IV-3-1-2 Optimisation de la gravure de motifs nanométriques dans une couche guidante de Si sur SOI par ICP

Les gaz utilisés pour la gravure sèche du silicium sont HBr pour graver le silicium et BCl₃ pour la passivation [11,12]. Le gaz HBr grave le silicium de manière isotrope, le gaz BCl₃ est ajouté pour générer une couche de passivation qui permet de conduire à une gravure profonde et anisotrope.

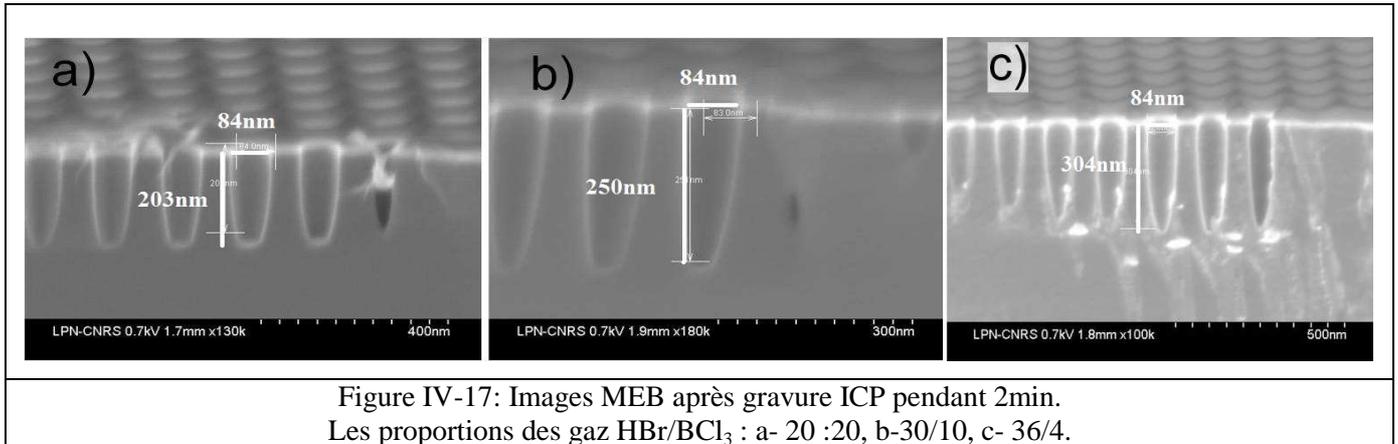
Les réactions entre le HBr et la surface du silicium pour graver ce dernier sont les suivantes:



Nous avons optimisé un procédé de gravure en regardant le rôle de la proportion des gaz BCl₃/HBr, de la pression et de la puissance ICP.

Pour l'étude de la proportion des gaz, nous avons utilisé les paramètres suivants : Pression = 4mTorr, Puissance = 600W, Bias = -150V et Température = 50°C. La forme des

motifs après la gravure ICP pendant 2min pour chaque proportion des gaz est observée par MEB (figure IV-17).



Pour des trous de diamètre 84nm, la profondeur gravée avec HBr/BCl₃ ‘20 :20’ est de 203nm, quand on augmente la proportion de HBr dans le mélange, avec HBr/BCl₃ ‘30 :10’ on obtient 250nm, et en augmentant encore plus avec HBr/BCl₃ ‘36 :4’, la profondeur obtenue est de 304nm. Ce que l’on obtient correspond au mécanisme attendu : en diminuant la proportion de BCl₃, la surface est moins passivée et la gravure, à durée donnée, est plus profonde. On obtiendra avec cette chimie la profondeur voulue. On note la forme relativement conique des trous.

Pour l’étude de la pression, nous avons fixé les paramètres suivants: Puissance = 600W, Bias = -150V, Température = 50°C et la proportion du gaz HBr/BCl₃ = 10/30, et nous avons comparé les résultats obtenues entre la gravure à 6mTorr et à 4mTorr. Les résultats sont observés par microscopie électronique après gravure ICP pendant 2min (figures IV-18).

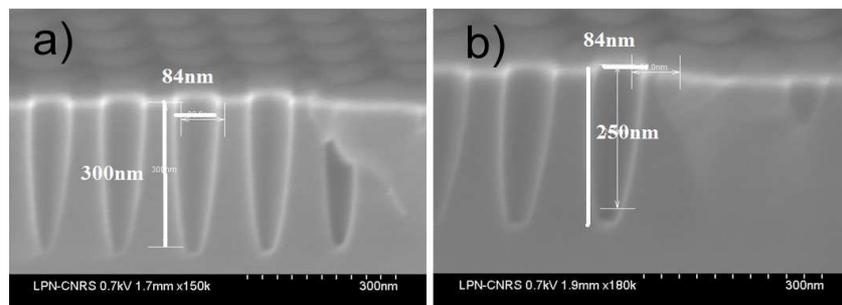


Figure IV-18 : Images MEB après gravure ICP pendant 2min. La pression est a- 6mTorr, b-4mTorr.

A un diamètre de trous de l’ordre 84nm, la profondeur gravée à une pression de 4mTorr est de l’ordre de 250nm et à une pression de 6mTorr est de l’ordre 300nm. Nous pouvons confirmer que la profondeur gravée augmente lorsqu’on augmente la pression, comme attendu. D’après la loi des gaz parfaits : $PV=nRT$, à température et à volume constant, une augmentation de la pression résulte en une augmentation du nombre de molécules présentes dans la chambre, donc une augmentation de la vitesse de gravure du matériau.

Pour l’étude de la puissance ICP, nous avons fixé les paramètres suivants, Pression = 2mTorr, Bias = -150V, Température = 50°C et la proportion du gaz HBr/BCl₃ = 4/36.

Ensuite, nous avons comparé les résultats obtenus entre la gravure à 600W et 800W. Les résultats sont observés par microscopie électronique (figures IV-19).

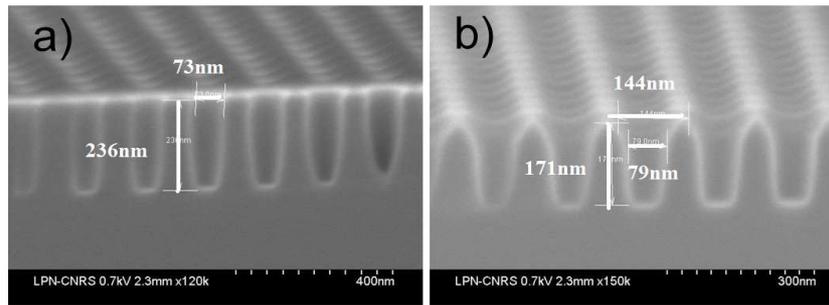


Figure IV-19 : Images de MEB après gravure ICP pendant 2min.
La puissance est : a- 600W, b-800W.

Nous voyons sur la figure IV-19 qu'à une puissance de 800W, la totalité du masque a été gravée, car à cette puissance la densité d'ions, qui grave le masque par sputtering, est devenue trop élevée. Donc nous avons limité la puissance ICP à 600W (figure IV-19-a)

IV-3-2 Conclusion

Cette étude des paramètres du procédé de gravure nous a conduit à retenir comme procédé optimal les conditions suivantes :

Proportion des gaz HBr/BCl₃ = 4/36, Pression = 2mTorr, Puissance ICP= 600W

Bias = -150V, Température = 50°C.

C'est à l'aide de ce procédé que seront gravés tous les guides. La durée sera ajustée selon la profondeur voulue.

IV-4 Caractérisation des guide nano-structurés, guides SOI et guides hybrides InP/SOI

Nous avons fabriqué essentiellement deux types de géométries de guides SOI
-des guides SOI de type rib nanostructuré, pour qualifier le confinement que produit la nanostructuration.

-des guides SOI double-période, pour qualifier le comportement sélectif en longueur d'onde

Dans chaque cas nous avons fabriqué des guides avec de l'air par-dessus et aussi des guides couverts par une membrane d'InP de 400nm, afin de mesurer des guides hybrides. Pour la mesure des guides hybrides, il faut, pour localiser le centre du guide ajouter un repère.

Les guides sont mesurés sur un set-up avec source externe : la lumière fournie par une source externe accordable et contrôlée en polarisation est injectée dans le guide à l'aide d'une fibre micro-lentillée.

IV-4-1 Fabrication d'un guide hybride pour la mesure de transmission

Le guide silicium nano-structuré est réalisé dans la couche guidante d'une structure SOI par la méthode décrite précédemment, puis nous avons collé une membrane d'InP d'une épaisseur de 400nm (Chapitre II-4) Afin de repérer les guides pour aligner la fibre d'injection, nous avons réalisé par lithographie optique, en se servant de référence placées pendant l'étape de lithographie électronique, un ruban de résine qui matérialise la partie centrale du guide (figure IV-20-c)

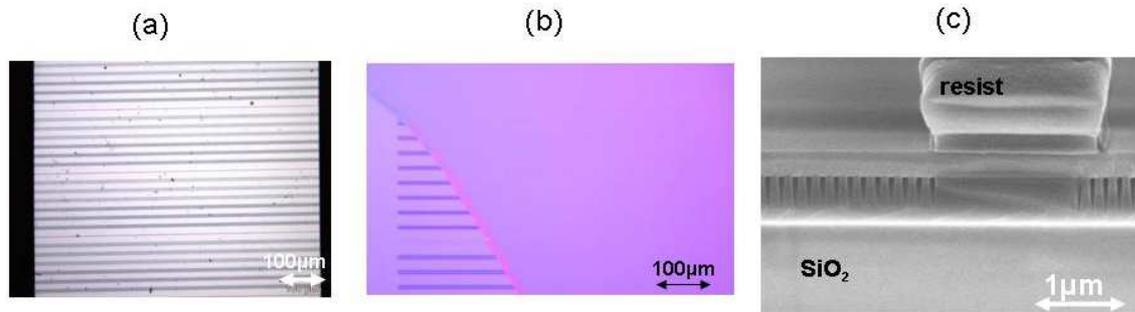


Figure IV-20 : Observation par microscope optique des guides nanostructurés, a) non-couvert, b) couvert par une membrane InP, c) observation par microscope électronique du ruban de résine de référence aligné sur l'axe du guide,

IV-4-2 Set-up de caractérisation par source externe

Pour caractériser les guides, nous avons utilisé un banc de mesure par source externe (figure IV-21). La lumière de la source externe accordable de très grande longueur de cohérence et contrôlée en polarisation, est injectée par l'intermédiaire d'une fibre micro-lentillée à maintien de polarisation, dans le guide. Une lentille est placée en sortie du guide, et un cube séparateur sépare le faisceau en deux parties : une faible proportion permet d'un côté d'observer la face de sortie du guide sur la caméra InGaAs, de façon à s'assurer que l'injection est correcte, l'essentiel de la puissance transmise est collectée dans la fibre de collection par l'intermédiaire d'une deuxième lentille.

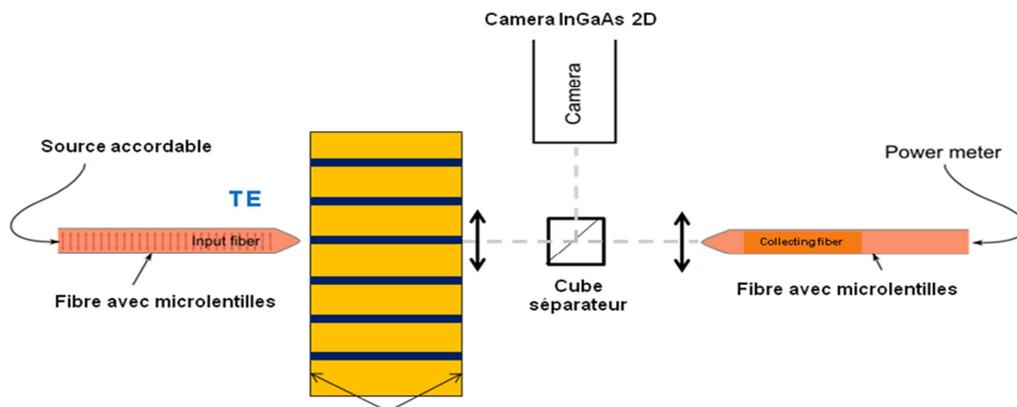


Figure IV-21 : Banc de mesure

Chaque guide mesuré peut être considéré comme un résonateur Fabry-Perot, les faces clivées étant les miroirs du résonateur. La source externe ayant une longueur de cohérence bien plus grande que la longueur des guides, on observera des franges produites par les

interférences dans le guide/résonateur. La période de ces franges est directement reliée à la longueur du résonateur, et à l'indice de groupe du mode.

IV-4-3 Guide SOI, confinement par la nanostructuration

Nous avons mesuré des guides nano-structurés à maille carré ayant une période de 150nm et des trous de diamètre 60nm. Nous donnons les résultats pour un guide de largeur 0.6 μ m, comportant 20 rangées de trous de part et d'autre de la partie centrale pour le confinement. Le design générique du guide est présenté dans la figure IV-22, ainsi que l'observation d'une face clivée.

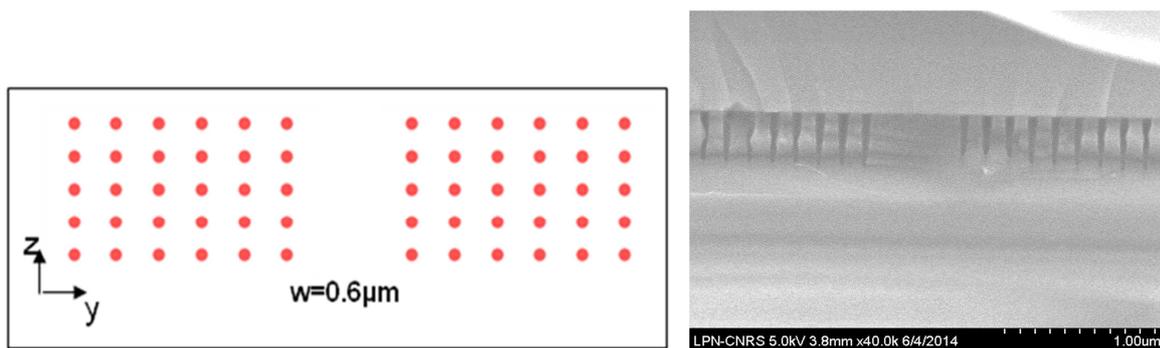


Figure IV-22 : Design d'un guide nano-structuré à maille carré et observation au microscope électronique d'une face clivée.

En figure IV-23, on voit (a) la cartographie du champ sur la face de sortie à la longueur d'onde de 1570nm, (b) la puissance transmise en fonction de la longueur d'onde et (c) la Transformée de Fourier –TF- sur 4 fenêtres spectrales.

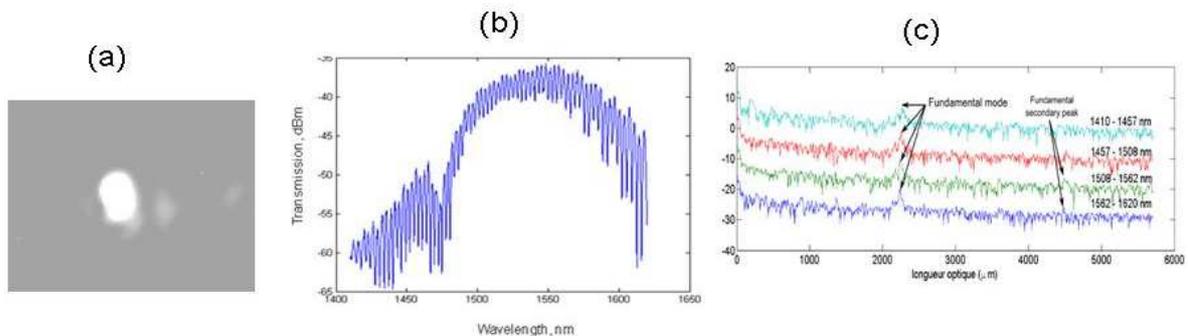


Figure IV-23 guide nano-structuré (a) cartographie du mode sur la face de sortie (b) Transmission en fonction de la longueur d'onde (c) Transformée de Fourier de la transmission, sur 4 fenêtres spectrales

La variation en cloche de la puissance collectée est due à la mauvaise achromaticité de la lentille de collection, que l'on a voulu choisir avec une forte ouverture numérique (NA=0.6) de façon à collecter le maximum du champ en sortie du guide.

La présence d'un seul pic sur la TF indique que le guide est monomode, on voit même la signature d'un 2eme aller-retour dans la cavité. Le pic obtenu est à la même position dans les 4 fenêtres spectrales, on peut dire qu'il n'y a pas de dispersion.

Cette mesure confirme que, pour un guide étroit, la nanostructuration à l'aide de 20 rangées de trous de part et d'autre de la partie centrale assure le confinement du mode, et que

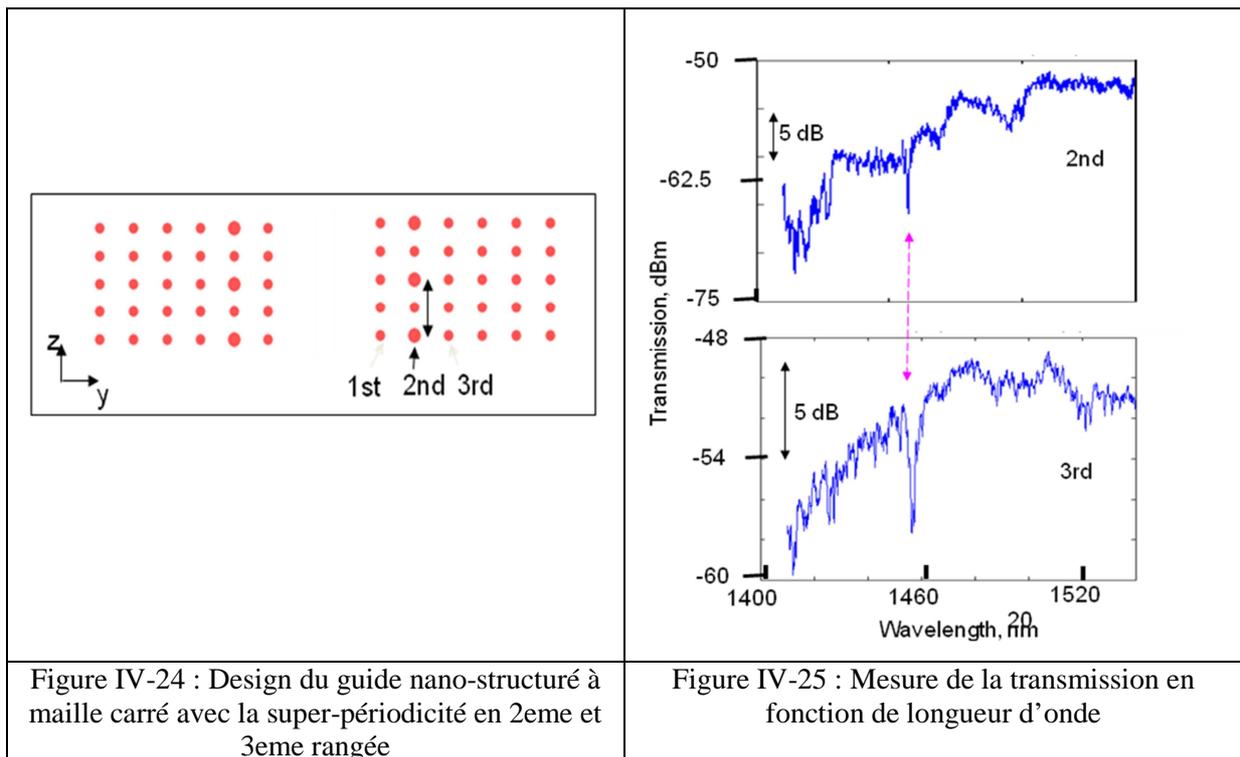
le guide est monomode. C'est ce type de guide qui sera ensuite utilisé pour inclure une double-périodicité conduisant à une sélectivité spectrale.

IV-4-4 Guide InP/SOI hybride sélectif en longueur d'onde

Nous avons rajouté au design précédent une super-périodicité dans la direction de propagation z afin d'obtenir la sélectivité spectrale. Le design générique du guide est celui simulé en IV-2-4. Les mesures concernent des guides hybrides pour lesquels la super-périodicité est placée en 2ème et 3ème rangée par rapport au centre du guide, figure IV-24.

Les résultats de transmission en fonction de la longueur d'onde pour ces deux positions de la double périodicité sont présentés dans la figure IV-25. On voit une diminution abrupte de la puissance transmise à une longueur d'onde proche de 1460nm, dans les 2 cas, qui est la signature de la sélectivité spectrale attendue. La longueur d'onde à laquelle cette sélectivité est obtenue est un peu plus faible que celle attendue autour de 1.55 μm . Un ajustement des paramètres géométriques doit être fait.

De même ici, la variation de la puissance collectée provient de la lentille de collection.



IV-5 Conclusion

Nous avons proposé et simulé le comportement modal et spectral d'un guide comportant une nanostructuration sub-longueur d'onde guidée de part et d'autre de la zone centrale du guide Rib pour assurer le confinement modal. Nous avons aussi proposé d'inclure une double périodicité conduisant à la sélectivité spectrale.

Nous avons ensuite développé les étapes technologiques, lithographie et gravure sèche par RIE-ICP du guide silicium, pour obtenir cette nanostructuration dans une couche guidante Si sur SOI.

Nous avons associé le collage hétéroépitaxial développé et présenté au chapitre II, afin de fabriquer des guides hybrides.

Enfin, les mesures effectuées sur les guides hybrides double-période montrent que le guide nanostructuré comportant une double périodicité est un bon candidat pour assurer le guidage et la sélectivité spectrale dans, par exemple, un laser hybride.

Nous allons aborder la dernière partie consacrée au laser hybride.

IV-6 Références

- 1- M. Born and E. Wolf, Principles of optics, 6th edition. Pergamon Press (1989)
- 2- R. Bräuer and O. Bryngdahl, Design of antireflexion gratings with approximate and rigorous methods, *Appl. Opt.*, **33**, 7875 (1994)
- 3- F. T. Chen and C. H. G., Diffractive phase elements based on two dimensional artificial dielectrics, *Optics Letters*, **20**, 121 (1995)
- 4- X. Pommarede, Heteroepitaxial bonding for integration of nanostructured optical devices, Stage (2013)
- 5- C. Pang, H. Benisty, M. Besbes, X. Pommarede and A. Talneau “Oxidefree InP-on-Silicon-on-Insulator nanopatterned waveguides: propagation losses assessment through end-fire and internal probe measurements, *J. Lightwave Technology*, **32**, 1048 (2014)
- 6- X. Pommarede, A. Talneau, C.-X. Pang et H. Benisty, Ingénierie modale et caractérisation expérimentale de guides en cristaux photoniques par la théorie du milieu effectif, JNOG, Paris (2013)
- 7- S. P. Pogossian, L. Vescan and A. Vonsovici, The Single-Mode condition for Semiconductor Rib Waveguides with Large Cross Section, *J. Lightwave Technology*, **16**, 1851 (1998)
- 8- R. A. Soref, J. Schmidtchen and K. Petermann, Large single mode RIB waveguides in GeSi-Si and Si-on-SiO₂, *J. Quantum Electron.*, **27**, 1971 (1991)
- 9- A. Itawi, R. Tremblay, K. Pantzas, I. Sagnes, G. Patriarche and A. Talneau “Towards monomode operation of an hybrid InP-based on SOI heteroepitaxial bonded laser”, ESLW’2014, sept 2014, Paris
- 10- R. J. Shul, S. J. Pearton, Handbook of advanced plasma processing technique, Springer (2000)
- 11- E. Sungauer, E. Pargon, X. Mellhaoui, R. Ramos, G. Cunge, L. Vallier, O. Joubert and T. Lill, Etching mechanisms of HfO₂, SiO₂, and poly-Si substrates in BCl₃ plasmas, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **25**, 1640 (2007)
- 12- H. H. Hwang, M. Meyyappan, G. S. Mathad and R. Ranade, Simulations and experiments of etching of silicon in HBr plasmas for high aspect ratio features, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **20**, 2199 (2002)

Chapitre V Laser hybride III-V sur SOI

V-1 Introduction

La dernière partie de ce travail concerne la fabrication d'un laser hybride III-V sur SOI monomode fonctionnant en injection électrique. Pour ce faire, nous allons associer toutes les avancées précédemment décrites, tant sur le plan du collage que sur celui du design du guide Si. Nous allons définir les étapes technologiques spécifiques nécessaires à la fabrication d'un dispositif hybride sur silicium fonctionnant en injection électrique en mode continu. Le guide Si du laser est formé par un guide nanostructuré défini dans une couche guidante de silicium épaisse de 600nm, dans lequel 80% du mode optique est confiné. Les couches constituant l'empilement nécessaire pour fournir le gain sont à base de puits quantiques GaInAs, elles sont élaborées au LPN par MOVPE.

V-2 Design du laser

V-2-1 Croissance des couches III-V

L'ensemble des couches III-V permettant le confinement et le gain optique est détaillé dans le tableau 1. Ces couches sont réalisées au LPN, par Epitaxie en Phase Vapeur aux Organométalliques –MOVPE-. Puisque nous n'avons pas de couche intermédiaire entre le guide Si et les puits quantiques, nous avons choisi, pour optimiser le confinement dans les puits quantiques, de mettre une couche de matériau quaternaire entre les puits quantiques et le buffer en InP p afin d'augmenter le confinement du mode optique dans les puits quantiques. On se rappelle que l'essentiel du mode optique est confiné dans le guide silicium qui sera, dans le dispositif hybride, sous la couche de contact en InP n. L'optimisation des épaisseurs des couches a été faite par un calcul modal avec le logiciel COMSOL, de façon à avoir ~10% du mode dans les puits quantiques.

L'empilement laser qui sera utilisé est présenté en figure V-1



Figure V-1: Empilement des couches III-V qui sont épitaxiées sur substrat InP.

Nous avons choisi d'utiliser une couche de contact InP n de 100nm d'épaisseur, afin d'assurer un bon contact électrique. Une couche plus fine aurait permis d'augmenter la

proportion du champ dans les puits quantiques, mais aurait pu conduire à une résistance d'accès plus importante. Nous avons choisi de ne mettre qu'une seule couche de ternaire, dopée, qui sert à la fois pour le contact et pour le retrait sélectif du substrat. Après collage, la couche InP n se retrouve à l'interface avec le silicium. Nous avons qualifié en II-3-4 que le collage ne dégrade pas les puits quantiques, même quand ceux-ci sont placés près de l'interface collée.

V-2-2 : Design du guide Si du laser

Le guide nanostructuré avec double période permettant la sélectivité en longueur d'onde, décrit au chapitre IV-3 sera utilisé pour les lasers. Le fonctionnement sans facettes du laser DFB permet de ne pas, à ce stade, traiter de la terminaison de la section III-V à la surface du guide Si. Dans notre cas, ce sera une face clivée dans le même plan que la face clivée du guide silicium, les plans de clivage des 2 matériaux étant alignés lors du collage.

V-2-3 Design d'un drain pour améliorer le fonctionnement thermique

V-2-3-1 Contexte

Les lasers hybrides fonctionnant en injection électrique souffrent de pénalité thermique. En effet, la couche d'oxyde enterré –buried oxide -BOX- de l'empilement SOI, qui est nécessaire pour le confinement du mode optique dans la couche guide Si, évacue très mal la chaleur produite lors de l'injection de porteurs dans la zone active du laser, le SiO₂ étant un mauvais conducteur thermique. Cet inconvénient pénalise le fonctionnement des dispositifs hybrides. En 2007, le groupe de J.E.Bowers & Intel [1] ont quantifié l'augmentation de l'impédance thermique du laser causée par la couche d'oxyde enterrée. L'impédance passe de 18.3°C/W sans BOX à 43.5°C/W avec le BOX. On voit sur la figure V-2 le profil en température d'un laser hybride polarisé à 500mA, qui met bien en évidence le rôle de barrière thermique que joue le BOX. .

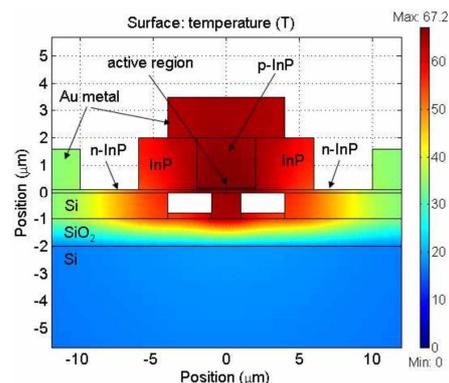


Figure V-2: Cartographie de la température d'un laser hybride polarisé à 500mA

Ces auteurs ont proposé de réaliser un shunt thermique à l'aide de Silicium polycristallin: après la réalisation du guide dans le Si, et donc avant le collage du matériau III-V. La technologie mise en œuvre est la suivante : le BOX est retiré sur 7μm de largeur de part et d'autre du rib, et ce à 5μm, c'est-à-dire loin du rib pour ne pas modifier le guidage. Ce volume est alors rempli par du Si amorphe, qui est recuit à 900°C. L'impédance thermique s'en trouve réduite de 41.5°C/W à 33.5°C/W [2]. Les résultats obtenus sur le fonctionnement des lasers hybrides montrent une amélioration du comportement, mais il reste une pénalité.

V-2-3-2 Notre approche pour la thermique :

V-2-3-2-1 Le matériau nanostructuré :

Contrairement au rib waveguide classique à confinement latéral par air, le guide nanostructuré dans lequel le confinement latéral est assuré par un réseau de trous dans le silicium permet de conserver une assez grande partie du matériau silicium de la couche guide Si. L'avantage sur la thermique a été simulé dans le cas d'une géométrie de guide rib de $0.6\mu\text{m}$ de large, avec des trous d'air correspondant à un facteur de remplissage en air de 15%. La présence de matériau structuré ne change pas significativement le flux thermique. Cet avantage reste modeste, du même ordre que ce qu'apporte l'approche avec silicium polycristallin [1].

V-2-3-2-2 Un drain thermique

L'essentiel de la barrière thermique est constitué par la couche de BOX. Si on veut utiliser l'immense réservoir thermique qu'est le substrat évacuer la chaleur par, on peut envisager de faire ce qui correspond à un drain jusqu'au substrat.

Les simulations du comportement thermique du drain sont réalisées avec l'outil COMSOL thermique. L'échauffement produit par le passage des porteurs est représenté par un émetteur de chaleur placé au niveau de la zone active, zone représentée en gris sur les schémas en Figure V-3. On considère, comme dans la référence [1], une puissance thermique à dissiper de 0.5W pour un laser de longueur $500\mu\text{m}$.

On peut voir en figure V-3 la valeur de la température calculée dans la structure en fig.V-3 (a) dans le cas sans drain, et en fig.V-3(b) dans le cas avec un drain de part et d'autre du guide Si qui va jusqu'au substrat Si. Le drain réduit significativement l'élévation de température de $\sim 100^\circ\text{C}$.

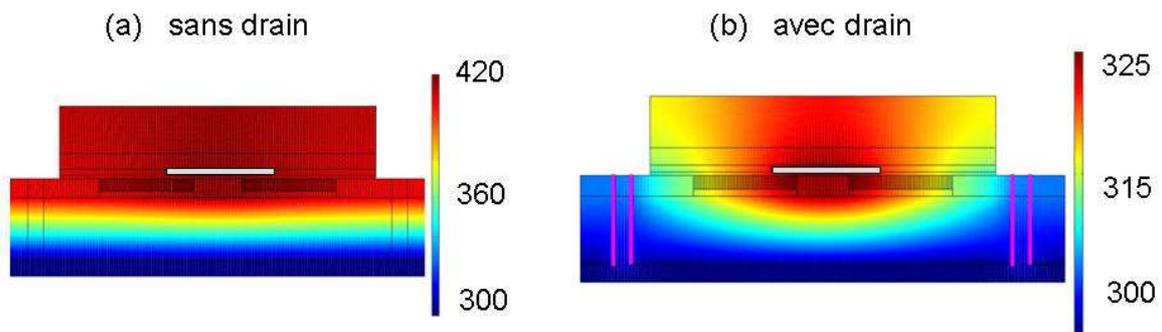


Figure V-3 : Cartographie de la température dans le guide hybride, (a)sans drain (b) avec drain.

Dans notre réalisation technologique, la fabrication du drain se fait en fin du process laser, voir dans ce chapitre section V-3-5.

Mais, si ce drain aura l'avantage, pour un dispositif donné, d'évacuer la chaleur via le substrat, il mettra en contact les différents dispositifs présents sur le substrat de SOI. On peut alors se limiter, pour un dispositif donné, à un drain dans la couche guidante de Si, ce qui permet de continuer à isoler les différents dispositifs entre eux.

V-3 Technologie du laser hybride

Nous présentons ici l'ensemble des étapes technologiques qui ont été développées pour fabriquer un laser hybride III-V sur SOI fonctionnant en injection électrique.

V- 3-1 Principales étapes du process de fabrication

Après le collage des couches lasers, cf chapitre II ou III selon le type de collage, sur un substrat SOI dont la couche guide Si contient des guides nanostructurés, cf chapitre IV, les principales étapes technologiques de fabrication d'un laser hybride sont présentées en figure V-4.

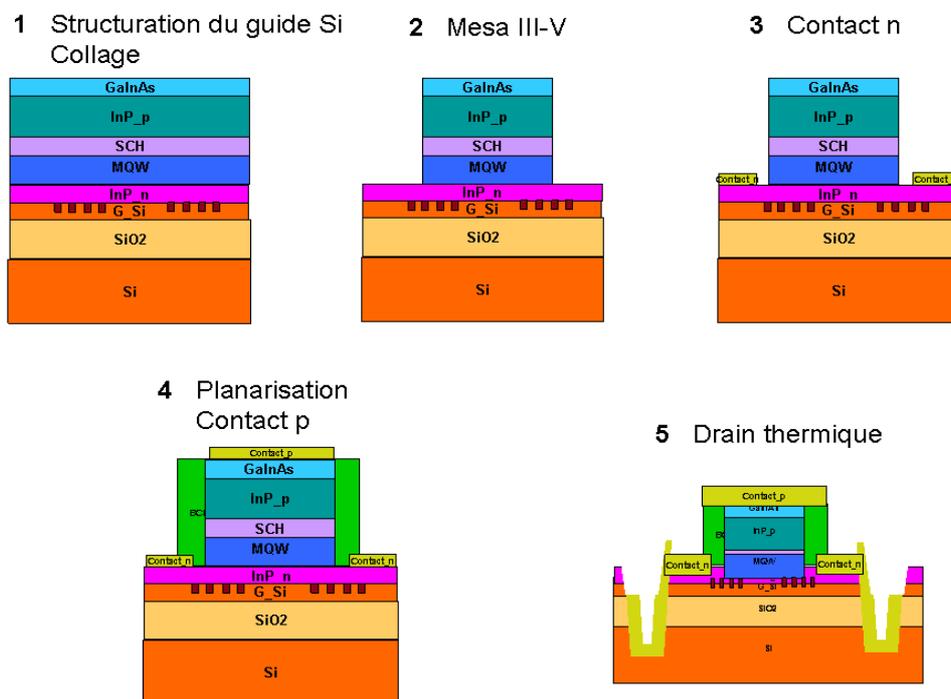


Figure V-4: Principales étapes technologiques développées pour la fabrication d'un laser hybride III-V sur SOI fonctionnant en injection électrique en mode continu.

Ces étapes font appel à des technologies génériques déjà existantes indépendamment ; mais plusieurs présentent de réelles difficultés lors de leur mise en œuvre dans le cas de la structure verticale spécifique à l'empilement hybride.

V 3-2 Fabrication du mesa du laser

Le confinement latéral dans les matériaux III-V est assuré par un mesa dont la largeur est assez grande par rapport au guide Si, de façon à ce que le mode phonique n'explore pas les flancs gravés du mesa, et assez étroit pour assurer le confinement latéral des porteurs. Nous voulons produire pour ce mesa un profil anisotrope et sans rugosité de flanc. Le mesa a une hauteur de l'ordre de $2.5\mu\text{m}$ (cf tableau V-1 des couches III-V). Nous choisissons de graver la presque totalité du mesa par gravure sèche pour obtenir un profil fortement anisotrope, et de

terminer par une gravure humide qui permet une attaque sélective, afin d'arrêter la gravure sur la couche InP n sur laquelle sera pris le contact n.

La géométrie du méso est délimitée par un masque diélectrique. Nous avons choisi d'utiliser SiO_2 . Une couche de 360nm est déposée par PECVD, son épaisseur est mesurée par réflectométrie. Des rubans de résine de $1.2\mu\text{m}$ d'épaisseur permettent la gravure du masque de SiO_2 . Pour avoir un profil de résine bien vertical, nous avons choisi d'utiliser la résine 5214 dans le sens résine négative. Le SiO_2 est gravé en RIE avec un procédé à base de SF_6 : CHF_3 un suivi en réflectométrie laser contrôle la fin de la gravure après gravure du SiO_2 . Le masque de résine est retiré par plasma O_2 par RIE, le suivi laser permet de s'assurer du retrait de la totalité de la résine. Le masque prêt pour la gravure sèche du méso est présenté en figure V-5.

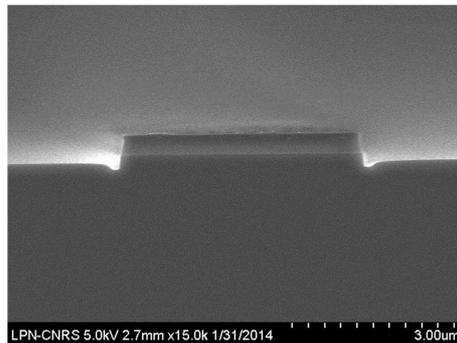


Figure V-5: Profil vu au microscope électronique du masque SiO_2 pour la gravure du méso.

V-3-2-1-- Gravure sèche par RIE- ICP

V-3-2-1-1 Les procédés de gravure développés

La gravure sèche par plasma ICP -Inductive Coupled Plasma- est fortement anisotrope, cette technique est choisie pour produire un méso à flancs verticaux. Nous recherchons un procédé qui, d'une part, soit sélectif pour que le masque de gravure ne soit pas dégradé en cours de gravure de façon à préserver la cote, et qui d'autre part, produise des flancs de gravure non rugueux. Cette gravure sèche doit dans le meilleur des cas s'approcher le plus près possible de l'InP n, de façon à ce que la gravure chimique soit la plus courte possible, car nous ne souhaitons pas réaliser une étape supplémentaire de lithographie pour protéger le matériau ternaire qui sera lui aussi gravé pendant la gravure chimique sélective des puits quantiques.

Deux procédés existaient précédemment au laboratoire, ils avaient été développés pour la gravure ICP de rubans sur substrat InP :

-un procédé à base de $\text{HBr}:\text{O}_2$, HBr est le gaz qui grave InP et O_2 sert à la passivation des flancs [3]

-un procédé à base de $\text{Cl}_2\text{-H}_2$: Cl_2 est le gaz qui grave InP, dans lequel on peut ajouter O_2 pour une meilleure passivation des flancs gravés [4]. Nous avons optimisé ces deux procédés pour notre cas particulier. Pour optimiser une recette de gravure par ICP, nous pouvons modifier plusieurs paramètres comme le flux des gaz pour choisir la meilleure proportion entre le gaz de gravure et le gaz de passivation, la puissance, la pression, la température et la polarisation.

Dans le cas du procédé à base de HBr, les paramètres optimisés à notre cas sont les suivants: Flux de HBr=25sccm, Flux de O₂=2sccm, Pression=2.5mTorr, Puissance ICP=1000W, Bias=-150V T=150°C. Un méso gravé avec ce procédé pendant 55s est montré en figure V-6. On voit en figure V-6-a un méso clivé et en figure V-6-b un flanc de gravure.

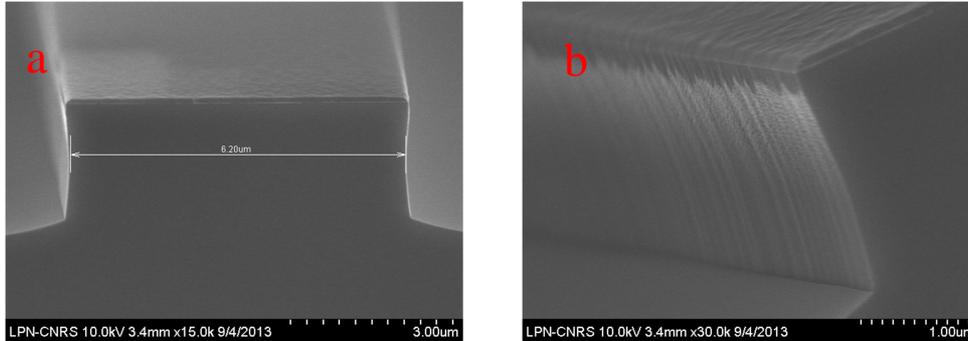


Figure V-6: image MEB d'un méso gravé par RIE- ICP HBr : O₂ (25:2).

La rugosité du flanc est acceptable, et provient en très grande majorité de la rugosité du masque. Mais nous n'avons pas trouvé de conditions expérimentales optimales qui permettent de s'affranchir de deux inconvénients. Le premier est que le profil présente des pieds à la base du méso (figure V-6-a), qui s'étendent sur quelques microns, donc la profondeur gravée sera dépendante de la distance au centre du guide, ce qui sera préjudiciable à un bon contrôle du retrait des couches quaternaire sur l'InP n pour assurer le contact n. Ce procédé est aussi relativement peu sélectif par rapport au masque de gravure SiO₂. Nous n'avons pas obtenu de meilleure sélectivité avec un masque de SiN. On peut s'attendre alors à un relativement mauvais contrôle de la cote du méso.

Le gaz Cl₂ est très utilisé pour la gravure des matériaux à base d'InP. Dans un premier temps, nous avons travaillé sur un procédé Cl₂ : H₂ sans O₂. Les paramètres optimisés suivants : Flux de Cl₂=7sccm, Flux de H₂=13sccm, Pression=0.5mTorr, Puissance ICP=800W, Bias=-50V T=150°C, pour une gravure d'une durée de 3mn30sec, conduisent à un méso comme celui présenté en figure V-7, (a) face clivée et (b) flanc gravé.

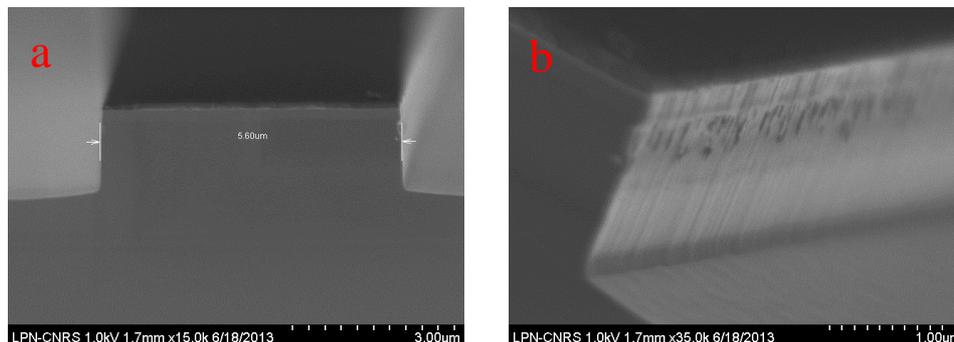


Figure V-7: image MEB d'un méso InP gravé par RIE-ICP Cl₂ : H₂ (7 :13).

Ce procédé présente une meilleure géométrie du méso, les pieds sont moins importants de part et d'autre du méso et de plus faible épaisseur. Il présente une forte sélectivité par rapport au masque de gravure SiO₂. Mais on observe sur la figure V-7-b une sur-gravure de l'InP dans la région qui se situe proche de la couche InGaAs. Pour corriger ce défaut de

gravure, nous avons proposé d'ajouter le gaz O_2 qui va contribuer à passiver la surface. Nous avons étudié le flux de O_2 nécessaire, qui reste faible par rapport aux 2 gaz contribuant à la gravure. Le flux de O_2 varie entre 0.5 et 1scm. La figure V-8 présente le profil de flancs gravés pour 3 conditions de flux de O_2 . Avec un flux de 0.5scm d' O_2 (figure V-8-a), nous avons amélioré la qualité de surface de la région surgravée de l'InPp mais elle est toujours présente. Quand la passivation est trop forte (figure V-8-c), alors les flancs de gravure commencent à être inclinés. Le meilleur résultat est obtenu pour un flux de O_2 de 0.8scm (figure V-8-b), il conduit à la meilleure géométrie du méso et le moins de rugosité. C'est ce procédé que nous retiendrons par la suite.

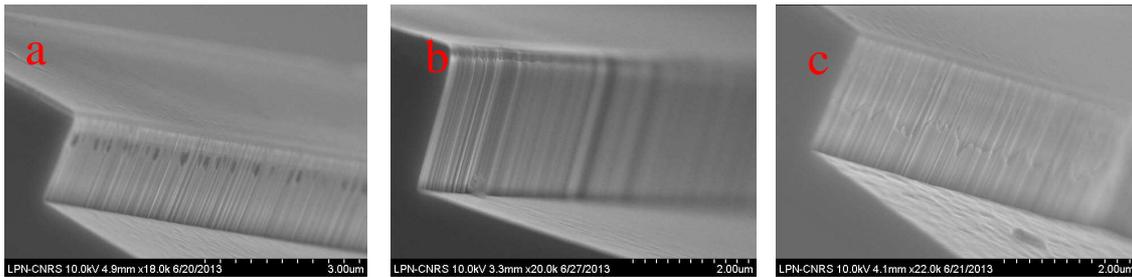
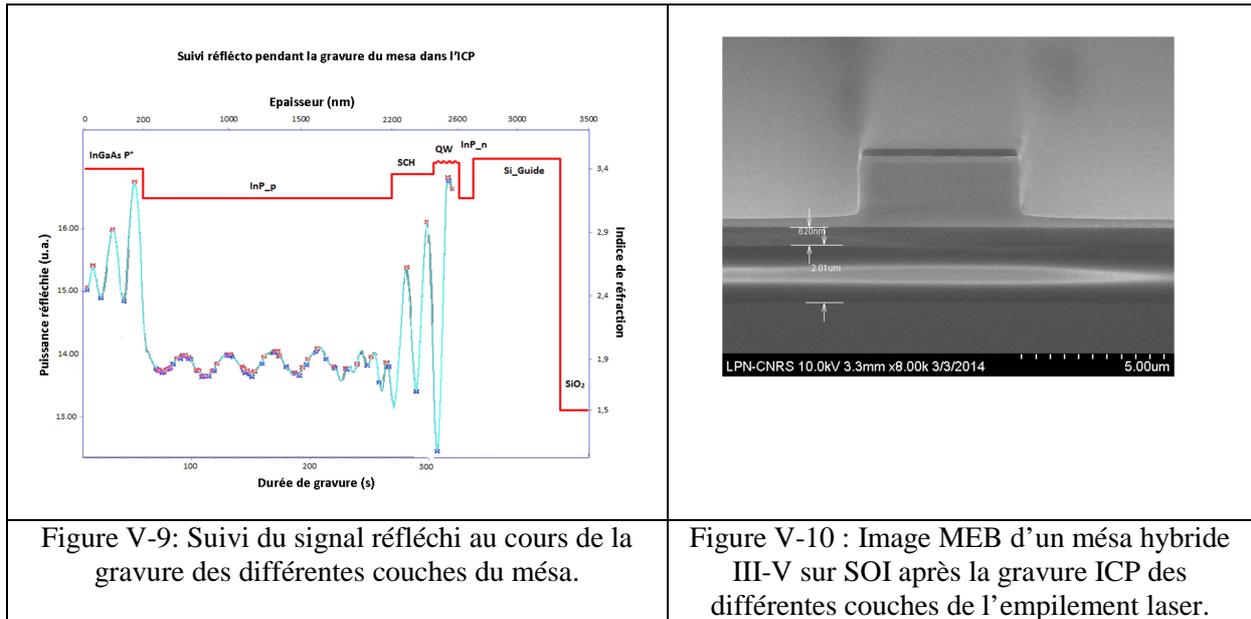


Figure V-8: image MEB après gravure RIE- ICP, par $Cl_2/H_2/O_2$: a) 7 :13 :0.5, b) 7 :13 :0.8, c) 7 :13 :1.

V-3-2-1-2 Le suivi de la gravure par réflectométrie

Nous souhaitons que cette gravure sèche puisse graver la quasi-totalité du méso, en s'approchant le plus près possible de la surface de la couche InP n. Ainsi la gravure chimique sera la plus courte possible, et le ternaire, non protégé, ne sera que très peu affecté. Le procédé au chlore grave vite, et les conditions de fonctionnement du bâti ne permettent pas se baser sur une vitesse parfaitement stable. La couche InP n est fine, on ne peut pas prendre le risque de la graver, même partiellement, au risque d'augmenter la résistance d'accès. Il faut utiliser le suivi de la gravure in-situ, par réflectométrie. Autant ce suivi est assez simple à interpréter dans le cas de ruban sur substrat de InP, autant il ne s'est pas avéré simple dans le cas de l'empilement hybride des couches laser collées sur Si.

Le laser de mesure de réflectométrie est à la longueur d'onde de 670nm. La figure V-9 montre le signal réfléchi pendant la gravure des différentes couches. On peut voir en début de gravure les 2 franges provenant de la gravure de la couche de ternaire. Ensuite le signal devient très faible car la lumière à 670nm est fortement atténuée en traversant les 2 μm d'InPp. Quand la couche d'InPp redevient fine, alors le signal est moins absorbé et on voit réapparaître les franges de gravure correspondant à InP p. Il est assez difficile de savoir exactement à quel moment on passe l'interface InPp - SCH. Nous nous basons sur une calibration faite par des observations SEM à différentes étapes de la gravure pour nous arrêter dans les puits quantiques.



La figure V-10 montre une face clivée d'un méso gravé sur SOI : le contrôle de l'arrêt de la gravure sèche est correct, il ne reste qu'une faible épaisseur de matériau quaternaire au-dessus de la couche de contact InP n. La gravure du méso jusqu'à cette couche de contact va être terminée par gravure chimique sélective.

V 3-2-2 - Gravure chimique sélective des matériaux quaternaires

La gravure chimique est sélective, mais elle est aussi isotrope. Dans la littérature, plusieurs solutions chimiques sont proposées pour graver les matériaux de type InGaAsP [5]. Elles contiennent toutes un agent oxydant en milieu acide, l'attaque chimique étant une réaction d'oxydo-réduction. Nous avons étudié le résultat de la gravure obtenue dans le cas de 2 solutions à base de H_2O_2 additionné d'un acide fort:

- H_2SO_4 , H_2O_2 et H_2O
- H_2SO_4 , H_3PO_4 , H_2O_2 et H_2O

Les 2 solutions contenant H_2SO_4 , leur préparation est exothermique. Il faut correctement contrôler la température à laquelle on réalise la gravure.

La première solution a été étudiée dans les proportions suivantes : $3H_2SO_4 : 1H_2O_2 : 1H_2O$. Une gravure de 45s à température ambiante conduit à une très forte gravure latérale (figure V-11).

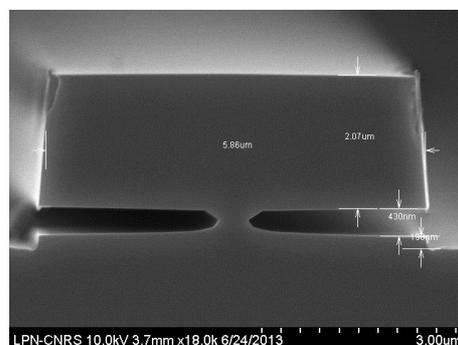


Figure V-11: image MEB d'un méso hybride après gravure chimique par $H_2SO_4/H_2O_2/H_2O$ (3 : 1 : 1).

La deuxième solution, qui est moins exothermique lors de la préparation car beaucoup plus diluée, a été étudiée dans les proportions suivantes $2\text{H}_2\text{SO}_4 : 2\text{H}_3\text{PO}_4 : 2\text{H}_2\text{O}_2 : 20\text{H}_2\text{O}$. Après 40s de gravure (figure V-12), nous avons gravé toutes les couches des QW qui sont au-dessus l'InPn. La gravure latérale est ici très modeste (figure V-12-a), et la couche de ternaire n'est que peu dégradée (figure V-12-b).

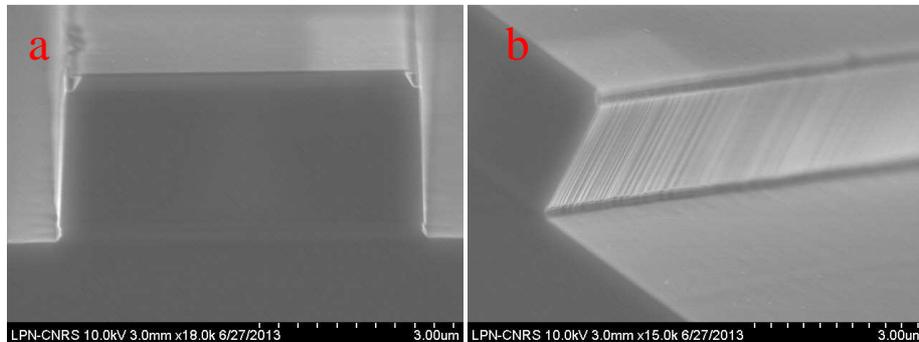


Figure V-12: image MEB du méso hybride après gravure chimique sélective par $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (2 :2 :2 :20).

L'association de la gravure sèche par RIE-ICP, avec suivi par réflectométrie, avec ensuite la gravure chimique sélective permet de graver un méso de forme correcte, avec une rugosité des flancs acceptable, et un bon contrôle de la profondeur.

La géométrie de la gravure chimique du ternaire est liée à la direction cristallographique. On veillera, dans la mesure où les couches sont reportées sur Si, à correctement choisir l'orientation du matériau III-V au moment du collage. [6]

V-3-3 Contact n

Le contact n sur l'InPn est constitué par une fine couche de titane de 20nm pour accrocher la couche d'or de l'ordre de 200nm. Le contact n doit être déposé au plus près du méso du laser, de l'ordre de quelques microns, de façon à limiter la résistance d'accès. Le contact n est pris des deux coté du méso, sur une bande de 50 μm de large.

Le contact n est obtenu par la technique du lift-off à travers une ouverture de résine. La forme optimale pour le masque de résine est obtenue avec un bi-couche de résine composé d'une couche de résine 5214 déposée sur une couche de résine LOR_5A. La première couche de résine LOR_5A est déposée sur une épaisseur de 2.5 μm et recuite sur plaque chauffante à 180°C pendant 2min afin d'être durcie. La deuxième résine 5214 est ensuite déposée sur une épaisseur de 1.5 μm et recuite sur plaque chauffante à 125°C pendant 1mn. L'insolation des résines se fait par UV 480nm pendant 20s, le développement se fait par MF26A pendant 3mn. Le résultat obtenu est observé par microscope électronique et optique dans la figure V-13.

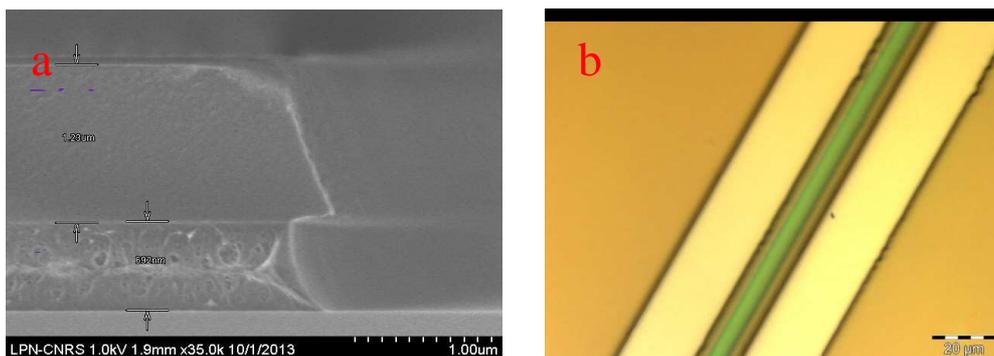


Figure V-13 : Image par MEB et par microscope optique du masque de résine bi-couche pour le contact n.

Les métaux du contact n sont déposés par évaporation, puis le lift-off est réalisé afin d’obtenir les deux bandes du contact n de part et d’autre du méso.

V-3-4 Contact p

Le contact p se fait sur le mesa du laser, il est aussi constitué d’une fine couche d’accroche en titane, et de 200nm d’or. Le méso ne faisant que quelques microns de large, le contact p possède une zone plus large sur laquelle sera soudé le fil de contact. Mais il faut alors isoler électriquement cette zone plus large du contact n. Nous avons choisi, comme c’est souvent le cas dans la littérature [7] d’utiliser le BCB (Benzocyclobutane) pour assurer cette isolation électrique. Le BCB recuit présente en effet de bonnes propriétés d’isolation électrique [8].

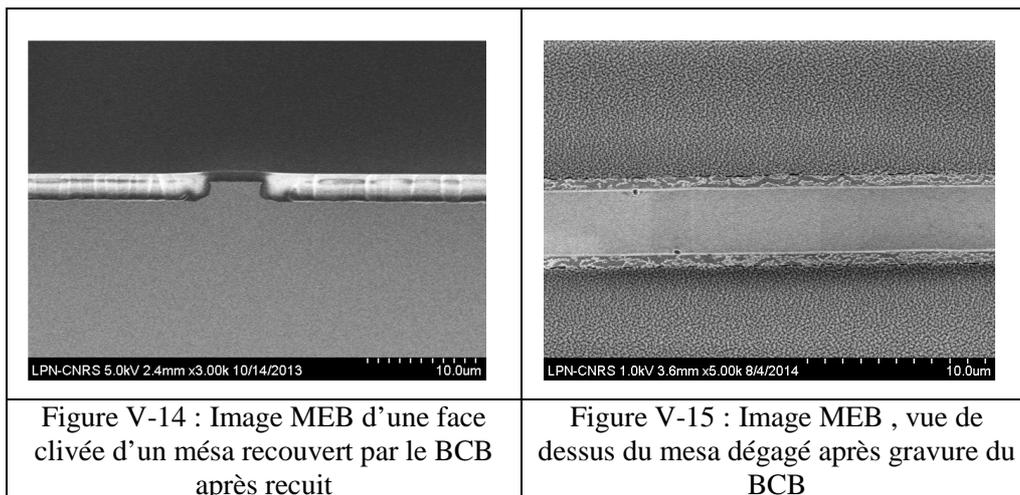
V-3-4-1 Isolation électrique des 2 contacts par BCB

Le BCB est déposé après enduction par un promoteur AP3000 pour augmenter l’adhésion, puis recuit dans un four à 250°C pendant 1h, pour obtenir un BCB durci. Le procédé de recuit contient les étapes détaillées dans le tableau V-1 établies à partir de la documentation fournisseur [9].

T (°C)	20	100	100	150	150	250	250	20
Ramp (mn)	0	15	15	15	15	60	60	--

Tableau V-1 : Etapes du recuit du BCB [9].

Le recuit avec une pente lente augmente l’homogénéité de la surface du BCB. Le résultat obtenu est observé par MEB sur une face clivée de méso gravé (figure V-14).



Le contact p doit être déposé sur la couche de ternaire au sommet du mesa. Pour cela, il faut éliminer tout le BCB qui a été déposé au-dessus du mesa. Pour graver le BCB, nous avons utilisé le plasma RIE. Le procédé de gravure est basé sur les gaz SF_6/O_2 [9], les paramètres optimisés sont : Flux de $SF_6 = 1.2sccm$, Flux de $O_2 = 50sccm$, Pression = 100mTorr, Puissance = 50W Bias = -420V. Un suivi laser détecte la profondeur du BCB gravée en fonction de temps et permet de s'arrêter sur la surface du matériau ternaire. Le résultat obtenu après une gravure de 4mn est observé par MEB (figure V-15).

V-3-4-2- Dépôt du contact p et réouverture du contact n

Nous avons utilisé, pour fabriquer le masque du contact p, la même technique de bicouche de résine que celle utilisé pour la lithographie pour lift-off développée pour le masque du contact n. Après dépôt des métaux et lift-off, le contact p obtenu est observé par MEB (figure V-16).

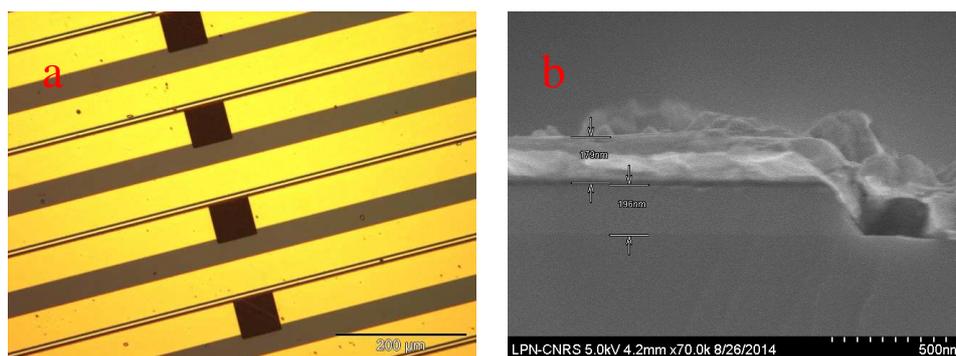


Figure V-16 : Image par microscope optique (a) et par MEB (b) du contact p.

Pour réaliser le contact p, nous avons isolé la surface en enterrant le contact n sous le BCB. Une fois ce contact p réalisé, il faut enlever toute la couche du BCB qui est au-dessus du métal de contact n. Pour ce faire, nous avons protégé le métal du contact p par une couche de résine négative 2070, et gravé le BCB par RIE. Le suivi laser permet de s'arrêter sur le métal du contact n. Après retrait de la résine, on obtient un laser hybride III-V sur SOI hybride, dont on voit en figure V-17-a la zone large du contact p et figure V-17-b le méso et les 2 contacts n.

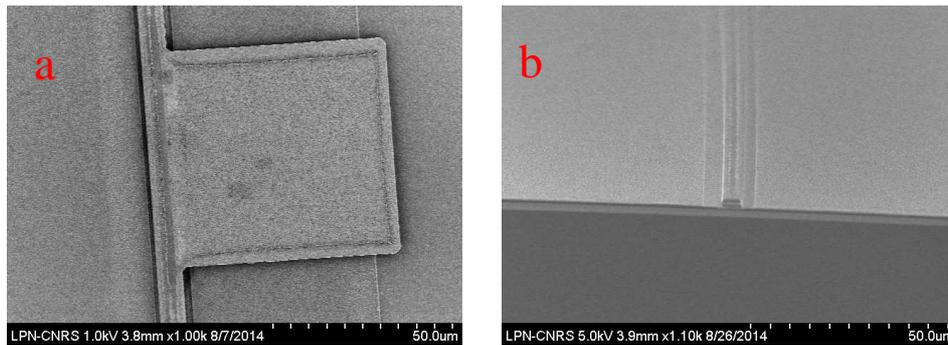


Figure V-17: Images MEB du laser hybride InP/Si.

V-3-5 Drain thermique

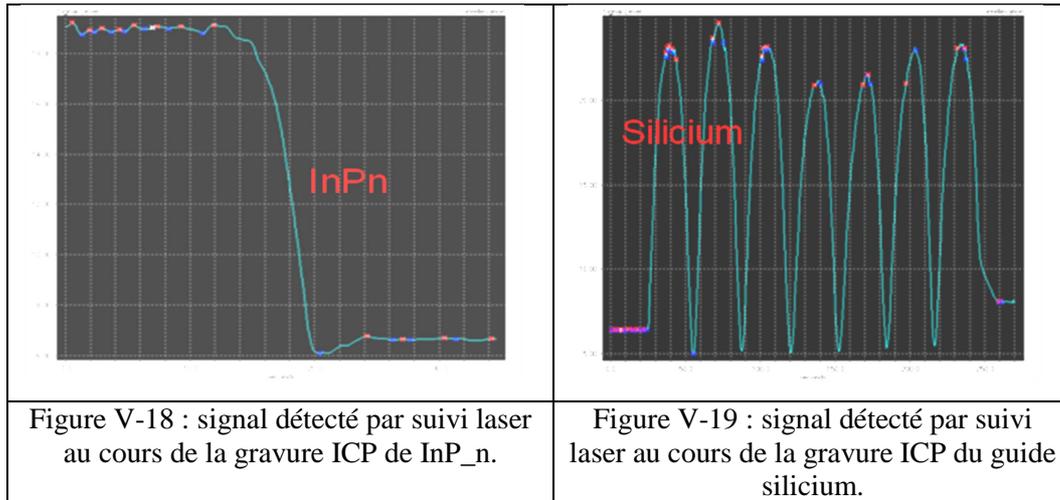
Le drain est ici proposé pour évacuer la chaleur générée dans la zone active vers le substrat de silicium qui est un immense réservoir. Il faut donc définir, au voisinage du méso, une ouverture qui sera gravée jusqu'au substrat.

Nous avons choisi de définir cette ouverture jointive au contact n. Il faut graver successivement la couche de contact InP n, la couche guide silicium et enfin la couche d'oxyde BOX pour atteindre le substrat. Une lithographie supplémentaire définit une ouverture, qui est gravée d'abord par RIE-ICP pour les couches InP n et Si guide, puis par RIE-CCP pour le BOX.

V 3-5-1 Masque de résine, Gravure RIE-ICP de la couche de contact InP n et du guide Si

La profondeur totale à graver est relativement importante : L'InP n est fin (100nm), mais le guide Si a une épaisseur de 600nm, et le BOX a une épaisseur de 2µm. De plus, nous souhaitons utiliser un seul masque de résine pour la gravure ICP et la gravure RIE. Or l'ICP dégrade beaucoup les résines. Donc il faut un masque de résine épais. Par contre, notre exigence est faible quant à la qualité des bords gravés, cette ouverture ne va servir que de radiateur. Nous avons utilisé la résine 4533, qui, déposée à 3500tours/mn, permet d'obtenir une épaisseur de l'ordre de 3.5µm.

Une fois l'ouverture définie, l'InP n et le guide Si sont gravés par RIE-ICP. Dans chaque cas, le suivi laser, maintenant très simple à monitorer car on ne traverse pas de couches absorbantes, permet de suivre cette gravure. Pour graver InP n, nous utilisons le procédé optimisé $Cl_2:H_2:O_2$, à 170°C. Le suivi laser de la gravure de la couche de contact InP n est présenté en figure V-18.



La gravure du guide silicium se fait avec le procédé établi pour la nanostructuration (chapitre IV). On voit en figure V-19 le suivi par reflectométrie de cette gravure.

V-3-5-2 Gravure de la couche d'oxyde enterrée SiO₂ par RIE-CCP

La couche d'oxyde –BOX– est gravée par RIE-CCP, le procédé est bien plus sélectif que par ICP, et va donc épargner le masque de résine. Cette couche est épaisse (2μm), la gravure est longue - 32mn- avec un procédé optimisé à l'aide des gaz (SF₆ :CHF₃ '8 :8'). Ce procédé grave aussi le silicium et permet donc d'arriver dans le substrat. On peut voir en figure V-20 les différentes couches gravées jusqu'au substrat silicium.

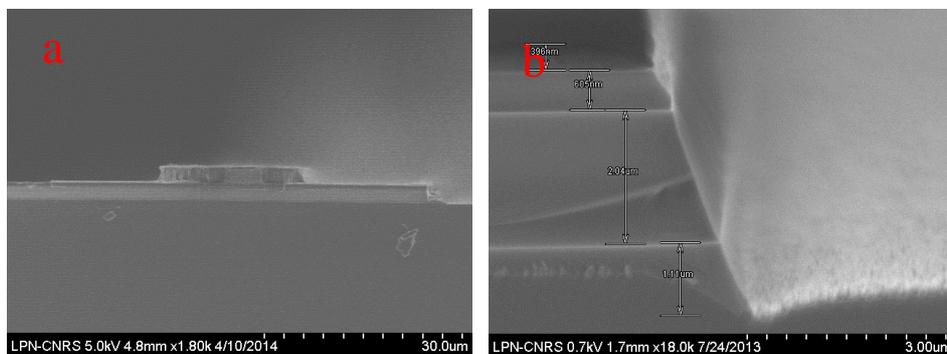


Figure V-20 : Images SEM du laser hybride InP sur SOI après la gravure de SOI
a) ensemble des couches du laser, b) profil du drain gravé jusqu'au substrat silicium

V-4 Caractérisation du laser hybride InP/SOI

Nous allons dans un premier temps rappeler le principe de fonctionnement d'un laser à semi-conducteur, puis présenter les résultats de caractérisation sur les tous premiers dispositifs fabriqués.

V-4-1 Principe de fonctionnement d'un laser à semi-conducteur

Le laser à semi-conducteur est basé sur le phénomène de l'amplification optique au sein d'un résonateur. Le guide d'onde (détaillé dans le chapitre III) et les deux facettes clivées constituent la cavité. Dans le semi-conducteur, le gain dans les puits quantiques est défini par l'expression suivante :

$$G(N) = G_0 \ln\left(\frac{N}{N_0}\right) \quad [10]$$

avec G_0 est le paramètre de gain et N_0 est la densité de porteur à la transparence.

Dans notre cas, le gain proviendra du pompage électrique.

Les pertes au cours de la propagation proviennent des différentes contributions : absorption du contact, pertes de la cavité, rugosité des géométries gravées. La relation suivante exprime la totalité des pertes :

$$\alpha_t = \alpha_{interne} + \alpha_{cavité} \quad [11]$$

La perte de la cavité s'exprime selon :

$$\alpha_{cavité} = \frac{1}{2L} \ln\left(\frac{1}{R_1 R_2}\right) \quad [11]$$

Pour obtenir l'effet laser, on écrit que le gain dans la cavité, au cours d'un aller-retour est plus important que les pertes.

$$R_1 R_2 e^{L(g-\alpha)} e^{j2L\left(\frac{2\pi}{\lambda}n\right)} = 1 \quad [12]$$

Le gain est donc :

$$g = \alpha + \frac{1}{L} \ln\left(\frac{1}{R_1 R_2}\right)$$

Les longueurs d'onde émises vérifient la condition de résonance:

$$\lambda_m = \frac{2n_{eff}L}{m} \quad \text{avec } m = 1, 2, \dots$$

Ces longueurs d'onde sont celles des différents modes longitudinaux du laser. Si on tient compte de la dispersion des matériaux, l'intervalle entre deux modes longitudinaux s'écrit :

$$\Delta\lambda_{FP} = \frac{\lambda^2}{2L\left(n_{eff} - \lambda \frac{\delta n}{\delta \lambda}\right)} \quad [12]$$

L'injection de courant est utilisée pour assurer l'inversion de population.

Le courant s'exprime selon :

$$I = I_{seuil} + I_{stimulé}$$

Le point de fonctionnement du laser est nommé seuil d'émission laser. Avant le seuil de l'émission laser, on ne détecte que l'émission spontanée. Après le seuil, chaque paire électron-trou crée un photon par émission stimulée.

Les équations d'évolution aux taux de population du laser sont :

$$\frac{dN}{dt} = \frac{\eta_i I}{qd} - \frac{N}{\tau} - (N - N_{tr}) N_p \frac{c}{n_{eff}} \frac{dg}{dN} \quad [13]$$

$$\frac{dN_p}{dt} = \Gamma \beta_{sp} R_{sp} + \Gamma (N - N_{tr}) N_p \frac{c}{n_{eff}} \frac{dg}{dN} - \frac{N_p}{\tau_p} \quad [13]$$

avec,

- N, N_p , densité de photons et d'électrons,
- $(N - N_{tr}) \frac{dg}{dn}$, gain obtenu par pompage
- N_{tr} , densité d'électrons à la transparence
- β_{sp} , facteur de réinjection des photons
- τ , durée de vie des électrons avant recombinaison non stimulée
- τ_p , durée de vie du photon dans la cavité
- η_i , efficacité d'injection
- I , courant électrique
- q , charge élémentaire
- d , épaisseur de la couche active
- Γ , facteur de confinement optique

À l'émission laser, le paramètre de l'émission spontanée est négligeable, l'équation sera :

$$\frac{dN_p}{dt} = \Gamma (N - N_{tr}) N_p \frac{c}{n_{eff}} \frac{dg}{dN} - \frac{N_p}{\tau_p}$$

La relation de la densité d'électron et de photon, en régime stationnaire, sera :

$$N = N_{th} = N_{tr} + \frac{n_{eff}}{c \tau_p \Gamma} \frac{dg}{dN} \quad si \ N_p \neq 0$$

et

$$N = N_{th} = \frac{\eta_i \tau}{qd} I_{th} \quad si \ N_p = 0$$

Si on ne néglige pas l'émission non stimulée, la puissance de sortie du laser est :

$$P_{out} = \eta_d \frac{h\nu}{q} (I - I_{th}) \quad \text{avec} \quad \eta_d = \frac{\eta_i \alpha_{cavit\acute{e}}}{\alpha_{interne} + \alpha_{cavit\acute{e}}} \quad [13]$$

avec,

$h\nu$, énergie du photon

i_{th} , courant de seuil

η_d , est l'efficacité quantique différentielle

Au-dessus du seuil, nous pouvons calculer l'efficacité quantique différentielle selon la relation suivante :

$$\eta_d = \frac{q}{h\nu} \frac{dP}{dI} \quad [13]$$

V-4-2 Effet thermique sur le fonctionnement d'un laser

La dissipation thermique est une préoccupation pour le fonctionnement d'un laser semi-conducteur. Nous allons expliquer dans ce paragraphe l'impact des effets thermiques sur les performances d'un laser.

L'efficacité d'injection est un paramètre très sensible à la température, ce que l'on peut suivre sur le courant de seuil. Ce dernier augmente de façon exponentielle en fonction de la température, selon l'expression suivante :

$$I_{seuil}(T_2) = I_{seuil}(T_1) \exp\left(\frac{T_2 - T_1}{T_0}\right) \quad [14]$$

De la même manière, le rendement externe diminue en fonction de la température selon l'expression suivante :

$$I - I_{seuil} = I_{p0} \exp\left(\frac{T}{T_1}\right) \quad [15]$$

La pénalité thermique se lit sur le graphe de la puissance optique émise en fonction du courant d'injection : la puissance optique de sortie sature puis décroît avec l'augmentation du courant d'entrée. Dans le laser hybride, la conductivité thermique (ξ) de la couche intermédiaire joue un rôle important dans l'échauffement du laser. La résistance thermique est :

$$Z_T = \frac{h}{\xi A} \quad [13]$$

avec h est l'épaisseur de la couche intermédiaire et A est l'aire du laser. Dans le cas d'une couche d'oxyde épaisse, l'oxyde étant un mauvais conducteur thermique, la résistance thermique augmente, et pénalise le fonctionnement.

V-4-3 Caractérisation électrique du laser hybride

V-4-3-1 Technologie des contacts

Le procédé lift-off est le procédé le plus utilisé pour définir les plots des contacts. Le métal utilisé pour le contact métallique sur l'InP est l'Or. Sur l'InP dopé p, on utilise une couche d'InGaAs dopée p que l'on peut doper plus fortement que l'InP p, pour assurer le contact. L'emplacement des contacts par rapport au mode optique est très important, car l'absorption par les contacts métalliques est une source de pertes optiques. Afin de limiter les pertes optiques dans le contact p, une couche d'InP epitaxié de l'ordre de $2\mu\text{m}$ est créée au-dessus des puits quantiques. Pour le contact n, la géométrie la plus utilisée dans la littérature pour un laser hybride est d'avoir ce contact de part et d'autre du mesa. La figure V-21 rappelle la géométrie des contacts dans notre dispositif.

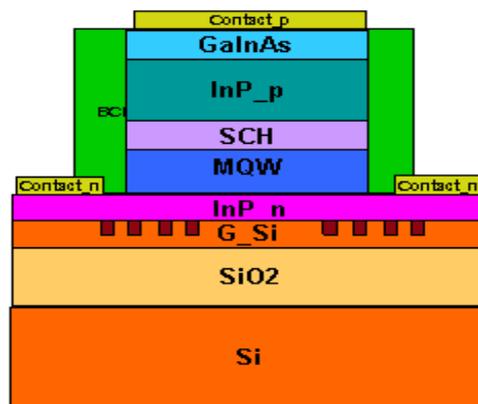


Figure V-21: Laser hybride InP sur SOI, géométrie des contacts

V-4-3-2 Mesure de la résistance d'accès

Nous avons dans un premier temps qualifié le contact Ti/Au sur un substrat InPn. Avec un testeur électrique sous pointes liés au générateur de tension, nous avons mesuré la caractéristique tension-courant entre deux contacts sur l'InP dopé n (figure V-22). La résistance du contact métallique obtenue est de l'ordre de 0.77 Ohm, ce qui indique un contact de bonne qualité.

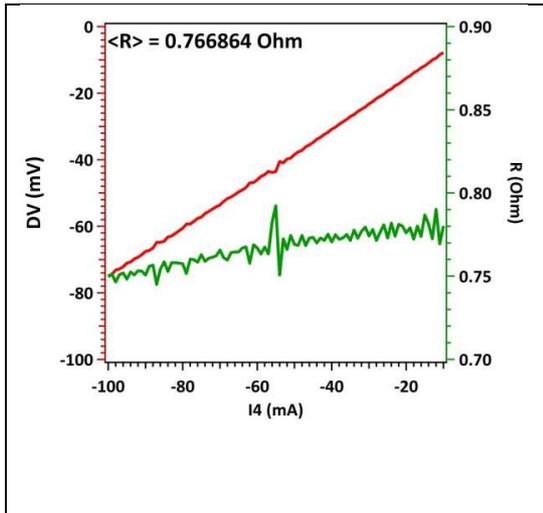


Figure V-22: Contact n, courbe de tension et résistance en fonction du courant d'injection.

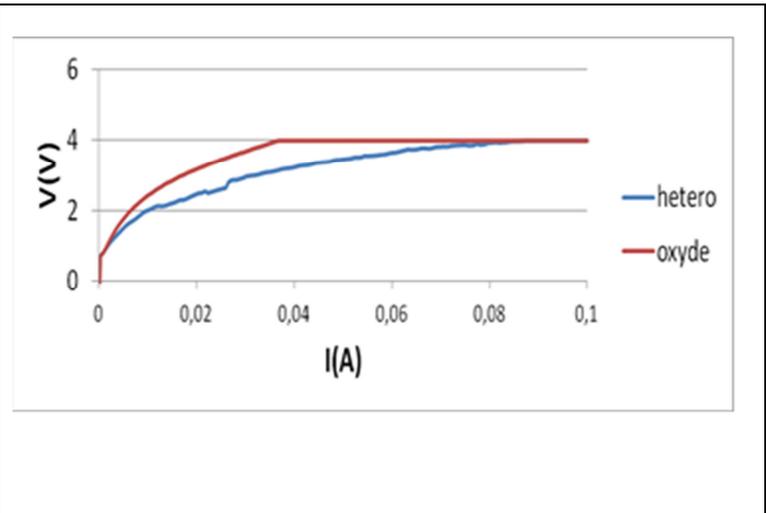


Figure V-23: mesure la caractéristique tension-courant de diode laser dans les deux types de collage (oxyde et hétéro-épitaxial)

Nous avons ensuite mesuré les lasers hybrides fabriqués. La figure V-23 présente la caractéristique tension-courant de la diode laser à 20°C, dans le cas d'un laser hybride obtenu par collage oxyde-free, puis dans le cas d'un laser hybride fabriqué par collage avec une fine couche d'oxyde. Dans les deux cas, nous voyons bien le coude caractéristique du matériau quaternaire à 0.75V, mais la résistance d'accès est très élevée, de l'ordre de 16 Ohm (figure V-24). Cette valeur très élevée de la résistance d'accès est due, après analyse sur les dispositifs fabriqués, au mauvais retrait du BCB sur les contacts, tout particulièrement sur le contact n. Cette forte résistance ne nous permettra pas de voir l'effet laser, nous caractériserons au mieux l'émission spontanée.

Nous pouvons obtenir le facteur d'idéalité de la diode, donné par la relation suivante :

$$n = \frac{p}{kT} \frac{dV}{d \ln(I)}$$

Expérimentalement, sur la figure V-24, nous déterminons un facteur d'idéalité de l'ordre 1.56. Dans la littérature, le facteur d'idéalité normal pour les matériaux InGaAsP/InP est entre 1 et 2.

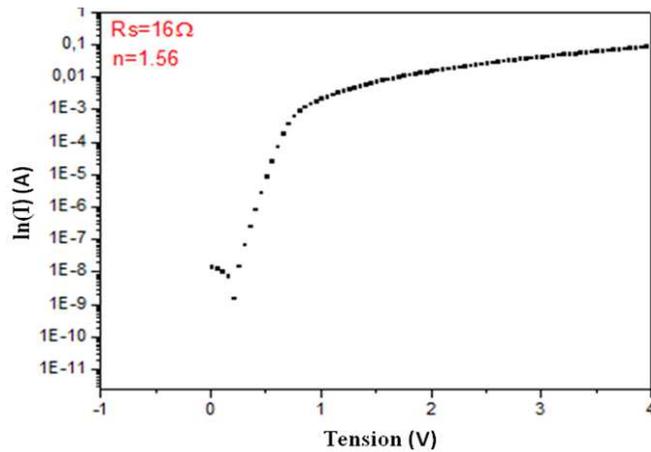


Figure V-24: Courbe de $\ln(I)$ en fonction de la tension

V-4-4 Caractérisation optique du laser hybride

V-4-4-1 Banc de mesure

Le fonctionnement électro-optique du laser hybride est mesuré sur un banc dédié. Le support est relié à un contrôleur de température qui assure le maintien de la température du dispositif à la température voulue. L'alimentation électrique se fait soit en courant continu soit en courant pulsé. Deux pointes sont utilisées pour amener le courant sur les contacts. La lumière émise est collectée par une fibre optique que l'on place en face de la facette clivée et qui conduit le signal jusqu'à un puissance-mètre, ou à un spectromètre.

V-4-4-2 Mesure optique du laser hybride

La figure V-25 présente la caractéristique de puissance en fonction du courant pulsé du laser hybride. Pour mesurer le spectre du laser, nous avons dirigé le signal collecté dans la fibre vers un analyseur de spectre. La figure V-26 présente les spectres d'émission pour différents courants pulsés. On peut voir les franges du résonateur Fabry Péro.

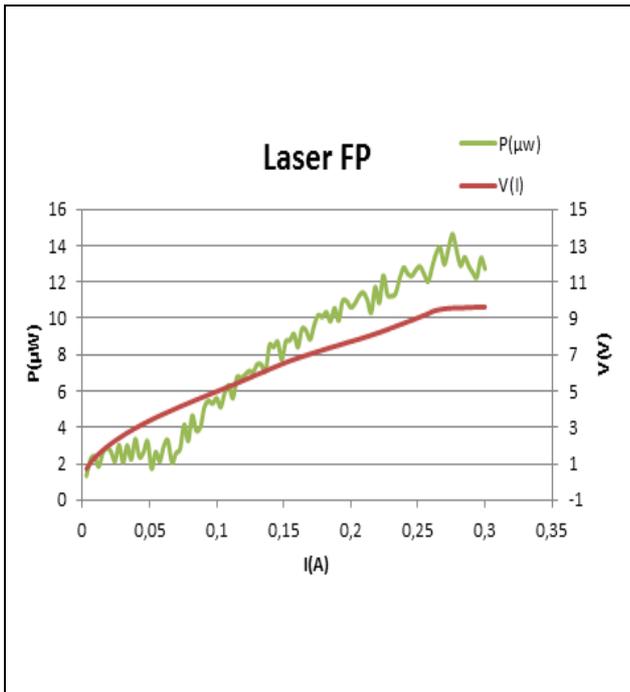


Figure V-25 : Puissance de sortie du laser hybride, injection électrique en mode pulsé

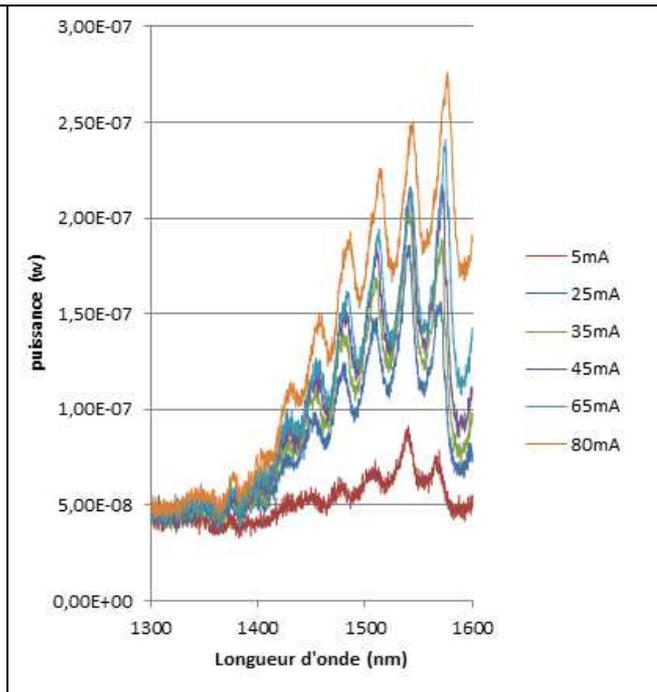


Figure V-26: Spectre de l'émission, en fonction du courant, en mode pulsé

Nous n'avons pas observé de seuil laser, et en injection en mode pulsé, on peut visualiser le comportement du résonateur Fabry-Perot en émission spontanée.

Les étapes technologiques concernant les contacts sont en cours d'optimisation.

V-5 Conclusion

Nous avons présenté le design d'un laser hybride InP sur SOI qui inclut une structuration conduisant à une sélectivité spectrale, qui doit donc permettre d'obtenir un fonction monomode. Nous avons défini les différentes étapes technologiques du laser hybride conçues pour conduire à un fonctionnement sous injection électrique en mode continu.

Les premiers résultats ne sont qu'indicatifs, car il ne nous a pas été possible d'obtenir le succès de toutes les étapes technologiques au cours du même process. Certaines étapes du process doivent être revues afin d'améliorer la qualité des contacts électriques

V-6 Références

- 1- M. N. Sysak, H. Park, A. W. Fang, J. E. Bowers, R. Jones, O. Cohen, O. Raday and M. Paniccia, Experimental and theoretical thermal analysis of a Hybrid Silicon Evanescent Laser, *Optics Express*, **15**, 15041 (2007)
- 2- M. Sysak, D. Liang, R. Jones, G. Kurczveil, M. Fiorentino, R. G. Beausoleil and J.E.Bowers, Hybrid Silicon Laser Technology: a thermal perspective, *IEEE, J. Selec. Top. Quant. Electron.*, **17**, 1490 (2011)
- 3- S. Bouchoule, S. Azouigui, S. Guilet, G. Patriarche, L. Largeau, A. Martinez, L. Le Gratiot, A. Lemaitre and F. Lelarge, Anisotropic and Smooth Inductively Coupled Plasma Etching of III-V Laser Waveguides Using HBr-O₂ Chemistry, *Journal of The Electrochemical Society*, **155**, 778 (2008)
- 4- S. Guilet and S. Bouchoule, C. Jany, C. S. Corr and P. Chabert, Optimization of a Cl₂-H₂ inductively coupled plasma etching process adapted to non-thermalized InP wafers for the realization of deep ridge heterostructures, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **24**, 2381 (2006)
- 5- A.R. Clawson, Guide to references on III-V semiconductor chemical etching, *Materials Science and Engineering*, **31**, 1 (2001)
- 6- M. Lamponi, Lasers InP Sur Circuits silicium pour applications en télécommunications, Université Paris-Sud, Thèse (2012)
- 7- A. Modafe, Nima Ghalichechian, Michael Powers, Michael Khbeis, Reza Ghodssi , Embedded benzocyclobutene in silicon: An integrated fabrication process for electrical and thermal isolation in MEMS , *Microelectronic Engineering*, **82**, 154 (2005)
- 8- A. Modafe, Benzocyclobutene-based Electric Micromachines Supported on Microball Bearings: Design, Fabrication, and Characterization, ProQuest (2007)
- 9- Processing Procedures for CYCLOTENE 3000 Series Dry Etch Resins (2008)
- 10- T. Dupont, Réalisation de source laser III-V sur silicium, Ecole centrale de Lyon, Thèse (2011)
- 11- B. E. A. Saleh and M. C. Teich, *Fundamentals of photonics*, Wiley (1991)
- 12- D. Delppart, Etude de source intégrés lasers-modulateurs pour transmission optique à haut débit, Université Paris-Sud, Thèse (1997)
- 13- L. Coldren and S. Corzine, *Diode Lasers and Photonic Integrated Circuits*, Wiley (1995)
- 14- D. Morini, Cours optoélectronique, Université Paris-sud (2013)
- 15- M. N. Sysak, H. Park, A. W. Fang, J. E. Bowers, R. Jones, O. Cohen, O. Raday and M. Paniccia, Experimental and theoretical thermal analysis of a Hybrid Silicon Evanescent Laser, *Optics Express*, **15**, 15041 (2007)

Conclusion et perspectives

Dans cette thèse, nous avons développé plusieurs approches concernant les trois domaines d'étude qui entrent dans la fabrication d'un laser hybride III-V sur SOI :

- l'association des deux matériaux III-V et Silicium
- le design d'un guide silicium nanostructuré
- la technologie d'un laser hybride pour le fonctionnement en injection électrique.

Ce travail a fait partie d'un projet ANR couvrant plus largement les dispositifs hybrides pour les circuits intégrés photoniques (ANR COHEDIO). Il a été mené au Laboratoire de Photonique et de Nanostructures, qui a une grande expertise dans l'élaboration des matériaux III-V, et à des moyens de technologie importants. Il a permis d'avancer de façon significative sur deux de ces domaines d'étude. L'ensemble des étapes technologiques nécessaires à la fabrication d'un laser hybride est assez complexe, et les avancées sont dans ce domaine encore limitées.

Le collage heteroépitaxial ou oxide-free de couches III-V sur Si a été démontré pour la première fois, et caractérisé très complètement : le joint de grain observé en TEM ne montre aucun vide, les deux mailles cristallines des 2 semi-conducteurs n'ont subi aucune dégradation, et aucune dislocation émergente ne quitte le joint de grain, qui s'étend sur 1 à 2 couches atomiques. Une méthode originale basée sur la nano-indentation a été développée pour calculer l'énergie du joint de collage. Cette méthode locale et non destructive est plus performante que la méthode classique de la lame de rasoir qui demande la préparation d'un échantillon dédié et qui reste très dépendante de l'expérimentation.

Le collage avec une fine couche d'oxyde (~5nm) a été étudié de façon à comprendre l'origine des zones non collées reportées dans la littérature. Nous avons proposé une méthode nouvelle pour l'étape d'activation de la surface des oxydes, et avons identifié l'origine des gaz produits lors du recuit de collage, gaz qui conduisent à ces zones non collées. Nous avons ainsi défini un procédé de collage avec oxyde conduisant à une surface collée sans trous. Nous avons proposé un mécanisme pour le collage oxyde dans le cas du collage oxyde Si-InP.

Le guide Silicium du dispositif comportant dans notre approche une nanostructuration, nous avons qualifié ces deux procédés de collage oxide-free et avec une fine couche d'oxyde, dans le cas de surfaces ayant vu la technologie nécessaire à la nanostructuration.

La nanostructuration du guide silicium à une échelle plus petite que la longueur d'onde guidée a été proposée pour produire, dans le cas du laser hybride, le confinement latéral du mode optique et aussi simultanément le fonctionnement sélectif en longueur d'onde. Cette nanostructuration a été étudiée théoriquement, en considérant dans un premier temps le milieu structuré comme un milieu effectif uniaxe, puis par simulation en FDTD 3D pour étudier l'impact des paramètres géométrique sur le comportement de la structure. Cette nanostructuration est très versatile grâce à tous les paramètres géométriques que la fabrication peut ajuster. Nous avons démontré expérimentalement le fonctionnement monomode de guide hybride épais (~600nm) et relativement large (0.6 μ m), ainsi que le fonctionnement sélectif en longueur d'onde, quand, sur la nanostructuration sub-longueur d'onde on rajoute une périodicité à la période de la longueur d'onde guidée.

Cette nanostructuration a le potentiel de produire tout type de guidage /confinement /couplage selon le design spécifique de la géométrie, qui est ajustable localement dans les 2 directions transverse et de propagation. Cette nanostructuration est très pertinente dans le cas de dispositifs hybrides car on peut ajuster la fonction optique par la géométrie de la

structuration, sans avoir besoin de changer la géométrie de la surface, c'est-à-dire qu'on peut à terme intégrer plusieurs fonctions optiques au cours du même collage.

Enfin, le dernier domaine étudié concerne la technologie de fabrication d'un laser hybride. Cette étude a demandé beaucoup de temps, de par sa complexité, et beaucoup de persévérance, de par les difficultés rencontrées, en particulier sur l'équipement de collage. Cet équipement n'étant pas dédié, il ne produit pas des conditions de fonctionnement parfaitement reproductibles pour notre niveau d'exigence. Les nombreuses étapes technologiques qui entrent dans l'enchaînement pour la fabrication d'un laser hybride avec contacts électriques pour un fonctionnement en injection électrique doivent être toutes parfaitement réussies pour que le dispositif fonctionne. Certaines, sans grande difficulté quand il s'agit d'un dispositif sur substrat classique, sont plus complexes à maîtriser dans le cas d'un dispositif hybride, en particulier le contrôle de la gravure du méso. D'autres, nouvelles pour notre équipe, et dont la complexité n'a pas été correctement évaluée, ont finalement été limitantes, et ont empêché d'obtenir l'émission laser. Le travail se poursuit quant à leur optimisation.

Perspectives

Les trois domaines d'étude abordés au cours de cette thèse vont être poursuivis.

Concernant le collage oxide-free, qui a été démontré comme étant dans notre cas véritablement sans oxyde à l'interface hybride, présente le très grand avantage de permettre le passage du courant à l'interface. L'étude électrique de l'interface est en cours et va se développer pour étudier les meilleures performances de dispositifs hybrides exploitant le passage du courant à l'interface. La conception des dispositifs hybrides va s'en trouver élargie.

Concernant le collage avec une fine couche d'oxyde, l'étude se poursuit de façon à établir jusqu'à quelle épaisseur ultime il est possible de réduire l'oxyde présent à l'interface hybride. Cette étude se base sur la compréhension des mécanismes qui interviennent au cours du collage à 300°C, compréhension que nous avons développée et acquise au cours de ce travail.

Le mécanisme conduisant au confinement latéral dans un guide nanostructuré est maintenant mieux compris, grâce au travail mené dans cette étude et au travail fait en collaboration avec les partenaires du projet ANR. L'étude peut porter au-delà d'un guide confiné latéralement ou sélectif en longueur d'onde par exemple sur des guides couplés, puisque la nanostructuration permet un ajustement très précis et variable du couplage. A plus long terme, toute géométrie guidante ou assurant un couplage peut être dessinée sur mesure.

Cette thèse a comporté un gros de travail de technologie, on sait combien la technologie peut prendre de temps. Il reste néanmoins à démontrer ce qui est pour la communauté la limitation la plus forte pour les dispositifs hybrides sur SOI, à savoir un comportement thermique correct. Le guide silicium doit être séparé du substrat par une couche de faible indice de façon à assurer le confinement vertical du mode. Mais l'oxyde n'est pas un bon conducteur thermique. L'injection électrique via l'interface hybride est peut-être une solution.

Cette brève présentation des perspectives montre combien le sujet est riche. Le LPN va poursuivre son implication.