



**HAL**  
open science

# Guides d'onde en semi-conducteurs pour la conversion de fréquence dans l'infrarouge

Myriam Bailly

► **To cite this version:**

Myriam Bailly. Guides d'onde en semi-conducteurs pour la conversion de fréquence dans l'infrarouge. Optique [physics.optics]. Université Paris-Saclay, 2021. Français. NNT : 2021UPASP004 . tel-03180908

**HAL Id: tel-03180908**

**<https://theses.hal.science/tel-03180908v1>**

Submitted on 25 Mar 2021

**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.

# Guides d'onde en semi-conducteurs pour la conversion de fréquence dans l'infrarouge

**Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay**

École doctorale n° 564, Physique en Ile-de-France (PIF)

Spécialité de doctorat : Physique

Unité de recherche : Université Paris-Saclay, CNRS, Centre de Nanosciences et de  
Nanotechnologies, 91120, Palaiseau, France

Référent : Faculté des sciences d'Orsay

**Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 29 janvier 2021, par**

**Myriam BAILLY**

## Composition du Jury

**Sophie BOUCHOULE**

Directrice de Recherche, C2N (Paris-Saclay)

Présidente

**Philippe BOUCAUD**

Directeur de Recherche, CRHEA (Sophia Antipolis)

Rapporteur & Examineur

**Eric TOURNIE**

Professeur, Université de Montpellier

Rapporteur & Examineur

**Sara DUCCI**

Professeure, Université de Paris

Examinatrice

**Yoan LÉGER**

Chargé de Recherche, INSA (Rennes)

Examineur

**Isabelle SAGNES**

Directrice de Recherche, C2N (Paris-Saclay)

Directrice de thèse

**Arnaud GRISARD**

Ingénieur, TRT

Invité



## Remerciements

Ces travaux de thèse sont le fruit de nombreuses collaborations et n'auraient pas pu voir le jour sans la participation de nombreux acteurs que je tiens ici à remercier.

Merci à tous les membres de mon jury pour avoir accepté d'en faire partie, pour être allé au bout de mon manuscrit et pour la bienveillance dont ils ont fait preuve au cours de nos échanges pendant la soutenance. Merci également à mon garant technique Romain Demur qui a su faire face aux problèmes de réseau pour assurer avec brio le bon déroulement de ma soutenance !

J'adresse ensuite mes plus sincères remerciements à mes encadrants : Isabelle pour ton dynamisme qui a l'air de pouvoir déplacer des montagnes et qui a permis, entre autre, les résultats de dernière minute qui viennent superbement conclure ces trois années de thèse, travailler avec toi a été un réel plaisir ; Arnaud pour le suivi rigoureux de mon travail qui m'a permis de finir ma thèse dans les meilleures conditions malgré la situation un peu particulière de cette dernière année liée à la crise sanitaire, entre confinements et télétravail, et l'autonomie que tu m'as laissée dans les manips. Merci à vous deux pour la grande disponibilité et l'écoute dont vous avez toujours fait preuve au cours de ces trois années.

Merci à Pascale Nouchi, Loïc Morvan et Daniel Dolfi pour l'accueil à OTS et pour les nombreux coups de pouces, notamment pour la suite de la thèse. Merci également à Véronique Hauterre et Barbara Petit qui m'ont toujours aidée dans la bonne humeur pour l'organisation de missions et autres, et Brigitte Marchalot qui m'a également bien épaulée pour la préparation logistique de la soutenance.

Un grand merci à Sylvain Combré et Alfredo De Rossi pour la collaboration très fructueuse sur le thème OP-GaP. Merci d'avoir toujours pris le temps de manipuler et de discuter, j'ai énormément apprécié d'avoir pu travailler avec vous pendant cette dernière année de thèse !

Merci à Yves Gourdel pour les polissages des dernières plaques d'OP-GaP qui ont largement contribué à l'obtention des premiers résultats non-linéaires obtenus en dernière semaine, pour l'accueil dans son labo et pour nos nombreux échanges.

Merci à toute l'équipe du C2N qui a participé à l'élaboration des guides OP-GaP, de la définition du procédé de fabrication à l'observation MEB des échantillons en passant par de nombreux tests de fabrication : Grégoire Beaudoin, Konstantinos Pantzas, Abdelmounaim Harouri, Christophe Dupuis, Gilles Patriarche, Luc Le Gratiet, Fabrice Raineri.

Merci Ammar, Saïd et Rezki pour tous les supers résultats scientifiques obtenus au CORIA sur les guides OP-GaAs mais également pour votre bonne humeur constante. Je vous souhaite une bonne continuation et j'espère que vous verrez du supercontinuum dans les prochains échantillons !

Je remercie vivement Sébastien Février à XLIM pour toutes les simulations effectuées sur les guides OP-GaAs, parfois en demande de dernière minute, et pour sa sympathie.

Claire et Bruno, merci mille fois pour toutes les technos exigeantes que vous avez réalisées sur les échantillons OP-GaAs et bravo pour l'amélioration spectaculaire des flancs des guides. Merci également à Michel et Olivier. Enfin, merci Yannick de m'avoir appris à cliver mes échantillons mais également pour toutes nos conversations sportives !

Merci aux laboratoires OTS et MNP pour la bonne ambiance quotidienne. En particulier :

Merci François d'avoir toujours pris le temps de m'aider dans mes manips de SHG et les quelques essais de pompage à 2  $\mu\text{m}$  qu'on a faits sur mes guides et pour ta gentillesse de tous les jours.

Merci Eric pour ta disponibilité, tes nombreux conseils et ta relecture de mon manuscrit.

Merci Muriel de m'avoir appris à faire des soudures puis de m'avoir accueillie dans ton bureau, le meilleur du A0 !

Merci Dominique pour tous les sauvetages de fibres des lasers que j'ai pu utiliser.

Merci Aude pour ton implication sur le thème GaP (et pour les conversations sur les décors de Noël !)

Merci Vincent K. pour les discussions d'optique non-linéaire.

Merci Oriane pour ton écoute et pour tous les bons conseils que tu m'as prodigués à chaque fois que j'en avais besoin.

Merci Luc, Jérôme, Gilles et Romain de m'encourager à poursuivre ma vocation en pâtisserie.

Merci la team footing ! Stéphane, Christian, François, Jérôme, Romain, Vincent C., Vincent B., Perrine, je garderai un très bon souvenir de ces sorties.

Merci aux doctorants : Delphin, Vincent, Inès et Léa, mes camarades de promo ! Jérémie, Simone, Guillaume (mon premier coloc de bureau, avec qui j'ai découvert les talents insoupçonnés de Bio pour le « chant »), Maxime Delmulle, Benjamin qui nous ont rejoints en cours de route. Les petits derniers Pierre, Lothaire, Maxime Descampeaux. Un très grand merci à tous pour votre bonne humeur, votre soutien et pour tous les bons moments partagés à la pause café, autour d'une raclette et j'en passe. Je vous souhaite à tous une bonne continuation pour la suite !

Merci à mes parents qui m'ont toujours encouragée dans mes études, à mes frères qui m'ont appris la ténacité et à mes belles-sœurs, ma mamie, ma famille, Vincent et ses parents, qui m'ont toujours soutenue.



# Table des matières

|   |    |
|---|----|
| Remerciements .....   | 3  |
| Liste des acronymes .....   | 9  |
| Introduction .....  | 11 |
| Chapitre I - Préambule .....  | 17 |
| 1. Rappels d'optique non-linéaire .....   | 17 |
| i. Les différents types d'interactions non-linéaires du second ordre.....                           | 17 |
| ii. Le quasi-accord de phase .....  | 19 |
| iii. Rendement de conversion.....   | 21 |
| 2. Les matériaux non-linéaires .....  | 24 |
| i. Les différents types de cristaux .....   | 24 |
| ii. Propriétés des cristaux non-linéaires .....   | 24 |
| Conclusion du chapitre I.....   | 26 |
| Chapitre II - Guides d'onde GaAs pour la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge.... | 27 |
| 1. Structures préexistantes.....  | 27 |
| i. Etat de l'art.....   | 27 |
| ii. Précédents travaux à TRT .....  | 29 |
| iii. Spécifications.....  | 29 |
| 2. Définition de la structure des guides .....  | 30 |
| i. Indices utilisés .....   | 30 |
| ii. Choix de la géométrie des guides .....  | 31 |
| iii. Détermination des périodes de QAP .....  | 37 |
| 3. Calculs préliminaires.....   | 39 |
| i. Différence de vitesse de groupe .....  | 39 |
| ii. Seuil de dommage optique.....   | 40 |
| iii. Seuil OPG .....  | 40 |
| Conclusion du chapitre II .....   | 43 |
| Chapitre III - Fabrication et caractérisation des guides GaAs .....                                 | 45 |
| 1. Processus de fabrication.....  | 45 |
| i. Adhésion moléculaire.....  | 46 |
| ii. Amincissement .....   | 47 |

|  |     |
|--|-----|
| iii. Lithographie, gravure et reprise d'épitanie.....                  | 47  |
| iv. Résultats .....  | 48  |
| 2. Mesures de pertes.....  | 49  |
| i. Principe.....   | 49  |
| ii. Résultats et analyse .....   | 52  |
| 3. Expérience de SHG .....   | 55  |
| i. Calculs préliminaires.....  | 55  |
| ii. Montage expérimental .....   | 57  |
| iii. Comparaison des résultats avec la théorie .....                   | 58  |
| iv. Correction des indices effectifs .....                             | 61  |
| 4. Génération paramétrique dans les guides OP-GaAs.....                | 63  |
| Conclusion du chapitre III .....                                       | 66  |
| Chapitre IV - Guides d'onde OP-GaP pour le doublage de fréquence ..... | 67  |
| 1. État des lieux .....  | 67  |
| i. L'intérêt du GaP pour la somme de fréquence.....                    | 67  |
| ii. Les technologies proches.....                                      | 67  |
| iii. État de l'art OP-GaP .....  | 68  |
| iv. Outils à disposition .....   | 72  |
| 2. Obtention des guides de référence .....                             | 72  |
| i. Choix des matériaux .....   | 72  |
| ii. Cahier des charges.....  | 76  |
| iii. Choix des structures .....  | 76  |
| 3. Obtention des guides d'onde OP-GaP .....                            | 82  |
| i. Les différentes voies identifiées .....                             | 82  |
| ii. Calcul des périodes de QAP .....                                   | 83  |
| 4. Fabrication des guides et premiers résultats expérimentaux.....     | 84  |
| i. Adhésion moléculaire : difficultés potentielles et choix .....      | 84  |
| ii. Du substrat-germe au guide d'onde .....                            | 90  |
| iii. Premières caractérisations .....                                  | 98  |
| Conclusion du chapitre IV.....   | 113 |
| Conclusion générale .....  | 115 |
| Publications et communications .....                                   | 117 |
| Bibliographie .....  | 118 |

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| Tables des illustrations ..... | 125 |
| Table des tableaux .....       | 130 |

## Liste des acronymes

AR : antireflets

C2N : Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies

DFB : *Distributed Feedback Laser*, laser à rétroaction répartie

FTIR : *Fourier Transform InfraRed spectrometer*, spectromètre infrarouge à transformée de Fourier

HVPE : *Hydride Vapor Phase Epitaxy*, épitaxie en phase vapeur aux hydrures

ICP : *Inductively Coupled Plasma*, plasma à couplage inductif

IEMN : Institut d'Électronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie

MBE : *Molecular Beam Epitaxy*, épitaxie par jet moléculaire

MCT : Mercure Cadmium Tellure (HgCdTe)

MEB : Microscope Électronique à Balayage

MIR : Moyen InfraRouge

MOCVD : *Metal Organic Chemical Vapor Deposition*, dépôt en phase vapeur aux organométalliques

OPG : *Optical Parametric Generation*, génération paramétrique optique

OP-GaAs : *Orientation Patterned Gallium Arsenide*, arséniure de gallium à orientation périodique

OP-GaP : *Orientation Patterned Gallium Phosphide*, phosphure de gallium à orientation périodique

PM : *Polarization Maintaining*, à maintien de polarisation

OSA : *Optical Spectrum Analyzer*, analyseur de spectre optique

PPLN : *Periodically poled lithium niobate*, niobate de lithium périodiquement retourné

QAP : Quasi-accord de phase

QCL : *Quantum Cascade Laser*, laser à cascade quantique

RIE : *Reactive Ion Etching*, gravure par ions réactifs

SFG : *Sum Frequency Generation*, génération par somme de fréquence

SHG : *Second Harmonic Generation*, génération de second harmonique

STEM : *Scanning Transmission Electron Microscope*, microscope électronique en transmission à balayage

TEC : *Thermo-Electric Cooler*, refroidisseur thermo-électrique

TE : Transverse Électrique

TM : Transverse Magnétique

TPA : *Two Photon Absorption*, absorption à deux photons

TRT : Thales Research and Technology

## Introduction

Le moyen-infrarouge est une région du spectre électromagnétique qui est particulièrement intéressante en raison des trois fenêtres de transmission atmosphérique présentes entre 1,5-2,5  $\mu\text{m}$  (bande I), 3-5  $\mu\text{m}$  (bande II) et 8-12  $\mu\text{m}$  (bande III), mais également des raies d'absorption de nombreuses espèces chimiques. A titre d'exemple, la transmission de quatre principaux gaz à effet de serre est donnée Figure I- 1.

De nombreuses applications nécessitent des sources laser émettant dans l'infrarouge : la spectroscopie avec la détection de polluants (lidars atmosphériques), la sécurité et en particulier les contre-mesures optiques, la médecine pour l'imagerie de tissus et la chirurgie, etc. Chaque application a ses besoins spécifiques. Par exemple, les applications de défense peuvent se satisfaire de sources lasers de faible accordabilité mais ont des contraintes plus strictes en termes de puissance et de compacité, tandis que la spectroscopie in situ requiert des sources compactes, accordables et parfois de faible largeur de raie, mais sans conditions critiques sur la puissance de sortie.

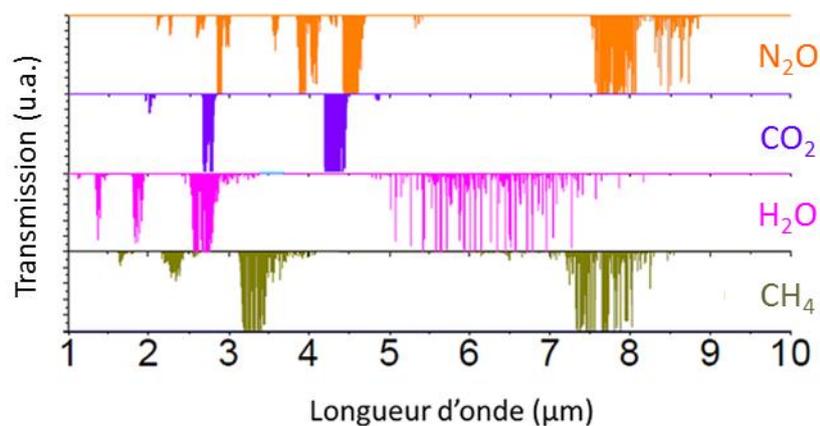


Figure I- 1 : Raies d'absorption des principaux gaz à effet de serre

Pour répondre à ces différents besoins, de nombreux lasers ont donc été développés, chacun présentant ses avantages et ses limites :

- Les lasers à gaz ( $\text{CO}_2$ , CO) délivrent des puissances importantes mais sont faiblement accordables en longueur d'onde et sont plutôt encombrants. Ils fonctionnent pour la plupart en continu (CW pour continuous wave).

- Les QCL (Quantum Cascade Laser, laser à cascade quantique) sont des lasers à semi-conducteurs. Ils permettent un fonctionnement à température ambiante et couvrent une plage spectrale plus large que les lasers à gaz mais leur accordabilité reste toutefois limitée ainsi que leur puissance de sortie. Ils ont un fonctionnement CW ou quasi-CW.

- Les lasers fibrés dopés aux terres rares (erbium, holmium, thulium) permettent d'atteindre des puissances crêtes et CW importantes mais sont limités à des longueurs d'onde inférieures à 3  $\mu\text{m}$ . Quant aux autres lasers à état solide, leur couverture spectrale reste également limitée.

Toutes ces sources émettent directement des photons infrarouges à partir d'un dispositif de pompage unique. Les sources paramétriques, quant à elles, reposent sur la conversion d'un laser de pompage externe, de longueur d'onde typiquement inférieure ou égale à 2  $\mu\text{m}$ , vers de plus grandes longueurs d'onde dans des cristaux non-linéaires par non-linéarité d'ordre 2. La condition d'accord de phase est réalisée par biréfringence ou par quasi-accord de phase (QAP) quand il est possible de réaliser une modulation artificielle du coefficient non-linéaire avec la bonne périodicité spatiale. Les sources paramétriques ont l'avantage d'être accordables sur plusieurs micromètres, voire plus de 10  $\mu\text{m}$  selon le cristal utilisé, et peuvent être adaptées à plusieurs applications. Elles peuvent être pulsées ou CW. Mais leur mise en œuvre peut s'avérer coûteuse en termes de pompage.

La Figure I- 2 présente la couverture spectrale entre 2 et 12  $\mu\text{m}$  des sources infrarouges précédemment citées [1].

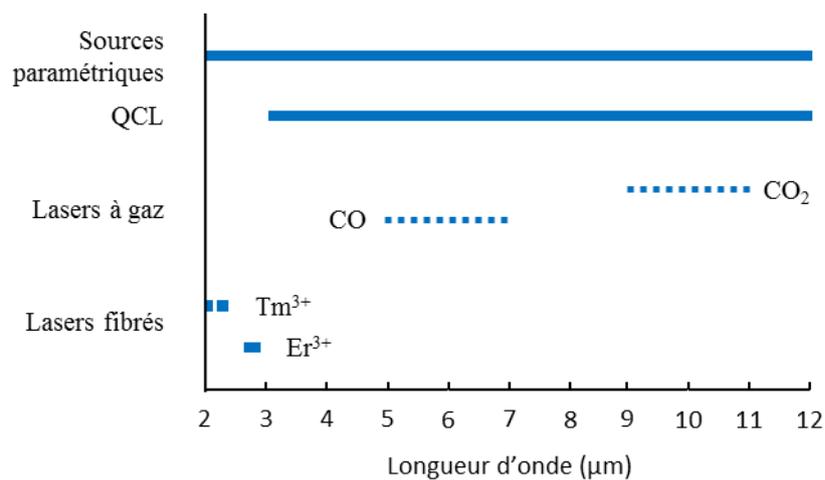


Figure I- 2 : Couverture spectrale de sources infrarouges [1]

Il apparaît ainsi opportun de poursuivre la recherche de techniques qui offrent à la fois de larges gammes spectrales et un bilan favorable en termes de compacité et de coût.

En parallèle au développement de sources laser, la détection progresse également, mais à un rythme bien moindre lorsqu'il s'agit de grandes longueurs d'onde. C'est cette fois la conversion de fréquences de signaux infrarouges vers de plus courtes longueurs d'onde qui peut permettre de tirer profit des excellentes performances des détecteurs actuels dans le visible ou le proche infrarouge.

Les récents développements de matériaux optiques non-linéaires à forte susceptibilité du second ordre, obtenus en structurant spatialement l'orientation cristalline de semiconducteurs III-V de façon périodique, ouvrent de telles perspectives. Ils sont propices à des conversions de longueur d'onde variées et efficaces en régime de quasi-accord de phase. Ils ont donné lieu à de nombreuses démonstrations au moyen de faisceaux en propagation libre mais les configurations guidées restent encore largement inexplorées.

Des guides d'onde réalisés avec de faibles pertes sur de telles plateformes promettent ainsi non seulement d'importants progrès dans la génération et la détection efficaces de photons infrarouges mais ouvrent également la voie vers l'intégration de diverses fonctions de conversion de fréquence dans la chaîne de valeur de la photonique sur composants III-V ou sur silicium qui connaît

actuellement un très fort développement. De tels guides constituent ainsi le cœur de cette thèse au travers des deux volets suivants.

### 1<sup>er</sup> volet : Génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge

Beaucoup d'efforts sont mis en œuvre dans le développement de nouvelles sources infrarouges. Nous nous intéressons plus particulièrement à la génération de spectres larges (SCG, SuperContinuum Generation). C'est un élargissement d'une onde de pompe par passage dans un milieu non-linéaire. Différents processus interviennent dans l'élargissement du spectre. Dans les matériaux qui ne sont pas à quasi-accord de phase (QAP), ce sont des effets du troisième ordre par  $\chi^{(3)}$  (automodulation de phase, décalage Raman stimulé, mélange à quatre ondes). Ces phénomènes sont exploités notamment dans les fibres optiques [2] mais également avec d'autres matériaux pour lesquels le QAP n'est pas facilement ou pas du tout réalisable [3]. Les premières applications de conversion pour l'imagerie et la spectroscopie ont été démontrées dans des fibres [4, 5, 6]. Comparativement, les développements de SCG dans des cristaux non-linéaires sont plus modestes. Les premières démonstrations dans l'infrarouge ont été faites dans des cristaux semiconducteurs ou diélectriques massifs [7]. Depuis, on trouve des résultats de SCG guidée qui permettraient l'intégration de sources compactes sur puce. La première plateforme à avoir été développée est le silicium sur isolant (SOI, silicon-on-insulator), où des structures en Si sont fabriquées sur des substrats  $\text{SiO}_2 / \text{Si}$  [8, 9] pour la génération autour de la bande télécom. Mais l'élargissement du spectre est limité par l'absorption de la silice à environ  $3,5 \mu\text{m}$ . Pour étendre la génération vers de plus grandes longueurs d'onde, d'autres matériaux comme les verres de chalcogénure et le germanium ont été utilisés pour des démonstrations préliminaires [10, 11]. Les calculs effectués montraient un potentiel de génération entre 2 et  $12 \mu\text{m}$  dans des guides d'onde de longueur inférieure à 1 cm, pour des impulsions de pompe de l'ordre de la centaine de femtoseconde et du kilowatt de puissance crête dans le moyen infrarouge. Des démonstrations expérimentales ont suivi [12, 13], permettant d'étendre le spectre jusqu'à  $8,5 \mu\text{m}$  pour la plateforme Ge et  $10 \mu\text{m}$  dans les verres de chalcogénure.

Tous ces travaux sont effectués dans des guides sans QAP, ce qui sort du cadre de cette thèse. Des guides à QAP ont été démontrés depuis plusieurs années dans des matériaux ferroélectriques comme le niobate de lithium à polarisation spontanée périodiquement retournée (PPLN, pour Periodically Poled Lithium Niobate) [14, 15]. Toutefois, la limite d'absorption de ces oxydes dépasse rarement  $4 \mu\text{m}$ . On ne trouve en revanche que très peu de références concernant des guides à QAP réalisés dans des semiconducteurs à orientation périodique (OP pour Orientation-Patterned). On connaît pourtant une propriété particulièrement intéressante liée à la dispersion de l'indice de réfraction dans ces matériaux. Dans l'arséniure de gallium (GaAs) pompé autour de  $3 \mu\text{m}$ , on peut ainsi obtenir une émission sur une très large gamme de longueur d'onde par effet non-linéaire du second ordre pour certaines périodes de QAP. Un exemple est donné pour une longueur d'onde de pompe à  $3,25 \mu\text{m}$  dans du GaAs massif Figure I- 3, où on voit l'effet paramétrique de « découpe » d'un photon de pompe à  $\omega_p$  en un photon signal à  $\omega_s$  et un photon complémentaire à  $\omega_c$ .

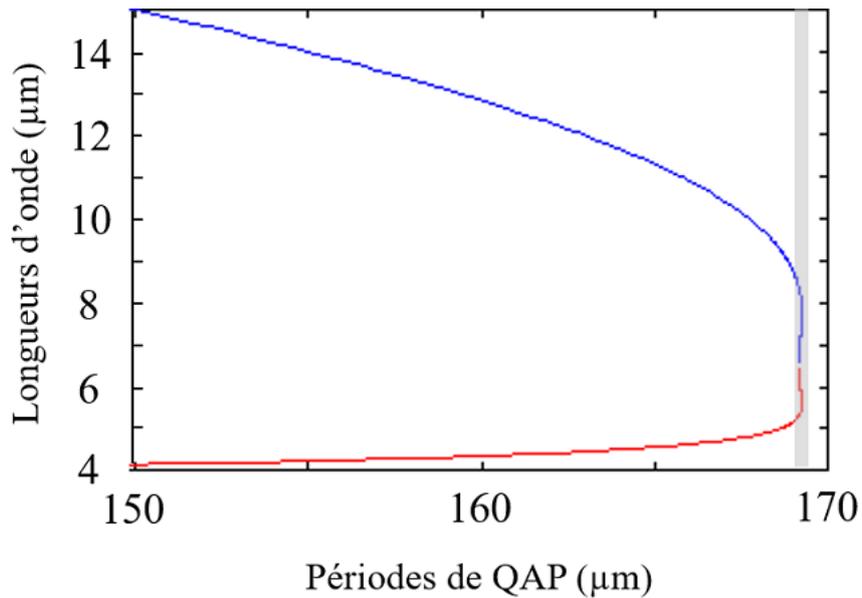


Figure I- 3 : Courbe de QAP dans du GaAs massif pompé à 3,25  $\mu\text{m}$

On constate que pour des périodes de QAP inférieures à 169  $\mu\text{m}$ , deux photons distincts sont générés. En revanche, pour une période de QAP autour de 169  $\mu\text{m}$  (bande grise sur la Figure I- 3), plusieurs longueurs d'onde peuvent être générées en même temps formant alors un continuum.

D'autre part, on remarque que ces conditions correspondent à un pompage proche de la longueur d'onde du zéro de dispersion divisée par 2. Or, une condition privilégiée pour générer un supercontinuum dans un matériau à forte susceptibilité d'ordre 3 est que la pompe soit proche de ce zéro de dispersion. Pour le GaAs, il se situe autour de 6  $\mu\text{m}$ . L'idée est donc d'utiliser l'ordre 2 pour passer de 3 à 6  $\mu\text{m}$  puis de profiter des propriétés d'élargissement spectral par effets  $\chi^{(3)}$  en cascade. La première étape, sur laquelle se focalise ce manuscrit, sera de réussir la conversion de 3 vers 6  $\mu\text{m}$  par effet  $\chi^{(2)}$ . Le GaAs possède un coefficient non-linéaire au second ordre élevé et dispose par ailleurs de méthodes de fabrication matures pour l'obtention de guides d'onde.

On trouve dans la littérature deux articles de génération de spectres larges dans des cristaux de GaAs massifs [16, 17]. Le premier utilise un cristal sans QAP pompé par un laser  $\text{CO}_2$  picoseconde à 10,6  $\mu\text{m}$ . Un spectre s'étendant de 2 à 20  $\mu\text{m}$  a été observé dans un cristal de 67 mm. Le deuxième article rapporte de l'OPG dans un cristal d'OP-GaAs de 17,5 mm de long et de 166,6  $\mu\text{m}$  de période de QAP. La pompe utilisée est accordable entre 3,1 et 3,3  $\mu\text{m}$  et délivre des impulsions picoseconde pouvant aller jusqu'à 2  $\mu\text{J}$  en énergie. L'efficacité de conversion maximale est de 15%. La Figure I- 4 montre le spectre observé en sortie d'échantillon pour une puissance injectée de 1,4  $\mu\text{J}$  à 3,28  $\mu\text{m}$ . Le spectre s'étend sur plus d'une octave, de 4,5  $\mu\text{m}$  à 10,7  $\mu\text{m}$  (mesuré à 20 dB du maximum).

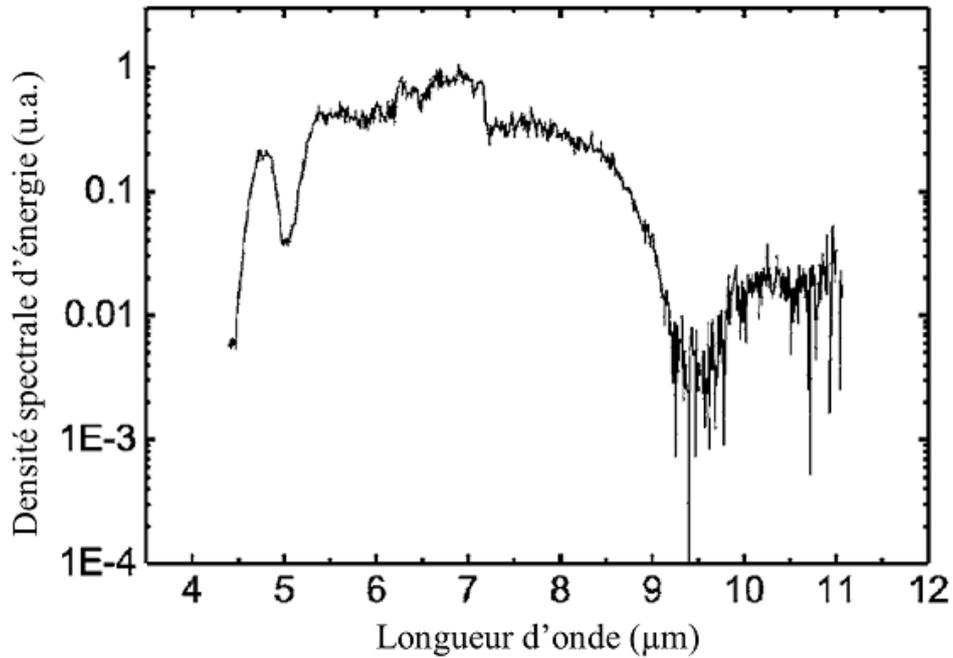


Figure I- 4 : Spectre en sortie du cristal d'OP-GaAs dans [17]

#### 2<sup>ème</sup> volet : Doublage de fréquence de l'infrarouge vers le visible

De leur côté, les détecteurs infrarouges ont connu des développements et améliorations au cours du temps, mais ils manquent de sensibilité et possèdent globalement de moins bonnes performances que les détecteurs silicium utilisés dans le visible. C'est pourquoi la possibilité d'utiliser ces derniers en convertissant les signaux infrarouges se développe en parallèle. La détection par somme de fréquence est utilisée pour convertir l'énergie d'un signal incident faible, généralement dans la bande télécom, vers le visible grâce à un laser de pompe (voir Figure I- 5). Une des premières expériences de somme de fréquence [18], réalisée dans un cristal de niobate de lithium, a permis la conversion d'un laser à 1,7  $\mu\text{m}$  vers le visible avec néanmoins une efficacité limitée. L'avènement des matériaux à QAP a permis un regain d'intérêt considérable pour ces applications. Des expériences de détection de photons uniques à 1,5  $\mu\text{m}$  sur photodiode silicium ont été menées, d'abord dans des cristaux massifs [19] puis dans des guides d'onde en PPLN [20]. Les applications LIDAR dans la bande télécom ont pu être démontrées pour la détection d'aérosols et la mesure du vent sur une portée de plusieurs kilomètres par conversion dans des guides d'onde en PPLN [21]. Plus loin dans l'infrarouge, TRT a démontré la somme de fréquence entre un laser signal à 10,6  $\mu\text{m}$  et un laser de pompe à 2  $\mu\text{m}$  dans un cristal massif d'OP-GaAs et sa détection à 1,7  $\mu\text{m}$  [22]. Ces travaux s'inscrivent plus largement dans le cadre d'une thèse sur l'imagerie infrarouge pour la détection [23].

L'OP-GaP en configuration guidée n'est pas encore exploité pour ces applications. Par rapport aux guides réalisés dans du PPLN qui sont actuellement utilisés pour la conversion de l'infrarouge vers le visible, le GaP permettrait un rendement plus élevé, une couverture plus étendue de l'infrarouge ainsi que l'intégration des composants sur silicium pour la photonique intégrée.

L'objectif commun aux deux volets de ce manuscrit est de développer des guides d'onde à quasi-accord de phase en matériaux semiconducteurs pour la conversion de fréquence dans l'infrarouge. D'une part, nous visons la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge par  $\chi^{(2)}$  dans des guides d'onde OP-GaAs adaptés à un pompage fibré autour de 3  $\mu\text{m}$  présentant peu de pertes à la propagation. D'autre part, nous souhaitons établir un procédé de fabrication de guides d'onde OP-GaP pour la conversion de fréquence de l'infrarouge vers le visible. La fabrication de ce matériau OP n'est pas encore parfaitement maîtrisée, nous serons confrontés à plusieurs verrous, dont la qualité du matériau épitaxié qui peut augmenter les pertes et ainsi dégrader les performances des composants.

Le chapitre I permet de présenter les notions liées à la conversion de fréquence en régime de QAP et aux propriétés des matériaux étudiés. Il permet la justification des choix effectués pour les applications visées, la génération de spectres larges MIR et le doublage de fréquence pour des longueurs d'onde dans la bande télécom.

Le chapitre II présente une revue de l'état de l'art des guides d'onde OP-GaAs puis détaille les raisonnements faits pour la conception de nos guides d'onde au niveau de leur géométrie et des périodes de QAP. Des calculs préliminaires sont présentés en prévision des expériences afin de définir les conditions de pompage les plus favorables.

Le chapitre III développe d'abord le procédé de fabrication des guides OP-GaAs et les observations effectuées sur les premiers échantillons. Puis il aborde la partie expérimentale du premier volet de la thèse avec une caractérisation des pertes dans le moyen-infrarouge et une expérience de génération de second harmonique à 10  $\mu\text{m}$ . Cette dernière permet d'affiner le calcul des périodes de quasi-accord de phase pour une seconde génération de composants. De la génération paramétrique a enfin pu être observée sur les premiers échantillons grâce à une source accordable autour de 3  $\mu\text{m}$ .

Dans le chapitre IV, après un bref état des lieux des différentes technologies utilisant le GaP, nous présentons les différentes structures identifiées pour l'obtention de l'inversion d'orientation. Les choix de conception sont ensuite justifiés. Puis les développements explorés pour la fabrication de guides d'onde OP-GaP sont présentés jusqu'à l'obtention des premiers composants. Les premières caractérisations de guides de référence et de guides à orientation périodique sont présentées dans une dernière partie, ainsi que les évolutions d'étapes clés de fabrication.

# Chapitre I - Préambule

Ce chapitre introduit les différentes notions d'optique non-linéaire mises en jeu dans les applications identifiées ainsi que les enjeux des deux volets de la thèse. Une attention particulière est portée à la conversion de fréquence en régime de quasi-accord de phase. La motivation des choix des matériaux semiconducteurs sera également mise en avant. Les spécificités de la configuration guidée seront abordées dans le chapitre suivant.

## 1. Rappels d'optique non-linéaire

Une onde électromagnétique traversant un milieu  $\gamma$  génère une polarisation diélectrique. En optique linéaire, cette polarisation induite est proportionnelle à l'amplitude du champ électrique de cette onde :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi^{(1)} \vec{E} \quad \text{Éq I. 1}$$

$\varepsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide et  $\chi^{(1)}$  la susceptibilité linéaire du milieu considéré. Pour un champ intense, cette relation de proportionnalité n'est plus valable. On entre dans le cadre de l'optique non-linéaire, la polarisation se développe alors en puissance du champ électrique :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi^{(1)} \vec{E} + \varepsilon_0 \chi^{(2)} \vec{E}^2 + \varepsilon_0 \chi^{(3)} \vec{E}^3 + \dots \quad \text{Éq I. 2}$$

Les termes  $\chi^{(i)}$  sont les susceptibilités non-linéaires d'ordre  $i$  du milieu considéré. On peut évidemment poursuivre le développement aux ordres supérieurs mais on s'intéressera ici uniquement aux interactions d'ordre 2. Ces réponses non-linéaires vont permettre l'apparition de processus non-linéaires, dont la génération de nouvelles fréquences. Un aperçu non exhaustif de phénomènes d'ordre 2 est donné dans le paragraphe suivant. On peut noter que tous les matériaux n'ont pas de  $\chi^{(2)}$ , il n'existe que pour les matériaux non-centrosymétriques.

### i. Les différents types d'interactions non-linéaires du second ordre

Dans ce manuscrit, nous allons parler de plusieurs phénomènes d'ordre deux que nous définissons ici. Ces processus reposent sur les propriétés du  $\chi^{(2)}$  et font intervenir trois ondes. Ils se font en simple passage dans le cristal non-linéaire. On distingue :

- La somme de fréquence ou **SFG**, pour sum frequency generation. Deux photons de fréquences différentes se combinent pour donner un photon dont la fréquence est égale à la somme des fréquences des deux photons incidents.
- La génération de second harmonique ou **SHG**, pour second harmonic generation. Deux photons de même fréquence se combinent pour former un photon de fréquence double, on parle également de « doublage de fréquence ». C'est un cas particulier de la SFG où  $\omega_1 = \omega_2$ .
- La génération paramétrique optique ou **OPG**, optical parametric generation. Un photon se scinde en deux photons de fréquences plus faibles dont la somme est égale à la fréquence du photon incident.

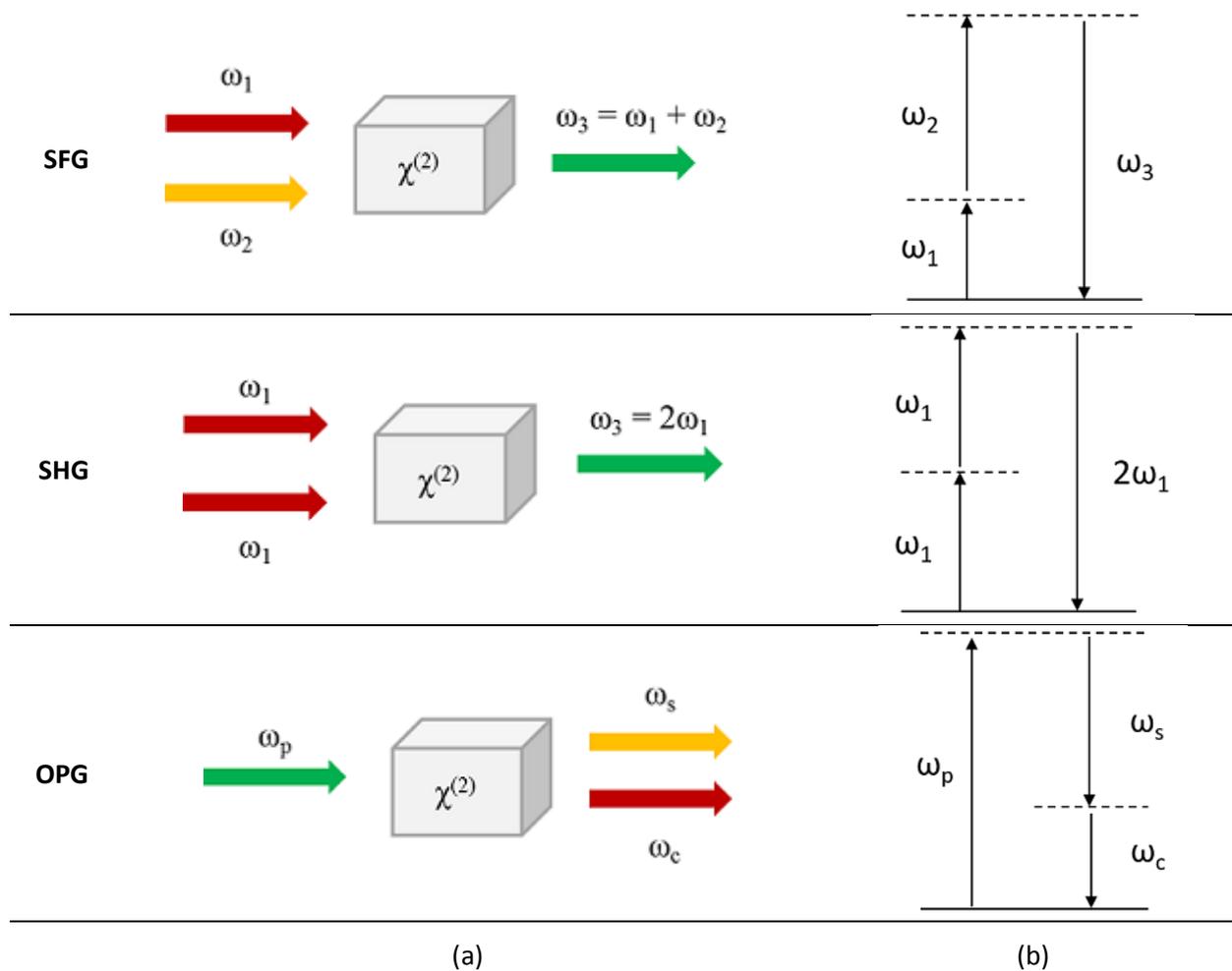


Figure I- 5 : (a) Schémas de SFG, SHG et OPG et (b) diagrammes des niveaux d'énergie correspondants

Dans le cas de l'OPG, nous introduisons les notations p, s et c qui désignent les ondes pompe, signal et complémentaire respectivement. On a l'équivalence avec les notations précédentes :  $p \leftrightarrow 3$ ,  $s \leftrightarrow 2$  et  $c \leftrightarrow 1$ .

Dans tous ces cas, les ondes respectent le principe de conservation de l'énergie :

$$\omega_3 = \omega_2 + \omega_1 \quad \text{Éq I. 3}$$

On prend la convention  $\omega_3 > \omega_2 \geq \omega_1$ , ou son équivalent  $\lambda_3 < \lambda_2 \leq \lambda_1$ .

Ces trois ondes doivent également être en accord de phase pour que leurs interactions soient constructives :

$$\vec{k}_3 = \vec{k}_2 + \vec{k}_1 \quad \text{Éq I. 4}$$

$$k = \frac{2\pi n}{\lambda} \quad \text{Éq I. 5}$$

$k$  est le vecteur d'onde et  $n$  l'indice de réfraction associé à la longueur d'onde considérée.

Cette condition d'accord de phase n'est pas forcément respectée du fait de la dispersion de l'indice de réfraction. Les phases des trois ondes vont se décaler au fur et à mesure de leur propagation. On

définit la longueur de cohérence  $l_c$  comme la longueur de propagation après laquelle les phases des ondes seront déphasées de  $\pi$ . L'interaction entre ces ondes sera donc constructive jusqu'à  $l_c$  puis destructive jusqu'à  $2 l_c$  et ainsi de suite (courbe rouge Figure I- 6). Il s'agit donc de remettre périodiquement les ondes en phase, via une technique appelée le quasi-accord de phase (QAP).

## ii. Le quasi-accord de phase

Le quasi-accord de phase (QAP) consiste à introduire un déphasage de  $\pi$  à chaque longueur de cohérence pour compenser le déphasage accumulé. La différence de phase est donc réinitialisée à  $0[2\pi]$  et les interactions sont constructives sur toute la longueur du cristal (courbe verte Figure I- 6). Ce déphasage s'effectue en inversant le signe de la susceptibilité non-linéaire.

On note la période de QAP  $\Lambda=2l_c$ . Dans le cas d'ondes colinéaires, on a :

$$k_3 = k_2 + k_1 + \frac{2\pi m}{\Lambda} \quad \text{Éq I. 6}$$

$m$  est l'ordre du QAP. Sur la Figure I- 6,  $m=1$  : le déphasage est effectué à chaque  $l_c$ . Mais on peut aussi faire du QAP d'ordre supérieur en inversant le signe du  $\chi^{(2)}$  tous les  $m.l_c$  ( $m$  étant impair). La puissance harmonique sera d'autant plus élevée que l'ordre de QAP est faible.

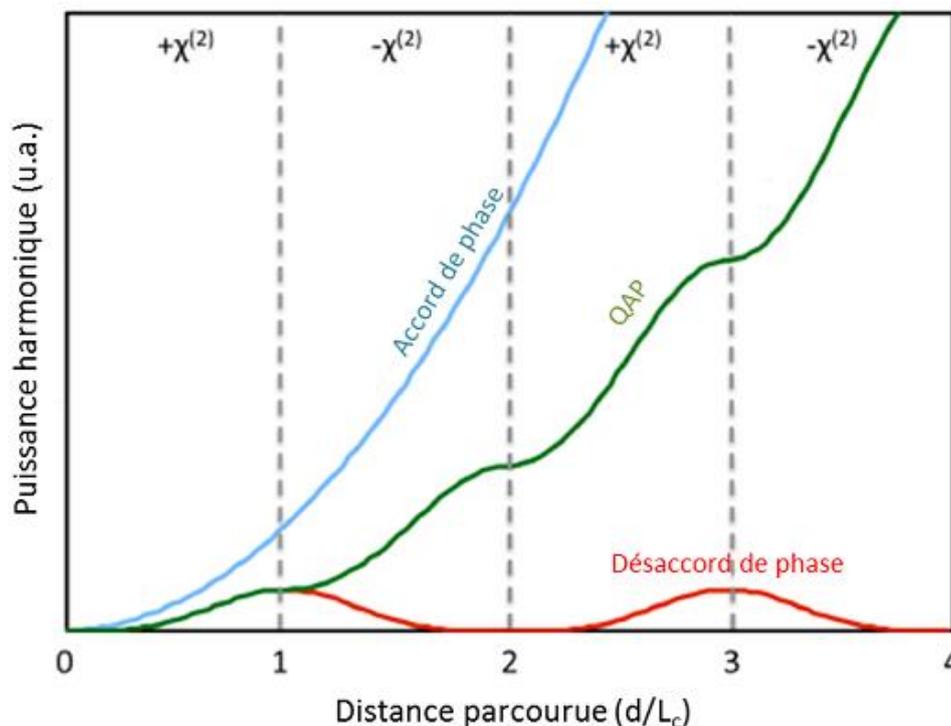


Figure I- 6 : Puissance harmonique générée dans l'exemple de la SHG le long d'un cristal dans les cas de désaccord de phase (courbe rouge), de quasi-accord de phase d'ordre 1 (courbe verte) et d'accord de phase parfait (courbe bleue)

Dans les matériaux semiconducteurs qui nous intéressent, l'inversion du signe du  $\chi^{(2)}$  s'effectue en inversant l'orientation cristallographique du matériau. Les techniques d'obtention de cette inversion ont beaucoup évolué au cours du temps. Les premières expériences non-linéaires utilisaient un ensemble de lames, une sur deux étant retournée, inclinées à l'angle de Brewster pour réduire les

pertes par réflexion, comme représenté sur la Figure I- 7 [24]. Le doublage de fréquence d'un laser CO<sub>2</sub> requerrait des lames de 100 μm d'épaisseur environ. L'alignement des lames était néanmoins critique, les pertes en dépendant directement ; cette méthode était limitée par l'épaisseur des lames manipulables ainsi que par la longueur d'interaction et donc par le rendement de conversion.

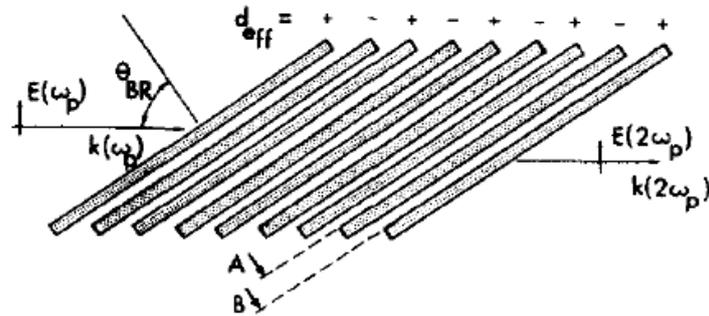


Figure I- 7 : Empilement de lames à orientation alternée sous incidence de Brewster selon [24]

Ensuite, des cristaux massifs ont été obtenus en collant des lames [25], ce qui a permis d'en empiler plus et ainsi d'augmenter la longueur du cristal, sans pour autant donner entière liberté sur ces paramètres. Le doublage de fréquence du laser CO<sub>2</sub> montrait néanmoins une efficacité de conversion plus élevée que le montage précédemment évoqué.

Enfin, la mise en place de procédés pleine plaque a permis la fabrication épitaxiale de cristaux massifs à orientation périodique à la fin des années 90 [26, 27]. Cette méthode consiste à faire croître une couche de matériau non-polaire (en gris sur la Figure I- 8) sur un substrat de GaAs. En contrôlant ses paramètres de croissance, la couche de GaAs recrûe par-dessus aura une orientation inversée par rapport au substrat :

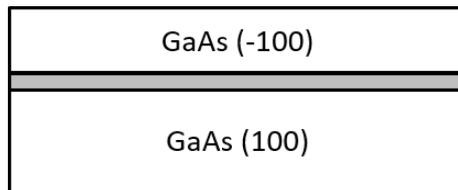


Figure I- 8 : Obtention épitaxiale de l'inversion cristallographique

Les axes (100) et (-100) repèrent l'orientation de la maille du cristal. L'étape suivante consiste à graver des réseaux dont le pas correspond à la période de QAP, ce qui va donner une alternance de domaines orientés (100) et (-100) comme représenté sur la Figure I- 9. La reprise de croissance du GaAs conserve l'orientation du matériau et le cristal finalement obtenu est à orientation périodique (OP).

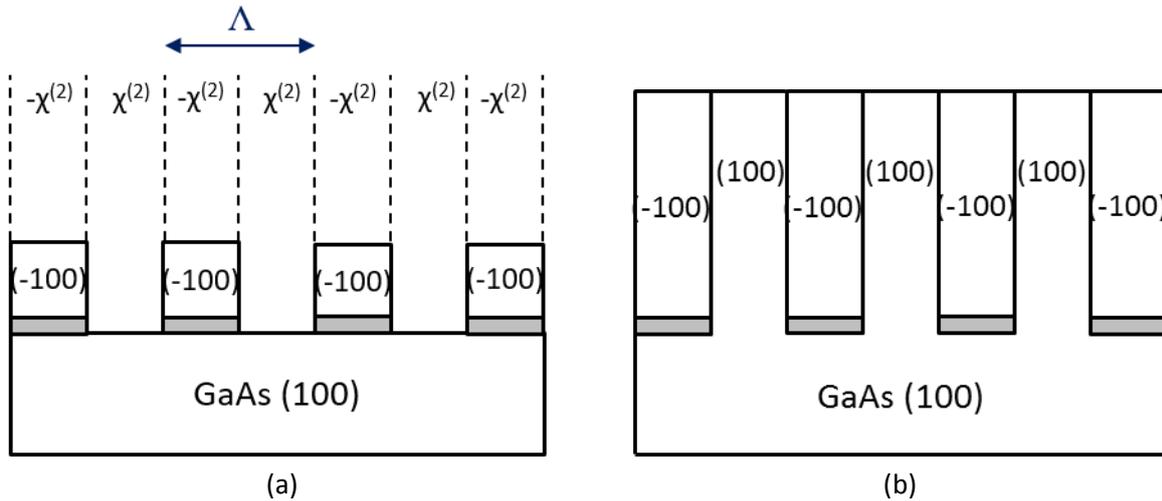


Figure I- 9 : Obtention de l'inversion périodique du signe du coefficient non-linéaire d'ordre 2 : après gravure des réseaux de QAP (a) et après reprise de croissance (b)

Une autre technique consiste à coller deux substrats de GaAs « tête-bêche » par adhésion moléculaire [28] :

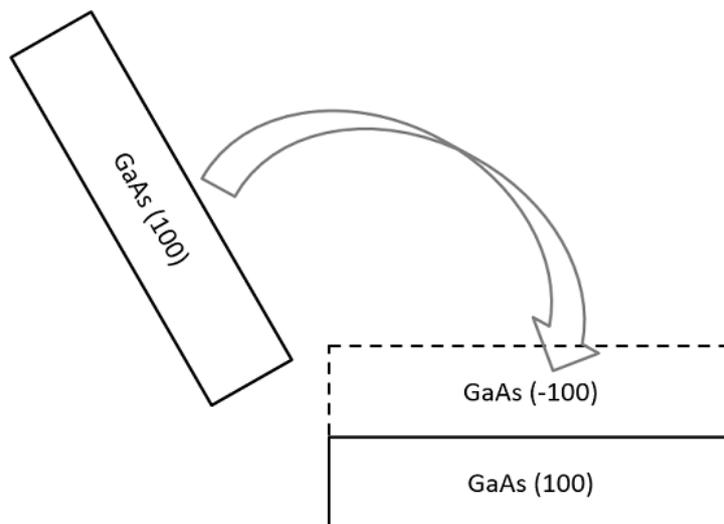


Figure I- 10 : Obtention de l'inversion d'orientation par adhésion moléculaire

Cette méthode sera plus détaillée dans le chapitre III. Les étapes de fabrication qui suivent sont également la gravure du réseau à orientation alternée et la reprise de croissance.

Ces méthodes plus récentes d'inversion d'orientation cristallographique permettent entre autres une fabrication à plus grande échelle.

### iii. Rendement de conversion

On va ici déterminer les grandeurs qui jouent sur le rendement de conversion.

Pour simplifier les calculs et fixer les idées, on se place dans le cas de la SHG. On considère que seules l'onde fondamentale à la fréquence  $\omega$  et le signal de second harmonique à  $2\omega$  se propagent.

On part de l'équation de propagation :

$$\Delta \vec{E} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} + \mu_0 \frac{\partial^2 \vec{P}}{\partial t^2} \quad \text{Éq I. 7}$$

Où  $c$  est la vitesse de la lumière dans le vide,  $\mu_0$  est la perméabilité du vide et  $\vec{P} = \vec{P}^{(1)} + \vec{P}^{(2)}$ .

On considère des ondes planes se propageant selon un axe  $z$ . On se place dans l'approximation des enveloppes lentement variables et on néglige l'absorption sur les deux ondes. On introduit la grandeur

$$d_{eff} = \frac{2}{\pi} d \quad \text{Éq I. 8}$$

Avec

$$d = \frac{\chi^{(2)}}{2} \quad \text{Éq I. 9}$$

A partir de l'Éq I. 7, on obtient :

$$\frac{\partial E_{2\omega}}{\partial z} = \frac{i(2\omega)^2}{k_{2\omega} c^2} d_{eff} E_{\omega} E_{\omega}^* e^{-i\Delta k z} \quad \text{Éq I. 10}$$

Avec

$$\Delta k = 2k_{\omega} - k_{2\omega} - \frac{2\pi}{\Lambda} \quad \text{Éq I. 11}$$

On se place dans l'approximation des régimes faibles. On peut intégrer l'expression précédente sur la longueur  $l$  du cristal et l'exprimer comme une intensité :

$$I_{2\omega} = \frac{1}{2} \varepsilon_0 n_{2\omega} c |E_{2\omega}|^2 \quad \text{Éq I. 12}$$

d'où

$$I_{2\omega} = \frac{2\omega^2 d_{eff}^2}{\varepsilon_0 c^3 n_{\omega}^2 n_{2\omega}} \text{sinc}^2 \left( \frac{\Delta k l}{2} \right) l^2 I_{\omega}^2 \quad \text{Éq I. 13}$$

On exprime donc le rendement de conversion comme suit.

$$\eta = \frac{P_{2\omega}}{P_{\omega}} = \frac{2\omega^2 d_{eff}^2}{\varepsilon_0 c^3 n_{\omega}^2 n_{2\omega}} \text{sinc}^2 \left( \frac{\Delta k l}{2} \right) \frac{l^2}{A_{eff}} P_{\omega} \quad \text{Éq I. 14}$$

Nous retiendrons que le rendement de conversion prend la forme d'un sinus cardinal au carré. La fonction en question est représentée Figure I- 11. Le maximum de la fonction à  $\Delta k l / 2 = 0$  correspond à un accord de phase exact, c'est-à-dire  $\Delta k = 0$ . Plus la période de QAP utilisée est différente de la théorie, plus le rendement va diminuer, avec des rebonds au niveau des pics secondaires de part et d'autre du pic principal.

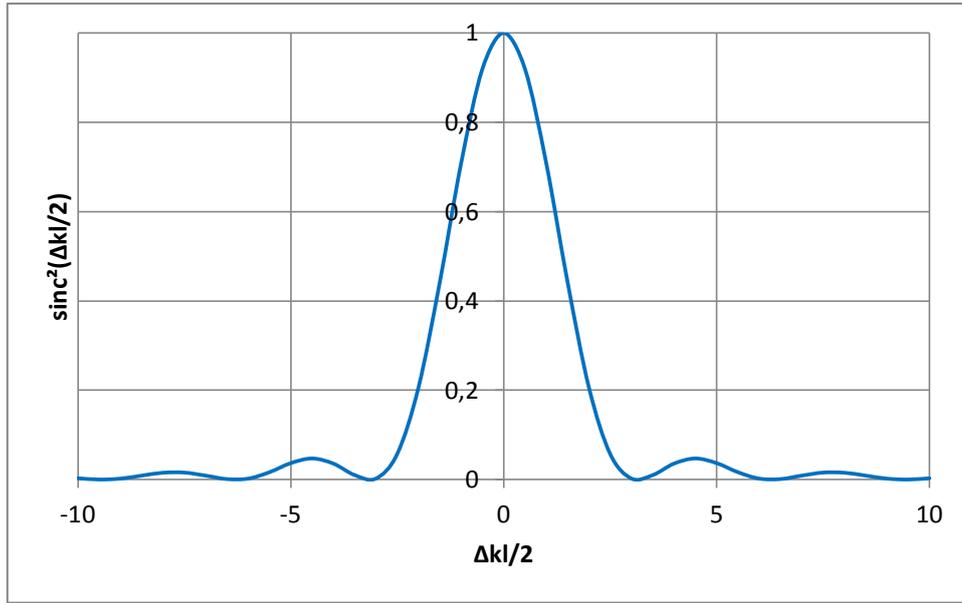


Figure I- 11 : Tracé de la fonction sinus cardinal au carré

L'Éq I. 14 fait apparaître la dépendance du rendement de conversion de plusieurs paramètres expérimentaux, comme la puissance injectée  $P_\omega$ , la longueur du cristal  $l$ , l'aire effective de l'interaction  $A_{\text{eff}}$ . Sur ce dernier point, on voit que plus l'aire est petite, plus la conversion sera efficace. C'est ici qu'apparaît l'intérêt de travailler en configuration guidée. A puissance d'entrée équivalente, l'efficacité de conversion sera plus facilement importante dans un guide d'onde que dans un cristal massif. L'autre avantage de travailler en configuration guidée est que le rendement dépend du carré de la longueur de l'échantillon alors qu'en configuration massive, cette dépendance est linéaire. En effet, le rendement en configuration massive est maximisé pour une pompe focalisée dans un cristal dont la longueur est deux fois la longueur de Rayleigh  $Z_R$ , où  $\omega_0$  est le waist du faisceau :

$$Z_R = \frac{\pi\omega_0^2 n_\omega}{\lambda} \quad \text{Éq I. 15}$$

Après avoir exprimé  $l$  et  $A_{\text{eff}}$  en fonction de  $\omega_0$ , l'efficacité de conversion dans un cristal massif s'exprime donc de la façon suivante :

$$\eta = \frac{P_{2\omega}}{P_\omega} = \frac{2\omega^2 d_{\text{eff}}^2}{\varepsilon_0 c^3 n_\omega^2 n_{2\omega}} \text{sinc}^2\left(\frac{\Delta kl}{2}\right) \frac{2n_\omega l}{\lambda} P_\omega \quad \text{Éq I. 16}$$

Le rendement établi Éq I. 14 ne tient néanmoins pas compte des pertes à la propagation qui sont en général plus faibles en configuration massive. C'est pourquoi on attachera une importance particulière à la réduction des pertes dans la fabrication de structures guidantes.

On peut également voir que le rendement de conversion dépend du paramètre  $d_{\text{eff}}$  qui est intrinsèque au matériau utilisé. Le choix du matériau est donc également crucial pour maximiser le rendement de conversion, et c'est ce que nous allons détailler dans la partie suivante.

## 2. Les matériaux non-linéaires

Depuis le début de l'optique non-linéaire, plusieurs matériaux ont été développés pour la conversion de fréquence. Le but de ce paragraphe est de les passer brièvement en revue, de présenter leurs caractéristiques ainsi que les critères sur lesquels reposent leur choix selon l'application et les performances visées.

### i. Les différents types de cristaux

On distingue deux grandes catégories de matériaux non-linéaires, les oxydes ferroélectriques ( $\text{LiNbO}_3$ ,  $\text{LiTaO}_3$ ,  $\text{KTiOPO}_4$  ...) et les semiconducteurs ( $\text{CdSiP}_2$ ,  $\text{ZnGeP}_2$ ,  $\text{AGSe}$ ,  $\text{GaN}$ ,  $\text{GaP}$ ,  $\text{GaAs}$  etc). Cette deuxième catégorie peut elle-même être divisée en sous-catégories regroupant les semiconducteurs de type chalcopyrite, les semiconducteurs III-V ou II-VI ...

Historiquement, les premiers à être utilisés sont les semiconducteurs à structure chalcopyrite ( $\text{ZnGeP}_2$ ,  $\text{AGSe}$ ) car ils permettent un accord de phase par biréfringence (BPM pour birefringent phase matching). Ce type d'accord de phase est lié aux propriétés intrinsèques des matériaux et ne nécessite donc aucune étape de fabrication particulière. Mais le BPM limite les applications de tels cristaux puisque seules certaines longueurs d'onde et polarisations peuvent être accordées en phase. Ils ont néanmoins fait l'objet de démonstrations de conversions non-linéaires en configuration massive et ils sont toujours utilisés, par exemple le  $\text{ZnGeP}_2$  reste un matériau de choix dans des OPO pompés à  $2 \mu\text{m}$ .

Les oxydes comme le niobate de lithium (LN) sont actuellement bien développés. Ils utilisent la technique de retournement périodique de la polarisation spontanée par application d'un champ électrique extérieur. Le LN périodiquement retourné, (PPLN pour periodically poled lithium niobate), a été le premier matériau à QAP qui a connu un développement commercial important. Mais leur gamme de transparence est typiquement limitée à  $4 - 5 \mu\text{m}$ , ils ne sont donc pas utilisables pour des applications dans l'infrarouge lointain.

Les semiconducteurs de type zincblende sont ceux qui ont connus les développements les plus récents. Ils sont non-centrosymétriques ce qui assure un coefficient  $\chi^{(2)}$  non nul. De plus, leur structure permet la mise en place du QAP ce qui, comparativement au BPM, élargit considérablement les applications accessibles et donc leur intérêt.

### ii. Propriétés des cristaux non-linéaires

Nous comparons dans le tableau ci-dessous les principales caractéristiques non-linéaires des matériaux évoqués. On y retrouve :

- La fenêtre de transparence, critère essentiel selon l'application et les longueurs d'onde visées. Ainsi, pour de la génération de spectre large, on préférera un matériau dont la fenêtre de transparence est étendue ; pour de la conversion de fréquence des télécoms vers le visible, un matériau transparent dans ces deux bandes est nécessaire.
- Le coefficient non-linéaire : l'Éq 1. 14 montre que le rendement de conversion est proportionnel au carré de ce coefficient. C'est donc un paramètre non négligeable dans l'évaluation des performances d'un cristal non-linéaire.

- La conductivité thermique, qui représente la capacité à dissiper la chaleur. Plus elle sera élevée, plus les puissances injectées pourront être importantes. Il est donc plus avantageux que ce coefficient soit élevé.

Tableau I- 1 : Présentation de différents cristaux non-linéaires et de leurs propriétés

| Matériau            | Transparence (µm) | d (pm/V) | Cond. thermique (W/m.K) | Ref      |
|---------------------|-------------------|----------|-------------------------|----------|
| CdSiP <sub>2</sub>  | 0,6 – 6,5         | 84       | 13,6                    | [29]     |
| ZnGeP <sub>2</sub>  | 0,7 - 12          | 75       | 35                      | [29]     |
| KTiOPO <sub>4</sub> | 0,3 – 4,5         | 15       | 3                       | [30, 31] |
| AGSe                | 0,7 - 18          | 33       | 1                       | [32, 33] |
| GaN                 | 0,3 - 7           | 14       | 160                     | [34, 35] |
| GaSb                | 1,9 - 15          | 153      | 32                      | [36]     |
| LiNbO <sub>3</sub>  | 0,4 - 5           | 25       | 5                       | [37]     |
| GaAs                | 0,9 – 17          | 95       | 46                      | [38]     |
| GaP                 | 0,5 – 12          | 70       | 110                     | [29]     |

De manière générale, les matériaux semiconducteurs ont une gamme de transparence qui s'étend plus loin dans l'infrarouge que les ferroélectriques. Dans le cadre de la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge, c'est un critère de choix. Les semiconducteurs bénéficient également de coefficients non-linéaires plus élevés. Celui du GaP, du même ordre que celui du GaAs, est presque égal au triple du coefficient non-linéaire du LiNbO<sub>3</sub>. Nous avons choisi de travailler avec des semiconducteurs III-V pour ces raisons ainsi que pour le savoir-faire dont disposent TRT et le III-V Lab dans ce domaine. Enfin, la conductivité thermique du GaP est vingt fois plus élevée que celle du LiNbO<sub>3</sub>.

Concernant les matériaux semiconducteurs, un dernier point peut être mentionné. L'absorption à deux photons ou TPA (Two-Photon Absorption) est un processus non-linéaire qui peut survenir quand l'énergie des photons est au moins égale à la moitié de l'énergie du gap. Il est donc nécessaire de pomper avec une longueur d'onde suffisamment élevée pour s'affranchir de ce problème.

$$\lambda_p \geq \frac{hc}{E_{gap}/2} \quad \text{Éq I. 17}$$

Le GaSb, qui possède un coefficient non-linéaire très élevé, a néanmoins un gap de 0,72 eV, ce qui correspond à une longueur d'onde de 3,4 µm. Les sources à ces longueurs d'onde restent encore compliquées à mettre en place. En comparaison, l'énergie du gap est de 1,42 eV pour le GaAs et de 2,26 eV pour le GaP, ce qui correspond respectivement à des longueurs d'onde de pompe minimales de 1,7 µm et 1 µm. Ce type de source est plus facilement disponible. Par rapport au GaAs, le GaP permet de plus d'être pompé avec des lasers de la bande télécom qui sont plus matures.

## Conclusion du chapitre I

La méthode de QAP permet d'exploiter des matériaux non-linéaires par modulation artificielle du coefficient non-linéaire. Les périodes de QAP nécessitent d'être adaptées aux longueurs d'onde que l'on souhaite générer. La thèse comporte deux volets. Le premier vise la génération moyen-infrarouge de spectres larges dans des guides d'onde OP-GaAs pompés autour de 3  $\mu\text{m}$ . Les longueurs d'onde désirées se situent entre 2 et 12  $\mu\text{m}$ . Le deuxième objectif est la somme de fréquence dans des guides OP-GaP. Ce matériau offre en plus la possibilité d'une future intégration sur silicium pour la photonique intégrée. Le choix de ces matériaux semiconducteurs III-V est motivé par la plage de transparence des cristaux, leur coefficient non-linéaire élevé propice à des interactions efficaces ainsi que la possibilité d'en faire des structures à QAP pour exploiter les effets non-linéaires du second ordre. Leur gap permet également de les pomper à des longueurs d'onde où les lasers fibrés sont disponibles. La configuration guidée s'inscrit également dans une volonté d'optimiser le rendement de conversion en utilisant des composants moins gourmands en puissance de pompe.

La différence principale entre ces deux thématiques réside dans l'avancement des travaux. La fabrication de guides d'onde OP-GaAs est mature, elle bénéficie déjà d'un savoir-faire partagé entre TRT et le III-V Lab. L'accent sera donc mis sur la conception de ces structures ainsi que leur caractérisation dans le moyen-infrarouge. En revanche, l'OP-GaP est un matériau non-linéaire relativement nouveau. L'obtention de composants nécessite donc d'abord d'établir un procédé de fabrication qui permettra la conversion de fréquence sans trop de pertes.

## Chapitre II - Guides d'onde GaAs pour la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge

L'arséniure de gallium est depuis de nombreuses années un matériau semiconducteur d'intérêt en optique non-linéaire. Il a connu de nombreux développements en configuration massive, notamment en OPO [39, 40], OPA [41], SHG [38], SCG [17, 16]. En revanche, sa configuration guidée est peu étudiée à l'heure actuelle. Elle permettrait de réduire l'énergie de pompage du cristal tout en offrant un rendement de conversion supérieur à la configuration massive, à condition de limiter les pertes, plus importantes dans des guides d'onde.

L'objectif recherché est la conception de guides d'onde OP-GaAs monomodes, adaptés à un couplage fibré pour la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge (entre 2 et 12  $\mu\text{m}$ ) et ayant peu de pertes. Nous présenterons d'abord les structures de guides GaAs qu'on trouve dans la littérature et détaillerons plus particulièrement une précédente thèse effectuée à TRT. La description du cadre de nos travaux permettra d'introduire la démarche qui a mené à la structure retenue pour nos guides. Enfin, des calculs préliminaires de différence de vitesse de groupe et de seuil de détection nous aideront à préparer les expériences en déterminant les configurations les plus favorables pour pomper nos guides.

### 1. Structures préexistantes

Il existe différentes structures de guides d'onde, il s'agit ici de déterminer laquelle sera la plus appropriée pour notre application. Un bref tour d'horizon de la littérature à disposition est effectué pour établir une comparaison des structures de guides GaAs existantes.

#### i. Etat de l'art

Plaçons-nous dans le cas d'un guide plan (voir Figure II- 1). Bien que la lumière ne soit confinée dans cette structure que dans la direction verticale, elle nous servira de base pour la définition des guides 2D.

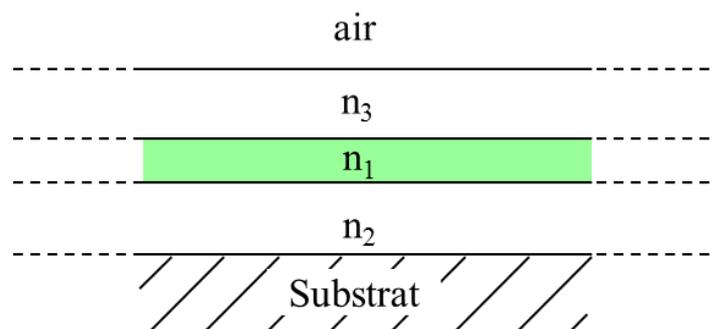


Figure II- 1 : Schéma d'un guide plan avec le cœur (indice  $n_1$ ), la gaine inférieure (indice  $n_2$ ) et la gaine supérieure (indice  $n_3$ )

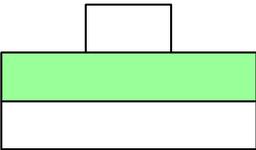
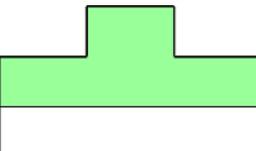
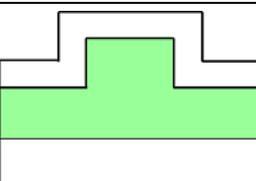
La lumière se propage dans le cœur, représenté en vert. Il est constitué du matériau d'intérêt d'indice élevé  $n_1$ . Le confinement est assuré par la géométrie du guide (épaisseur du cœur et gravure dans le cas d'un guide 2D) et/ou par une gaine d'indice plus faible au-dessus du cœur. Cette gaine supérieure, d'indice  $n_3$ , est optionnelle. Elle participe au confinement de la lumière mais est également utilisée comme couche tampon entre le cœur et l'air, principalement pour limiter les pertes à cette interface. La gaine inférieure, d'indice  $n_2$ , isole le cœur du substrat pour éviter les fuites, le substrat pouvant alors être d'indice égal ou supérieur à celui du cœur. Si elle existe, la gaine supérieure n'est pas forcément composée du même matériau que la gaine inférieure.

Nous présentons dans le Tableau II- 1 les différents types de guides d'onde rencontrés dans l'état de l'art des guides GaAs pour l'optique non-linéaire. D'autres structures existent mais sortent du cadre de cette étude.

- Le guide d'onde plan à confinement ruban est un guide plan dont la gaine supérieure est gravée complètement ou presque : l'indice effectif du guide plan en-dessous du ruban ainsi formé augmente par rapport à celui des zones adjacentes, permettant ainsi un confinement latéral. Le ruban au-dessus de la gaine supérieure peut également être composé du même matériau que le cœur.
- Le guide ruban est similaire à un guide d'onde plan à confinement ruban, où la gaine supérieure est entièrement faite du même matériau que le guide plan et appartient donc au cœur.
- Le guide ruban enterré est un guide ruban recouvert d'un matériau d'indice plus faible.

Le cœur en GaAs est souvent associé à une gaine en AlGaAs de teneur en aluminium variable. On retrouve principalement les guides d'onde ruban [42, 43, 44, 36] et les guides d'onde plans à confinement ruban [45, 46, 47], ainsi qu'une occurrence de guides ruban enterré [36]. Les meilleures pertes mesurées dans les différentes structures sont également reportées dans le Tableau II- 1 ainsi que leurs références associées. Les guides d'onde plans à confinement rubans décrits dans [45] ont permis la réalisation d'un OPO en régime quasi-continu pompé autour de  $2 \mu\text{m}$  avec quelques centaines de milliwatts générés dans l'infrarouge [48].

Tableau II- 1 : Les différents types de structures rencontrées pour les guides d'onde GaAs

| Nom du guide  | Schéma   | Pertes                                    |
|---|--|---|
| Guide d'onde plan à confinement ruban<br>« Strip-loaded » |  | 0,8 dB/cm<br>à $1,56 \mu\text{m}$<br>[45] |
| Guide d'onde ruban<br>« Rib »                             |  | 0,2 dB/cm<br>à $1,55 \mu\text{m}$<br>[42] |
| Guide d'onde ruban enterré<br>« Buried rib »              |  | 0,2 dB/cm<br>à $2 \mu\text{m}$<br>[36]    |

Technologiquement parlant, toutes ces structures sont réalisables. Les pertes les plus basses sont mesurées dans les guides d'onde ruban et ruban enterré. Elles ont toutes été mesurées dans des guides à orientation périodique (OP). De plus, dans des guides d'onde plans à confinement ruban, le cœur est par définition plan, il sera difficile d'obtenir un mode non-elliptique. Ces arguments ont motivé le choix d'écarter cette structure pour nos travaux.

## ii. Précédents travaux à TRT

Une première génération de guides OP-GaAs a été développée à TRT dans le cadre de la thèse de Sophie Roux [36]. La perspective était alors la génération paramétrique optique accordable dans la gamme 3-5  $\mu\text{m}$  pour une longueur d'onde de pompe autour de 2  $\mu\text{m}$ . Ces travaux, axés sur les techniques de fabrication des guides OP, ont débouché sur l'élaboration de deux structures différentes, des guides rubans et des guides rubans enterrés (Figure II- 2). Les deux sont composées d'un cœur guidant en GaAs de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur totale, ruban compris. Le ruban fait 5  $\mu\text{m}$  de haut et entre 5 et 10  $\mu\text{m}$  de largeur. Une couche d' $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  constitue la gaine inférieure, sous-jacente au cœur, et une couche en  $\text{Al}_{0,5}\text{Ga}_{0,5}\text{As}$  sert de tampon entre la gaine et le substrat. Ces deux couches permettent de limiter les fuites du mode dans le substrat. Enfin, la structure à ruban enterré est recouverte d'une couche d'AlGaAs à 50% qui permet de faire tampon entre le GaAs et l'air.

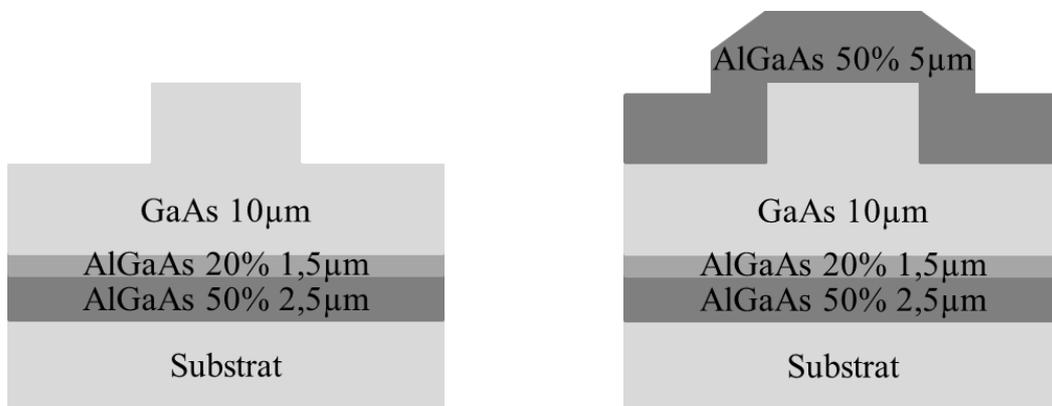


Figure II- 2 : Guides d'onde ruban et ruban enterré d'après [36]

Les caractérisations linéaires ont montré des pertes faibles à la longueur d'onde de pompe, dont les meilleures valeurs descendent jusqu'à 1,3 dB/cm pour les guides ruban et 0,2 dB/cm pour les guides ruban enterré. Les travaux menés ont également permis une expérience de SHG à 4  $\mu\text{m}$  dans une structure de guide ruban enterré. Au vu des résultats concluants à l'issue de cette thèse, nous nous appuyerons sur ces structures pour l'élaboration de nouveaux guides d'onde en GaAs.

## iii. Spécifications

La structure du guide étant choisie, il nous faut adapter ses paramètres à nos objectifs. Pour la génération de spectres larges dans toute la gamme moyen-infrarouge, les guides doivent être capables de guider de 3  $\mu\text{m}$  à 15  $\mu\text{m}$  tout en étant monomodes sur la plus grande gamme spectrale possible. La taille et la forme du mode seront optimisées pour un couplage fibré : la taille du mode doit être du même ordre que celle du mode en sortie de fibre et sa forme doit être la plus circulaire possible.

Afin de modéliser les longueurs d'onde paramétriques qui seront générées, nous nous appuyons sur les courbes de QAP. Elles présentent les longueurs d'onde générées en fonction de la période de QAP pour une longueur d'onde de pompe donnée. Ces courbes doivent être les plus verticales possibles : pour une période de QAP donnée, il faut que le spectre d'émission soit le plus large possible. Dans cette optique, on choisira une longueur d'onde de pompe autour de 3  $\mu\text{m}$ . Des calculs effectués avec des indices du GaAs massif (Figure II- 3) montrent en effet que c'est autour de cette longueur d'onde que les courbes de QAP respecteront le mieux ce critère.

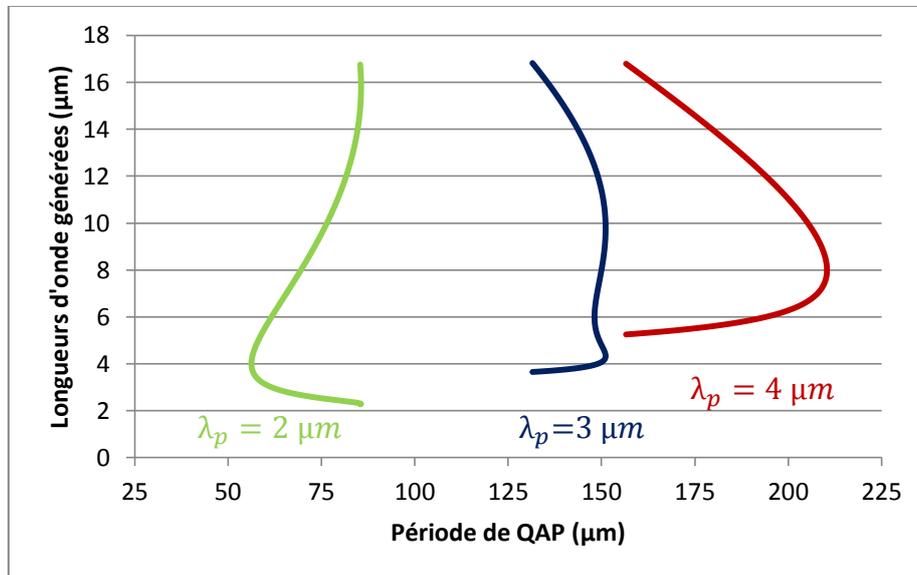


Figure II- 3 : Courbes de QAP pour la génération paramétrique dans du GaAs massif

Lors de la conception des guides d'autres aspects seront également à prendre en compte. Par exemple, il faudra faire en sorte de limiter les pertes en réduisant les fuites dans le substrat ou à l'interface cœur / air.

## 2. Définition de la structure des guides

Nous avons défini précédemment plusieurs contraintes que doivent respecter nos guides. Ces exigences concernent d'un côté la géométrie des guides, pour définir notamment la taille du mode et leur caractère monomode, et de l'autre le choix de leur période de QAP. Les périodes de QAP sont déterminées à partir des indices effectifs des guides, il nous faudra donc d'abord fixer la structure de nos guides avant de déterminer les réseaux de QAP correspondants.

La structure choisie pour les premières modélisations est le guide ruban. L'étape d'enterrement pourra intervenir plus tard, ou pour une future génération de guide, une fois que l'architecture du guide aura été validée.

### i. Indices utilisés

Pour l'indice du GaAs, nous utilisons l'équation de Sellmeier donnée dans l'article de Skauli *et al.* [49]. Elle est valable pour  $0,97 \mu\text{m} < \lambda < 17 \mu\text{m}$ , ce qui couvre la fenêtre de transparence du GaAs et suffira donc amplement pour nos simulations.

L'indice de l' $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  est tiré de l'article de Gehrsitz *et al.* [50]. Il est donné en fonction de la concentration en aluminium  $x$  et de la longueur d'onde. L'indice de l' $\text{AlGaAs}$   $y$  est modélisé pour des longueurs d'onde allant de l'énergie du gap jusqu'à  $3 \mu\text{m}$ . Nous l'utiliserons également pour des longueurs d'onde supérieures à  $3 \mu\text{m}$  en ayant à l'esprit que cela peut engendrer des erreurs sur nos simulations.

## ii. Choix de la géométrie des guides

Nous allons ici décrire le raisonnement qui a conduit au dimensionnement de nos guides. Lors de nos simulations, nous avons distingué deux types de polarisations linéaires TE et TM, transverse électrique et transverse magnétique respectivement. Elles sont caractérisées par l'orientation du champ électrique. Cette distinction est visible Figure II- 4, l'orientation donnée pour chaque polarisation étant celle du champ électrique.

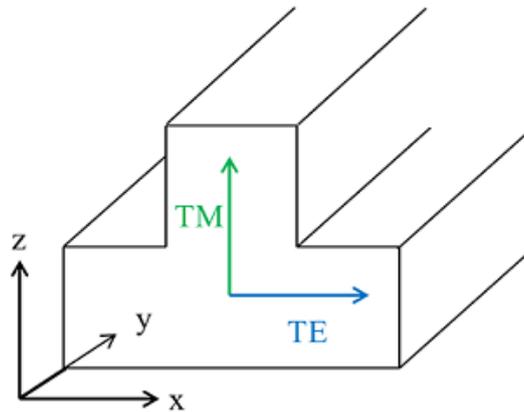


Figure II- 4 : Orientation des polarisations TE et TM dans un guide d'onde ruban

Les paramètres à faire varier dans les guides sont la hauteur du cœur  $H$ , la largeur du ruban  $w$ , la profondeur de gravure  $H(1-r)$  et la proportion d'aluminium dans la gaine inférieure  $x$  (représentés Figure II- 5). Il faudra à la fois remplir notre cahier des charges et proposer une structure technologiquement réalisable, qui ne soit pas trop épaisse ni trop gravée et dont les couches inférieures ne sont pas trop riches en aluminium, en raison du désaccord de paramètre de maille croissant avec sa concentration qui peut créer des contraintes lors de l'épitaxie du GaAs.

Toutes les simulations qui suivent ont été effectuées avec le logiciel commercial Fimmwave. Il possède plusieurs types de solveurs, nous utiliserons celui de type FDM (Finite Difference Method) qui est adapté à l'étude des profils de guide d'onde arbitraires.

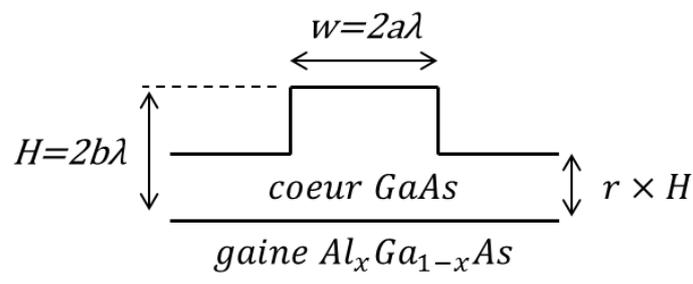


Figure II- 5 : Section transversale d'un guide ruban

Soref [51] donne un critère pour évaluer le caractère monomode de gros guides, qui sont définis comme suit :

$$2b\sqrt{n_c^2 - n_g^2} \geq 1 \quad \text{Éq II. 1}$$

Avec  $n_c$  l'indice du cœur (GaAs) et  $n_g$  l'indice de la gaine (AlGaAs). Pour nos indices, et de manière générale pour un  $\Delta n$  cœur/gaine modéré, cela revient à dire que la hauteur du guide doit être de l'ordre de la longueur d'onde. Pour concilier cahier des charges et fabrication, on se limitera à une hauteur de guide  $H$  de 14  $\mu\text{m}$ , de l'ordre de la longueur d'onde maximale visée. La gaine inférieure, qui est immédiatement en-dessous du cœur en GaAs, est composée d'AlGaAs dont on fera varier la teneur en aluminium. On conservera l' $\text{Al}_{0,5}\text{Ga}_{0,5}\text{As}$  pour la couche tampon qui lui est sous-jacente afin de ne pas avoir une concentration d'aluminium trop importante. La couche de gaine contiendra donc une teneur  $x < 0,5$  d'aluminium. Par rapport à la gaine de la Figure II- 2 qui en contenait 20%, notre structure est plus épaisse, on choisit donc de l'augmenter à 30% ou 40% pour prévenir les fuites dans la gaine aux plus hautes longueurs d'onde. Les épaisseurs de la gaine et de la couche tampon en AlGaAs restent inchangées pour ne pas risquer de dégrader la qualité de l'épitaxie.

Le critère de Soref permet pour  $H$  fixé de déterminer les valeurs de largeurs de ruban pour lesquelles le guide sera monomode en fonction de la profondeur de gravure, pour  $r \geq 0,5$  :

$$\frac{w}{H} \leq 0,3 + \frac{r}{\sqrt{1 - r^2}} \quad \text{Éq II. 2}$$

Ici,  $r=0$  correspond à un guide totalement gravé. L'Éq II. 2 montre que plus la gravure sera profonde, plus le guide devra être étroit afin de ne pas laisser de « place » aux modes d'ordre supérieur. D'un point de vue technologique, plus la profondeur de gravure sera importante, plus la gravure sera délicate. De plus, une gravure profonde rapproche le mode de l'interface avec l'air et peut donc générer plus de pertes à la propagation. Pour une hauteur de cœur  $H=14 \mu\text{m}$ , un  $r$  valant 0,3 correspond déjà à une gravure de 10  $\mu\text{m}$ , on se limitera donc à des  $r$  supérieurs à 0,4. Cependant, un guide trop peu gravé ne confinera pas bien la lumière, le mode aura tendance à s'étendre sur les côtés du ruban ce qui n'est de bon augure ni pour les pertes à la propagation, ni pour la forme du mode qu'on souhaite compatible avec un couplage fibré. On utilisera le critère de Soref pour  $r=0,4$  dans un premier temps pour avoir une idée du caractère monomode des guides pour cette valeur. Ce critère sera complété dans un second temps par une autre méthode qui permet de juger du caractère monomode des guides, valable pour toute profondeur de gravure.

On peut donc calculer sur la Figure II- 6 la largeur maximale du ruban pour rester monomode en fonction de la profondeur de gravure d'après l'Éq II. 2. A partir de  $r=0,7$  le guide devient plus large que haut. De plus, la gravure plus faible accentuera la dissymétrie du mode. On se limitera donc à  $r \leq 0,6$  au moins dans un premier temps pour évaluer la taille du mode. Les couples acceptables sont (0,4 ; 10), (0,5 ; 12) et (0,6 ; 15) pour la gravure et la largeur maximale du ruban.

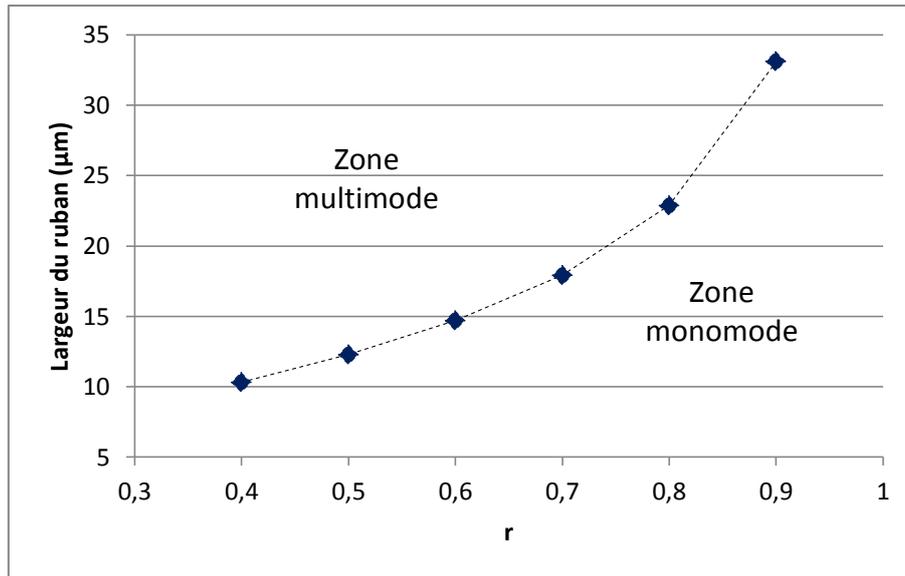


Figure II- 6 : Largeur limite d'un guide ruban pour être monomode en fonction de la profondeur de gravure, calculé d'après le critère de Soref,  $x=0,3$

On considère alors la largeur et la hauteur à  $1/e^2$  du mode sur une plage de largeurs de ruban dans la zone monomode précédemment déterminée, représentées respectivement par des triangles et par des carrés sur la Figure II- 7. Cette dernière montre que pour une gravure  $r=0,6$ , le mode sera au moins 1,5 fois plus large que haut. Pour des valeurs de  $r$  supérieures, ce rapport ne fera qu'augmenter. Il n'est donc pas avantageux de s'y intéresser. Pour  $r=0,4$  et  $r=0,5$ , si le mode est très asymétrique pour de petites largeurs de ruban, cela s'améliore assez rapidement en augmentant la largeur du ruban  $w$ . La valeur  $r=0,5$  garantit un mode presque symétrique pour des largeurs de rubans supérieures ou égales à  $9 \mu\text{m}$ .

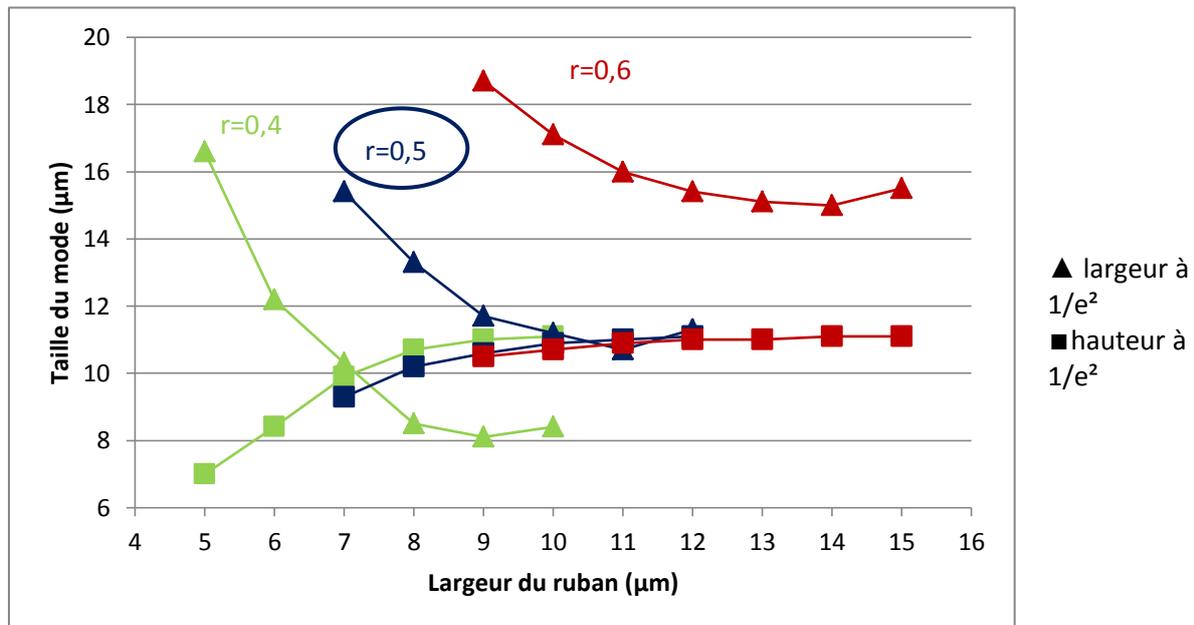


Figure II- 7 : Evolution des largeurs et hauteurs du mode à  $1/e^2$  en fonction de la largeur du ruban pour différentes profondeurs de gravures,  $x=0,3$

Le précédent calcul du critère monomode tiré de l'Éq II. 2 nous permet d'avoir une première idée des dimensions possibles du guide, mais le critère monomode gagne à être confirmé par la méthode des indices effectifs. Pour qu'un mode donné se propage dans le guide, il faut que son indice effectif soit supérieur à celui du mode fondamental du guide plan, correspondant aux zones gravées entre les rubans des guides. Nous traçons donc les indices des modes fondamentaux TE et TM du guide ainsi que ceux des premiers modes d'ordre supérieur en comparaison des indices fondamentaux du guide plan correspondant :

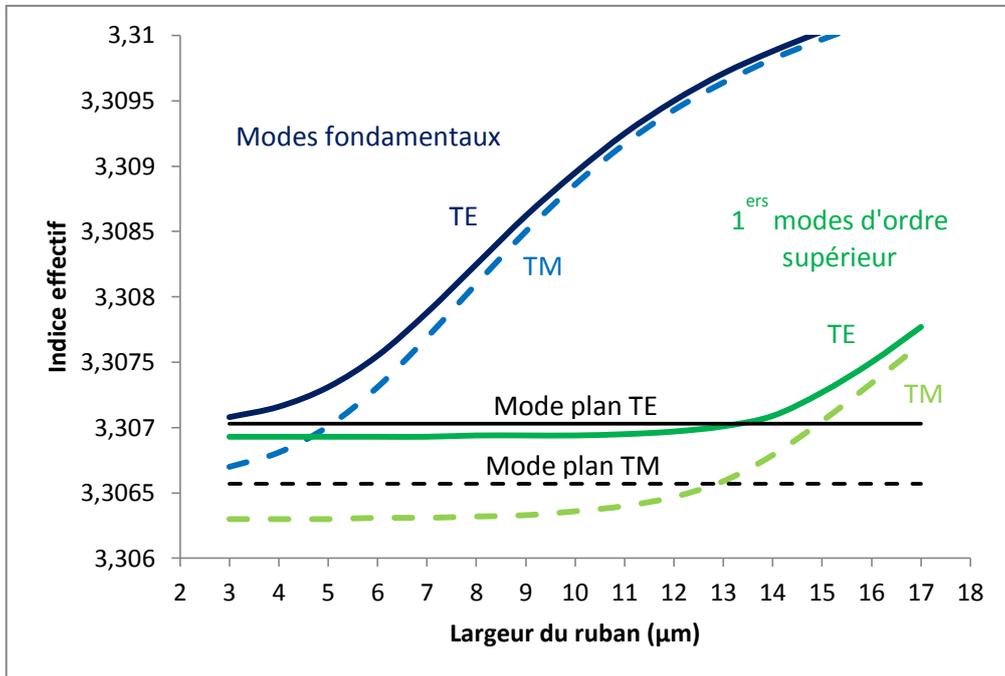


Figure II- 8 : Caractère monomode des guides à  $3 \mu\text{m}$  pour  $r=0,5$  et  $x=0,3$

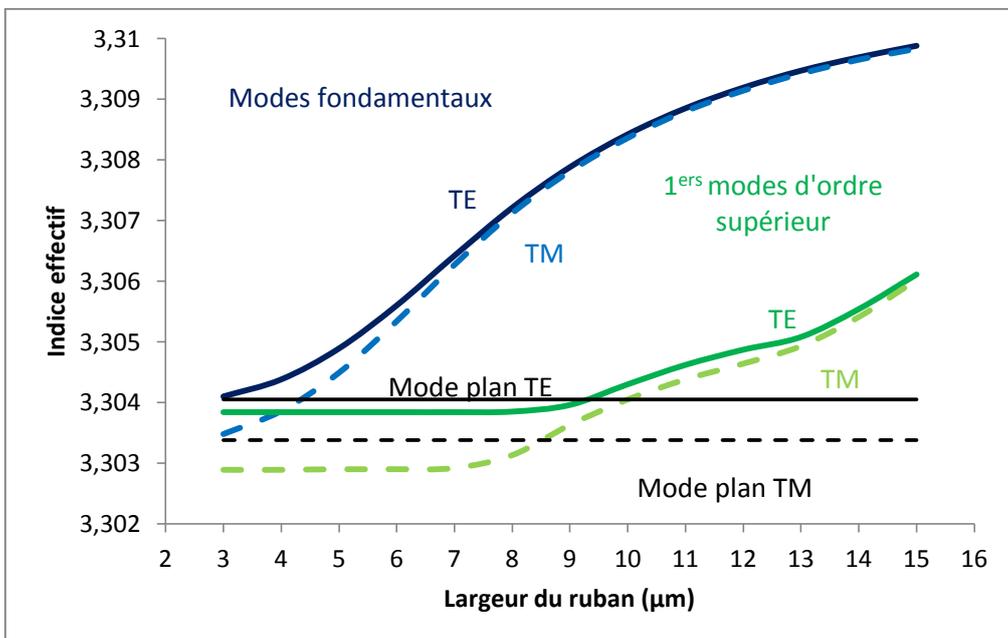


Figure II- 9 : Caractère monomode des guides à  $3 \mu\text{m}$  pour  $r=0,4$  et  $x=0,3$

Pour  $r=0,5$ , les guides sont monomodes TE et TM jusqu'à  $w=12 \mu\text{m}$ , ce qui permet également d'obtenir un rapport largeur / hauteur du mode correct. Pour un guide de gravure  $r=0,4$ , les largeurs de ruban pour lesquelles le guide reste monomode ne laissent pas une large marge de manœuvre. De plus, la gravure plus profonde implique une technologie plus délicate et la Figure II- 7 ne montre aucun avantage en terme de taille de mode. On lui préférera donc la configuration précédente.

Le caractère monomode des guides ainsi définis est examiné dans le moyen-infrarouge à une longueur d'onde de  $10 \mu\text{m}$  (Figure II- 10). Si on choisit des guides de largeurs entre 7 et  $12 \mu\text{m}$ , ils restent tous monomodes.

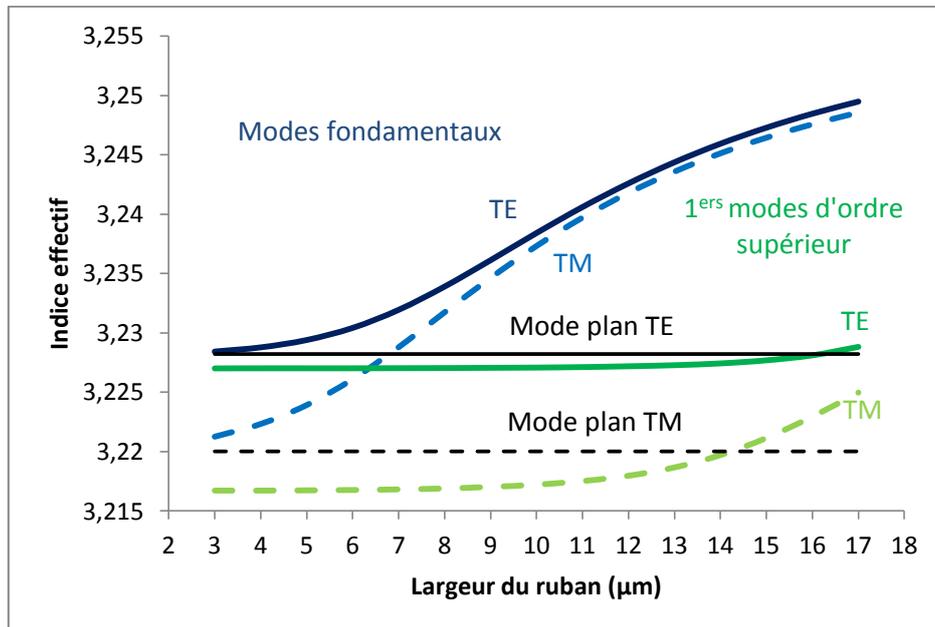
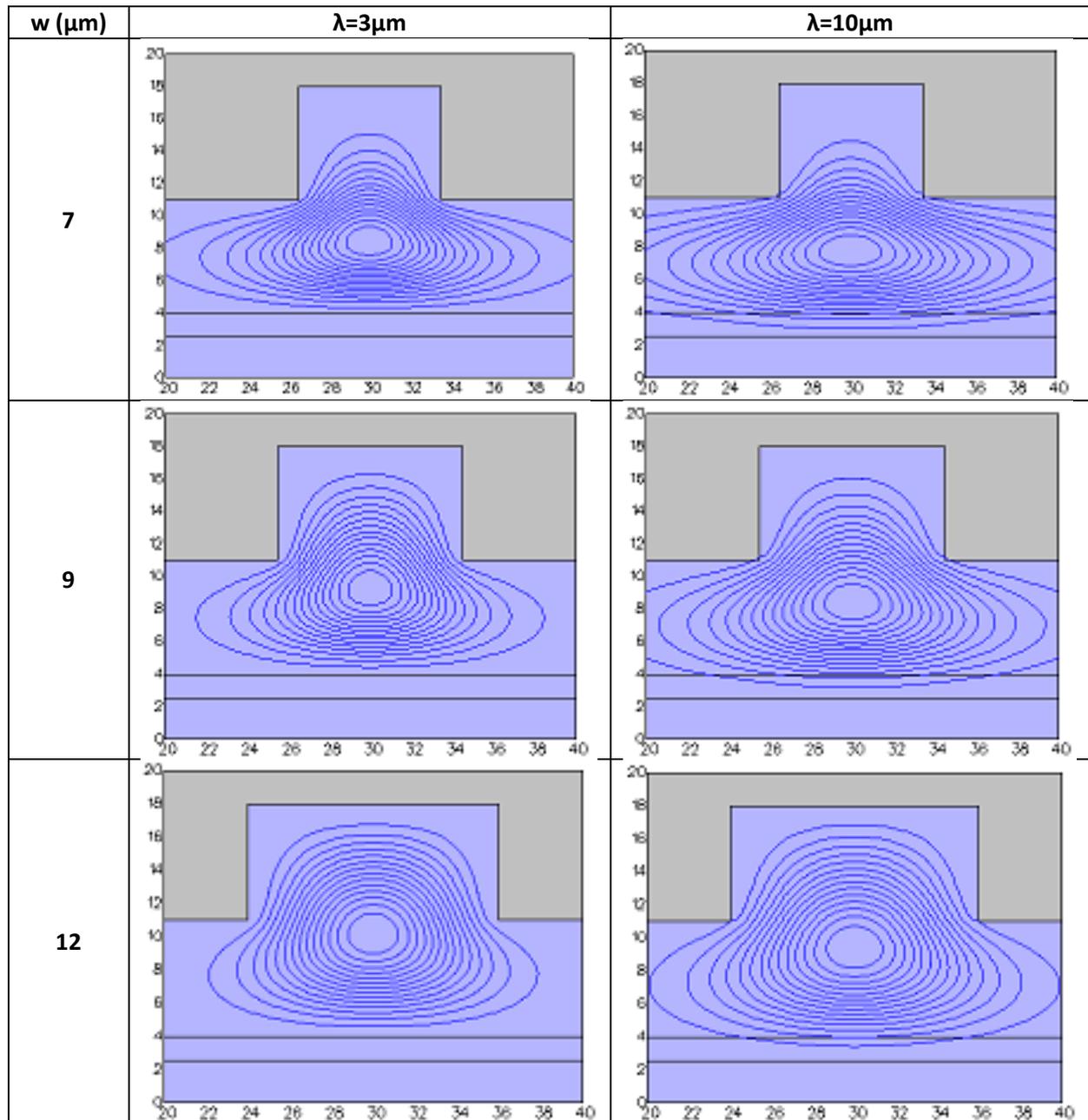


Figure II- 10 : Caractère monomode des guides à  $10 \mu\text{m}$  pour  $r=0,5$  et  $x=0,3$

Les paramètres géométriques des guides ayant été fixés, on peut tracer le profil des modes donnés par Fimmwave. Le Tableau II- 2 présente ceux des modes fondamentaux TE pour des largeurs de ruban de 7, 9 et  $12 \mu\text{m}$  dont la gaine contient 30% d'aluminium. Les longueurs d'onde considérées sont de 3 et  $10 \mu\text{m}$ . Les échelles horizontales et verticales sont les mêmes, les fenêtres font  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ .

Tableau II- 2 : Profil de l'intensité du mode TE fondamental à 3  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$  pour plusieurs largeurs de rubans,  $r=0,5$  et  $x=0,3$



A 3  $\mu\text{m}$ , le mode est bien confiné : il ne déborde pas dans la gaine inférieure et est très peu en contact avec l'interface GaAs / air. A 10  $\mu\text{m}$  on observe des petites fuites dans la gaine inférieure qui sont plus importantes pour les guides moins larges. Le contact avec l'interface GaAs / air est également plus étendu, mais la longueur d'onde plus élevée amoindrit les pertes par diffraction. De manière générale, le mode est plus étalé dans la gaine pour les guides d'ondes fins et ce phénomène est plus marqué quand on augmente la longueur d'onde. L'ellipticité est assez marquée pour le guide  $w=7$   $\mu\text{m}$  mais la forme du mode à notre longueur d'onde de pompage, 3  $\mu\text{m}$ , reste raisonnable pour un couplage fibré.

Toutes les simulations précédentes ont également été effectuées pour vérifier le bon fonctionnement théorique des guides avec une gaine composée d'Al<sub>0,4</sub>Ga<sub>0,6</sub>As et ont donné des résultats similaires. Les périodes de QAP seront calculées dans le paragraphe suivant à partir des indices effectifs des guides que nous avons ainsi définis.

### iii. Détermination des périodes de QAP

Le quasi-accord de phase permet une remise en phase périodique des ondes en interaction, optimisant le rendement de conversion. La période de QAP dépend de la longueur d'onde de pompe ainsi que des indices du milieu traversé. Elle est calculée avec les indices effectifs donnés par Fimmwave selon l'équation suivante :

$$\Lambda = \left( \frac{n_{p,eff}}{\lambda_p} - \frac{n_{s,eff}}{\lambda_s} - \frac{n_{c,eff}}{\lambda_c} \right)^{-1} \quad \text{Éq II. 3}$$

On cherche d'abord la longueur d'onde optimale autour de 3 μm pour pomper les guides. On cherche à avoir des courbes plates autour de la dégénérescence, qui démontrent le potentiel de génération de spectres larges. Les premiers calculs, Figure II- 11, ont été effectués pour des guides ruban de 9 μm de large et pour une gaine en Al<sub>0,3</sub>Ga<sub>0,7</sub>As.

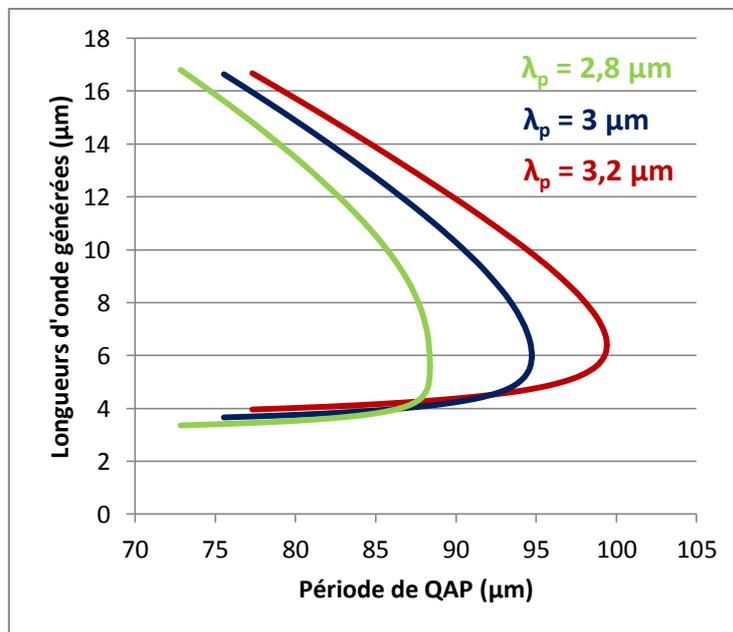


Figure II- 11 : Courbes de QAP pour différentes longueurs d'onde de pompe autour de 3 μm

D'après ces calculs, une pompe à 2,8 μm est plus adaptée à la génération de spectres larges ; en effet, on voit qu'à la dégénérescence, la courbe est plus plate, un grand nombre de longueurs d'onde pourront être générées simultanément. Pour les futurs calculs, nous nous plaçons donc à 2,8 μm. Il faut déterminer les périodes de QAP adéquates pour les différentes largeurs des guides OP-GaAs. Ces calculs sont présentés sur la Figure II- 12 suivante.

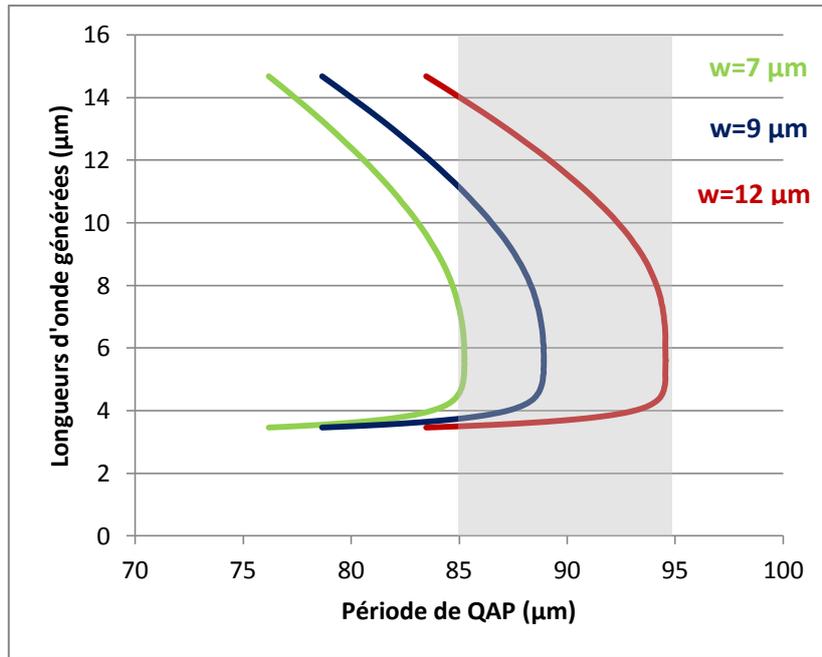


Figure II- 12 : Périodes de QAP pour des guides GaAs de différentes largeurs,  $x=0,3$ ,  $\lambda_p=2,8 \mu\text{m}$

Au vu des courbes de la Figure II- 12, il semble judicieux de choisir des périodes situées entre 85 et 95  $\mu\text{m}$ . Pour  $x=0,4$ , les courbes sont décalées de 0,4  $\mu\text{m}$  vers les plus petites périodes. Cette différence étant minimale, on pourra utiliser les mêmes périodes pour les deux types d'échantillons. Les guides seront répartis par famille, chacune comportant un guide de chaque largeur, sur un wafer de deux pouces. La figure ci-dessous présente un schéma reprenant les différents paramètres que nous avons fixés pour nos guides. Nous avons ajouté un guide plus large de 25  $\mu\text{m}$  par famille qui servira à faciliter l'injection dans les échantillons.

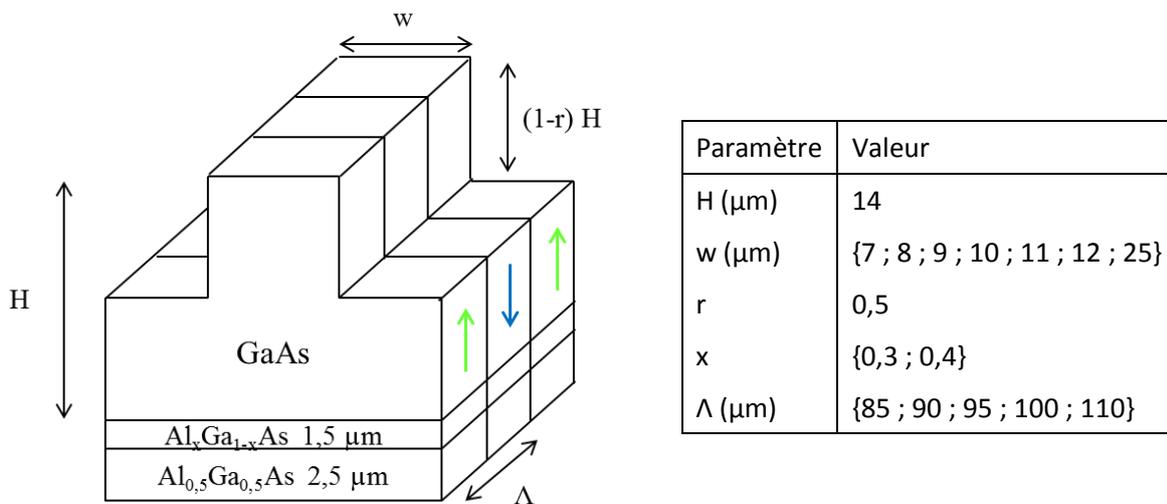


Figure II- 13 : Récapitulatif des paramètres choisis pour nos guides OP-GaAs

Si elles sont en accord avec les simulations, ces structures devraient être monomodes à la longueur d'onde de pompe et jusqu'à 10  $\mu\text{m}$  au moins. La taille du mode devrait assurer un très bon couplage fibré et les périodes de QAP devraient permettre une émission paramétrique large dans le MIR.

### 3. Calculs préliminaires

Les calculs présentés dans cette section ont pour but de prévoir les conditions expérimentales qui favoriseraient l'observation de génération paramétrique : taille d'échantillon, puissance en entrée comparée au seuil de dommage. Les lasers que nous utiliserons pour injecter dans nos guides sont des lasers impulsionnels d'environ 1 ps et 100 fs. Les calculs seront donc faits pour ces deux régimes temporels et nous donnerons en comparaison les résultats pour un régime nanoseconde dans le Tableau II- 3.

#### i. Différence de vitesse de groupe

La différence de vitesse de groupe ou GVM (Group Velocity Mismatch) traduit le fait que des impulsions de longueurs d'onde différentes se propagent dans un milieu transparent avec des vitesses de groupe différentes. De ce fait, deux impulsions qui se superposeraient initialement peuvent après une certaine distance de propagation ne plus se recouvrir. On définit :

$$GVM = \frac{1}{v_g(\lambda_1)} - \frac{1}{v_g(\lambda_2)} \quad \text{Éq II. 4}$$

Si on se place dans le cas de l'OPG à la dégénérescence ( $\lambda_2=2\lambda_1$ ), le calcul de GVM nous permet de définir une longueur d'échantillon critique après laquelle deux impulsions ne se recouvriront plus, pour un régime temporel donné. Les indices utilisés pour la Figure II- 14 sont ceux d'un cristal massif donnés par Skauli *et al.* [49].

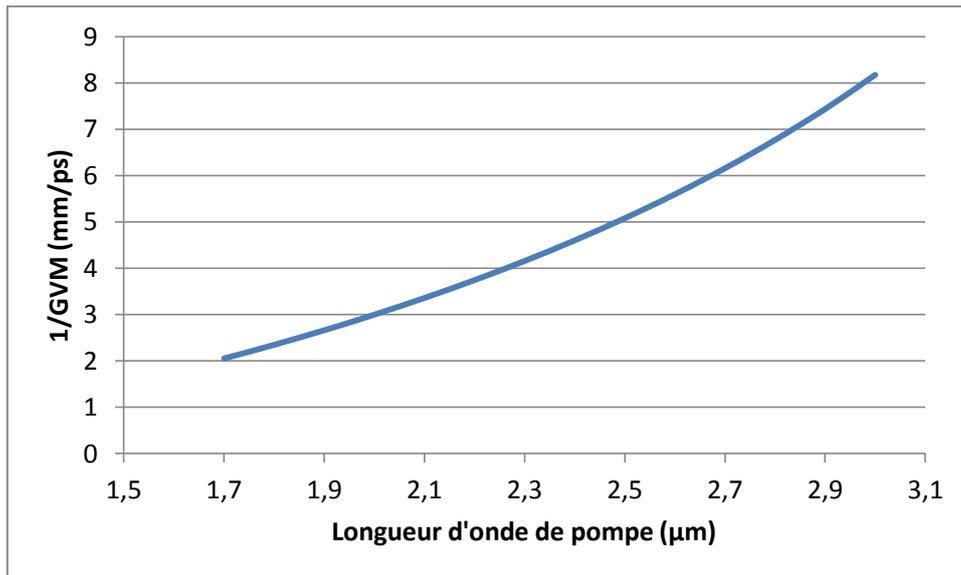


Figure II- 14 : Différence de vitesse de groupe en fonction de la longueur d'onde de pompe pour de l'OPG à la dégénérescence dans du GaAs

Pour des lasers de pompe en régime picoseconde, la longueur maximale de l'échantillon est de l'ordre du centimètre ce qui est tout à fait raisonnable. En revanche, pour des régimes d'une centaine de femtosecondes, la longueur critique est de l'ordre de 1 mm. Ceci complique les manipulations pour des raisons matérielles d'une part, un échantillon de 1 mm est très fragile et donc plus difficile à manipuler, mais également pour des considérations d'optique non-linéaire ; en

effet, le rendement de conversion est proportionnel au carré de la longueur de l'échantillon. On peut néanmoins noter que Kuo *et al.* [17] ont obtenu des résultats de SCG en pompant avec une source impulsionnelle de 1 ps à 3  $\mu\text{m}$  avec un échantillon de 17,5 mm de long, soit le double de la taille critique d'échantillon selon nos calculs et ceux de l'article également.

## ii. Seuil de dommage optique

On note la densité d'énergie  $\bar{E}$ . Des mesures de dommage optique ont été faites à 2  $\mu\text{m}$  sur des lames GaAs sans traitement antireflets [28]. Pour une impulsion de 20 ns,  $\bar{E}_{\text{max}} = 1 \text{ J/cm}^2$ . Ce seuil de dommage évolue avec l'inverse de la racine de la durée d'impulsion. Pour des impulsions de 100 fs et 1 ps, cela équivaut respectivement à des seuils de 2,2  $\text{mJ/cm}^2$  et 7  $\text{mJ/cm}^2$ . Nos guides GaAs ont une aire effective d'environ 100  $\mu\text{m}^2$ , on estime donc que le maximum à mettre en entrée des guides est de 2,2 nJ et 7 nJ respectivement.

Il n'est cependant pas certain que cette loi s'applique aux impulsions ultracourtes, en particulier 100 fs, il faudra donc se montrer prudent sur les interprétations qui découlent de ces calculs. De plus, les seules mesures de dommage optique dont nous disposons sont celles effectuées autour de 2  $\mu\text{m}$ . Nos guides seront pompés à plus haute longueur d'onde, ce seuil est donc susceptible d'augmenter [52] puisque le seuil de dommage optique (ou LIDT pour laser induced damage threshold) dépend de la longueur d'onde.

## iii. Seuil OPG

Ce que nous nommons « seuil OPG » dans ce paragraphe désigne en fait le seuil détectable par les appareils utilisés. Pour nos expériences, nous souhaiterions détecter le signal paramétrique avec un analyseur de spectre, pour situer les longueurs d'onde générées et les comparer avec nos courbes théoriques de QAP. Nous disposons d'un FTIR Thorlabs (OSA-207C) dont le plancher de bruit se situe à environ -40 dBm sur la plage 2-12  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à 100 nW moyens. Pour une fréquence de répétition de 50 MHz, cela équivaut à une puissance crête détectable de 2 mW en régime picoseconde et 20 mW pour une durée d'impulsion de 100 fs.

Nous utilisons un logiciel de simulation, SNLO (AS-Photonics), qui contient les données de plusieurs cristaux non-linéaires et permet d'y modéliser différentes interactions, pour prédire l'énergie d'impulsion (énergie seuil) ou la densité de puissance nécessaire pour atteindre la puissance crête détectable en sortie de guide. On se place ici à la dégénérescence de l'OPG pompée à 2,8  $\mu\text{m}$ . On prend des pertes de 3 dB/cm pour les deux longueurs d'onde mises en jeu, 2,8 et 5,6  $\mu\text{m}$ .

En faisant varier la longueur de l'échantillon, on peut donc voir l'évolution de l'énergie seuil et la comparer au seuil de dommage des échantillons calculé au paragraphe précédent.

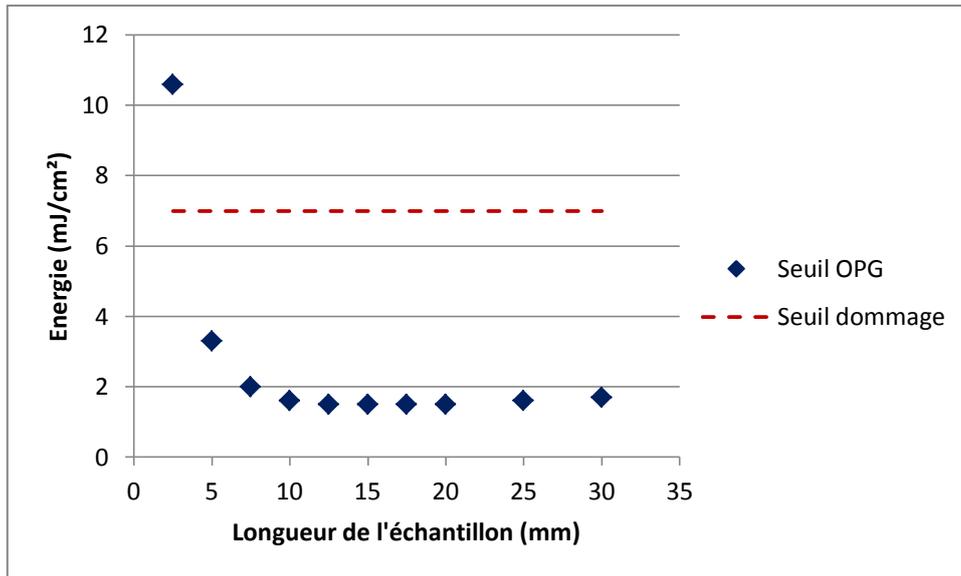


Figure II- 15 : Seuils d'OPG et de dommage selon la taille de l'échantillon pour des impulsions de 1 ps

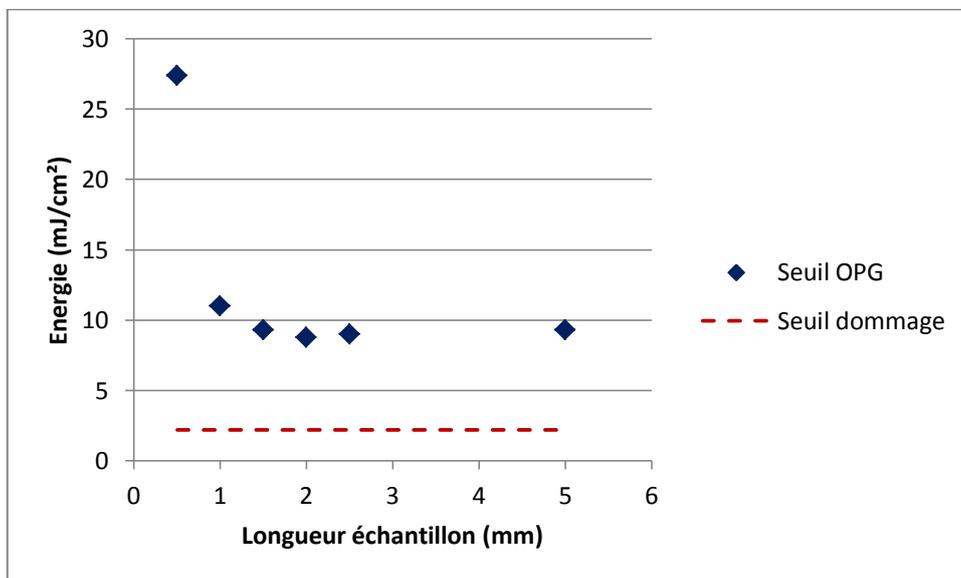


Figure II- 16 : Seuils d'OPG et de dommage selon la taille de l'échantillon pour des impulsions de 100fs

Nous disposons de l'article d'OPG dans du GaAs [17] à titre de comparaison pour le seuil de dommage en régime picoseconde. L'énergie maximale injectée dans le cristal est de 2  $\mu\text{J}$  pour des durées d'impulsion de 1 ps. Le faisceau est focalisé en un spot de 75  $\mu\text{m}$  de rayon. Ceci correspond à une densité d'énergie d'environ 10  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  injectée sans dommages. Notre calcul donne un seuil de dommage à 7  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ , il est donc effectivement sous-estimé. D'après la Figure II- 15, l'observation de génération paramétrique en régime picoseconde ne devrait pas être limitée par le seuil de dommage du matériau, et ce pour toutes les longueurs d'échantillons supérieures à 4 mm.

Pour des impulsions de 100 fs, d'après nos calculs présentés sur la Figure II- 16, le seuil OPG est systématiquement plus élevé que le seuil de dommage. Ces calculs sont toutefois à prendre avec précaution. Les seules valeurs dont nous disposons expérimentalement sont celles d'expériences

menées à XLIM, où jusqu'à 2,3 nJ avaient été injectés dans les guides, soit 2,3 mJ/cm<sup>2</sup>, sans observer de dégradation de l'échantillon. D'autre part, il existe des détecteurs plus sensibles. Cela ne veut donc pas dire que la détection est impossible.

Ces mêmes calculs en régime nanoseconde montrent que le seuil OPG est également systématiquement plus élevé que le seuil de dommage de l'échantillon.

La figure suivante présente l'évolution de la puissance à injecter en entrée de guide pour atteindre le seuil des 100 nW moyens en sortie pour plusieurs tailles d'échantillons en fonction de la durée d'impulsion.

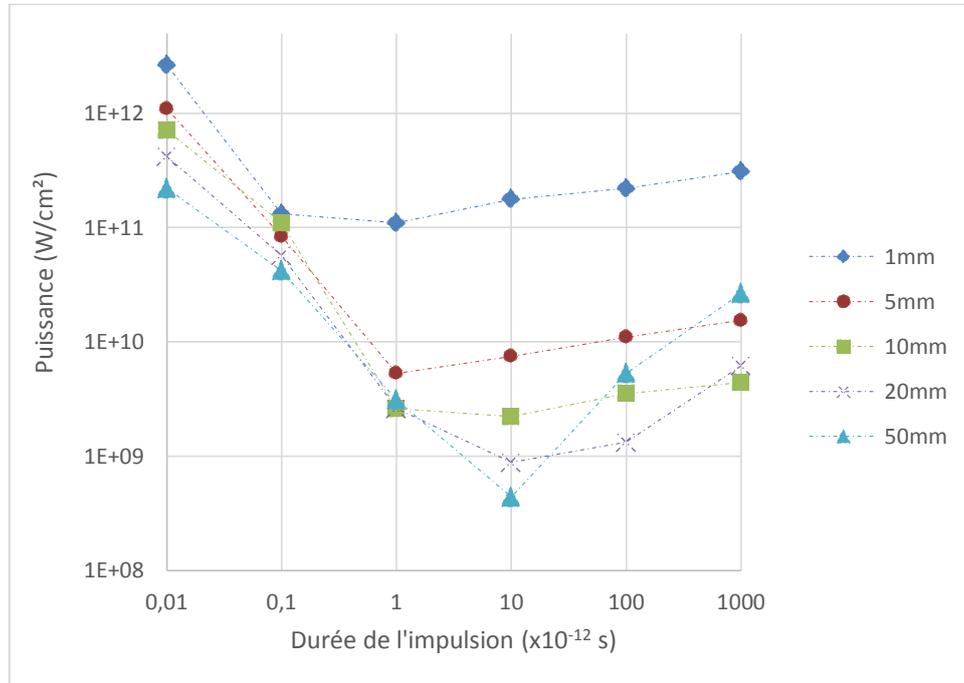


Figure II- 17 : Evolution de la puissance d'entrée nécessaire pour observer de la génération paramétrique en fonction du régime temporel pour différentes longueurs d'échantillon

On peut associer une durée d'impulsion « critique » à chaque longueur d'échantillon observée, définie par la GVM de la Figure II- 14 : pour une longueur d'onde de pompe de 2,8 μm, la GVM est d'environ 6,7 mm/ps. Les équivalences sont données dans le tableau ci-dessous.

Tableau II- 3 : Durées d'impulsion « critiques » associées aux longueurs d'échantillon

| L (mm) | Durée d'impulsion seuil |
|--------|-------------------------|
| 1      | 150 fs                  |
| 5      | 750 fs                  |
| 10     | 1,5 ps                  |
| 20     | 3 ps                    |
| 50     | 7,5 ps                  |

La Figure II- 17 montre que pour une longueur d'échantillon donnée, la puissance nécessaire en entrée de guide commence par diminuer légèrement quand la durée d'impulsion diminue. Puis, pour une durée d'impulsion donnée, la puissance d'entrée augmente significativement pour des durées d'impulsion plus courtes. Les points de changement de pente correspondent aux durées d'impulsion

« critiques » pour chaque longueur d'échantillon. Ainsi, pour des échantillons de 10 mm, l'optimum serait d'utiliser une source délivrant des impulsions de 1,5 ps. Pour des impulsions plus courtes, on aura besoin de bien plus de puissance en entrée pour récolter une même densité de signal. Ceci n'est pas forcément compatible avec le seuil de dommage du matériau, comme vu Figure II- 16.

Au vu des résultats, pour être dans des conditions favorables pour l'observation de la génération paramétrique, les échantillons ne devront donc pas être très longs. Les conditions d'observation sont a priori plus favorables en régime picoseconde. Le seuil de dommage calculé est sous-estimé, ce qui laisse une marge de manœuvre plus ample que celle prévue par les calculs. Il faudra cependant faire attention à ne pas endommager les échantillons et éventuellement envisager de mettre en place des détecteurs plus sensibles pour la détection des ondes paramétriques. En plus de la marge d'erreur potentielle sur le seuil de dommage, ces calculs de seuil d'OPG ont été effectués pour des ondes planes, pour un seuil de détection particulier et à cadence de répétition fixée. Les données utilisées dans le logiciel SNLO ne sont pas toutes connues, comme les pertes à la propagation ou le coefficient non-linéaire exact aux longueurs d'onde impliquées. Ainsi, les expériences sont susceptibles de présenter des écarts avec ces modélisations. Néanmoins, cette étude préliminaire permet d'évaluer les configurations les plus favorables et d'établir des ordres de grandeur pour préparer nos expériences.

## **Conclusion du chapitre II**

Les guides d'onde OP-GaAs que nous avons conçus sont optimisés pour un couplage fibré autour de 3  $\mu\text{m}$ . Ils devraient permettre des émissions de larges spectres dans le moyen-infrarouge, bien au-delà des guides conçus précédemment à TRT. La structure a été choisie pour minimiser au mieux les pertes, qui vont également dépendre du procédé de fabrication. Ces guides seront pompés avec des sources pico- et femtoseconde développées au CORIA et par XLIM qui sont des partenaires académiques du projet ANR BISCOT. Les paramètres expérimentaux, longueurs d'échantillon et périodes de QAP, seront choisis en correspondance avec les calculs préliminaires en fonction des caractéristiques des sources que nous avons à notre disposition.



## Chapitre III - Fabrication et caractérisation des guides GaAs

La fabrication des guides d'ondes en GaAs est effectuée au III-V Lab. C'est une étape importante pour les futures performances des guides. Les différents paramètres, comme l'épaisseur épitaxiée ou la profondeur de ruban gravée, doivent être contrôlés afin que les guides soient fidèles à la conception présentée au chapitre II. Ces étapes technologiques sont d'autant plus délicates que les épaisseurs visées dépassent largement celles des campagnes d'épitaxie et de gravure les plus courantes. La qualité des structures finales, notamment au niveau du flanc des guides et du fond de gravure, est déterminante pour limiter les pertes à la propagation dans les guides. Nous mesurerons donc les pertes de nos guides à plusieurs longueurs d'onde dans le moyen-infrarouge. Nous verrons d'autre part qu'une caractérisation par génération de second harmonique s'est avérée indispensable pour affiner les modélisations du QAP et concevoir une seconde génération d'échantillons. Enfin, le chapitre s'achèvera sur les premières mesures d'effets paramétriques dans nos guides.

### 1. Processus de fabrication

Le protocole de fabrication des guides de référence et à orientation périodique (OP) en GaAs a été établi lors de précédents travaux de thèse à TRT [36] et est schématisé Figure III- 1.

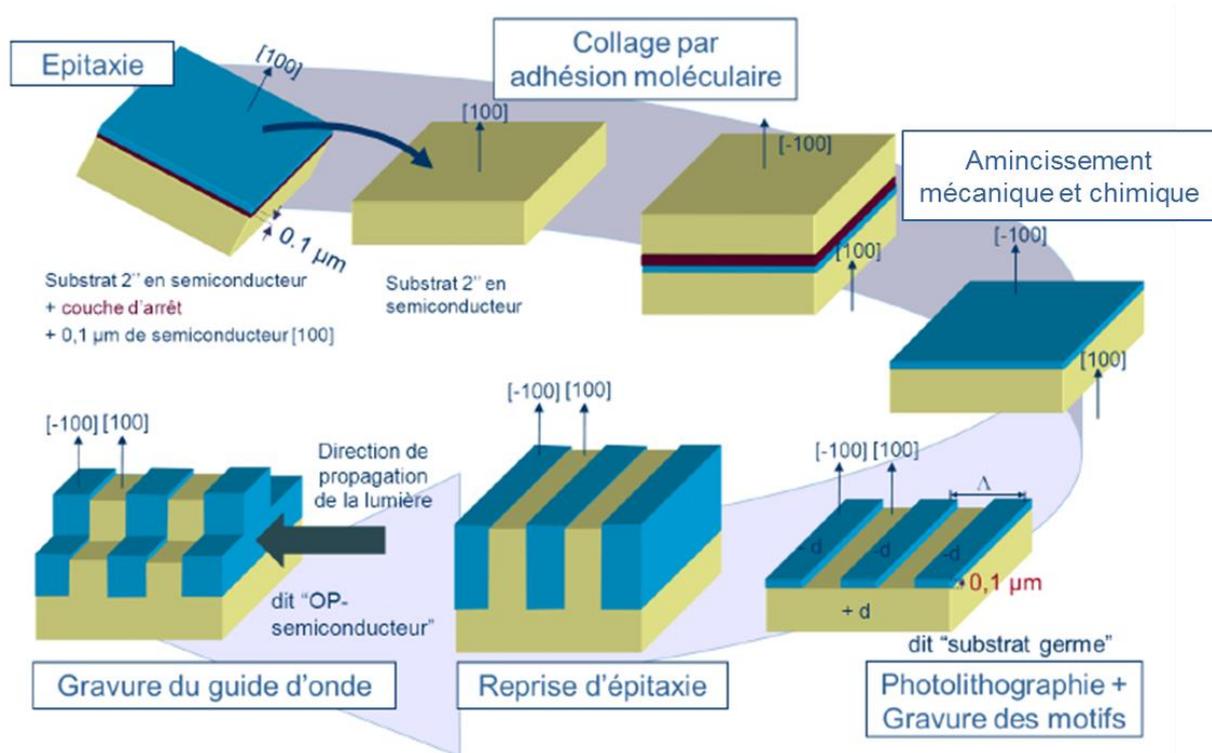


Figure III- 1 : Etapes de fabrication de guides OP en semiconducteur

La réalisation du QAP nécessite l'inversion de l'orientation cristallographique de la maille de GaAs, qui correspond à une inversion du signe du  $\chi^{(2)}$  mentionné au chapitre I. La première étape de fabrication de structures à orientation périodique consiste donc à coller deux substrats de GaAs mis face à face. Sur le substrat supérieur, on épitaxie avant collage une couche d'arrêt et une fine couche

de semiconducteur d'une centaine de nanomètres. Après collage, on procède à l'amincissement mécanique et chimique du substrat supérieur pour son retrait ainsi que celui de la couche d'arrêt. Les réseaux déterminant la période de QAP ( $\Lambda$  sur la Figure III- 1) sont ensuite gravés. A ce stade on obtient le substrat-germe, sur lequel la reprise d'épitaxie des couches guidantes est effectuée. La dernière étape consiste à graver les rubans des guides d'onde. On peut éventuellement enterrer les guides par la suite en rajoutant une reprise d'épitaxie.

### i. Adhésion moléculaire

Une des étapes-clés pour l'obtention de structures à orientation périodique est l'adhésion moléculaire. Cela consiste à faire adhérer deux plaques en les mettant en contact sans apport de matière extérieure. L'adhésion s'effectue dans un four de collage. Plusieurs paramètres peuvent être contrôlés, dont la pression, la température, l'atmosphère et la durée du collage.

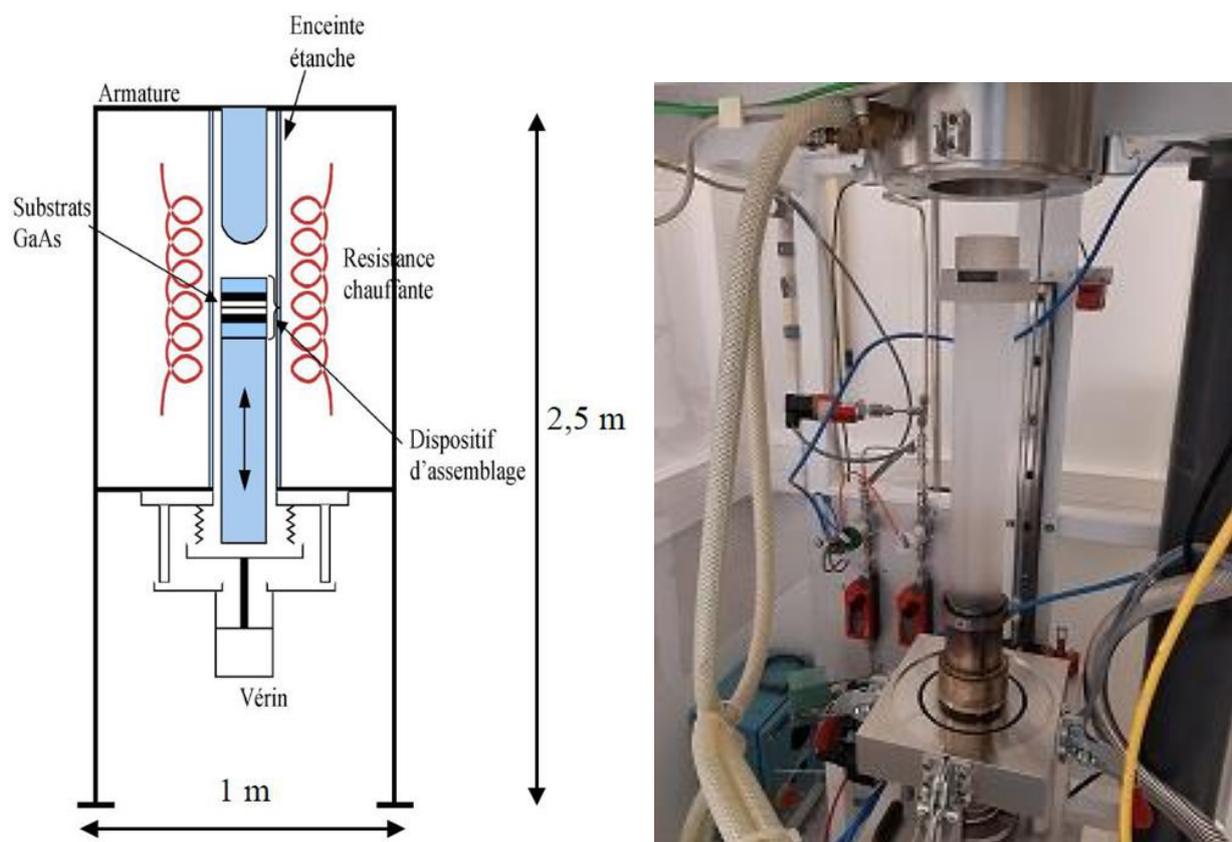


Figure III- 2 : Schéma du four de collage (gauche) et photo (droite)

Les plaques sont mises en contact à température ambiante en prenant bien soin d'aligner les méplats puis placées entre des cales en graphite elles-mêmes maintenues par des cales en quartz (Figure III- 3). L'ensemble est inséré dans le four, entre deux barreaux de quartz qui maintiennent une pression de 3 bars sur le collage. Après chargement, un cycle automatique se met en route. D'abord, un balayage en azote purge l'enceinte, puis la montée en température sous hydrogène via les résistances chauffantes est lancée. La température de collage (650°C) est maintenue pendant une heure et demie. Le cycle finit par le refroidissement du collage qui s'étale sur plusieurs heures pour éviter tout endommagement lié à une variation trop brusque de température.

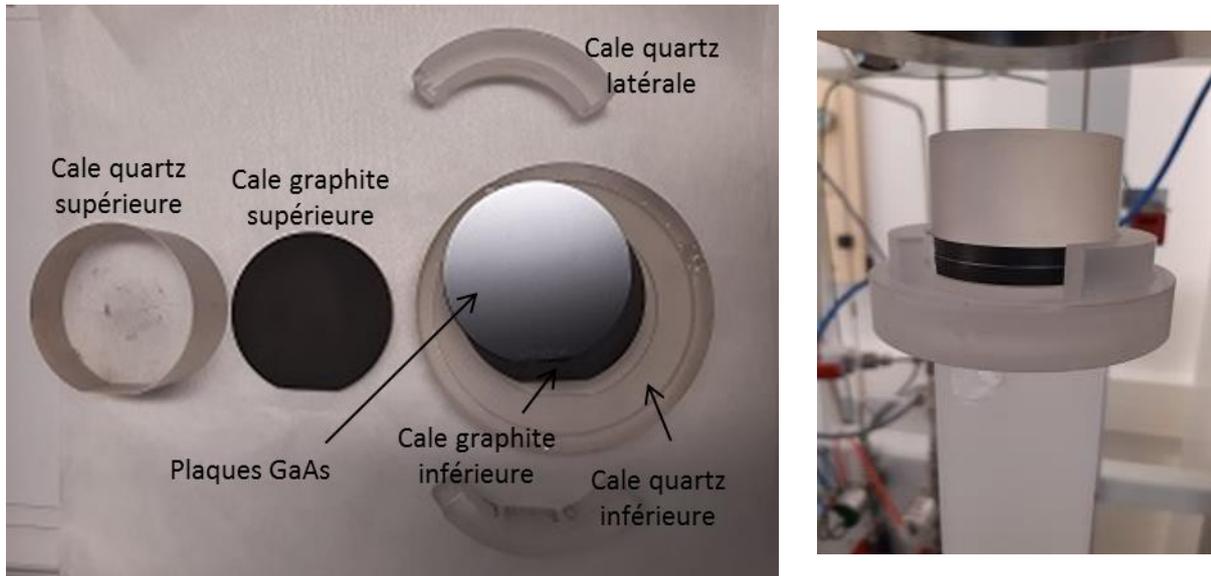


Figure III- 3 : Photos du dispositif d'assemblage pour le collage des deux substrats

## ii. Amincissement

Lors de l'amincissement, on cherche à retirer le substrat de GaAs qui fait plusieurs centaines de microns d'épaisseur, puis la couche d'arrêt d'une centaine de nanomètres environ. L'amincissement du collage est d'abord effectué de façon mécanique : on enduit un plateau de polissage rotatif avec un abrasif (SiC) en solution aqueuse, le GaAs pressé sur la surface est donc gravé par frottements. Cette technique permet de retirer quelques centaines de microns de matériau assez rapidement. L'évolution de l'épaisseur gravée est contrôlée au palpeur. A la fin de cette étape, il reste une couche de quelques dizaines de microns de substrat qui est retirée par gravure chimique dans  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ . Cette solution utilisée est sélective, elle grave bien le GaAs mais très peu la couche d'arrêt, ce qui permet de stopper la gravure. La couche d'arrêt est ensuite retirée chimiquement dans HCl.

L'utilisation d'une couche d'arrêt permet de contrôler l'épaisseur de la couche en GaAs reportée sur le futur germe, ce qui est important pour avoir une différence de marche la plus petite possible entre les domaines adjacents. En effet, on retrouvera cette marche après la reprise d'épitaxie sur le haut des guides, et cela peut être source de pertes par diffusion.

## iii. Lithographie, gravure et reprise d'épitaxie

La lithographie est l'étape qui permet de délimiter les zones à graver. La plaque est d'abord enduite de résine. Grâce à un masque chrome sur quartz, les zones à graver sont insolées. La résine devient soluble aux endroits exposés (on parle de résine positive) et peut ensuite être enlevée avec une solution de développement (Figure III- 4 a-d). Le reste de la plaque reste protégé pour l'étape de gravure.

Les réseaux de QAP sont gravés chimiquement par  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ . Les zones non protégées par la résine sont gravées jusqu'au substrat inférieur. Avant la reprise d'épitaxie, la résine restante est retirée.

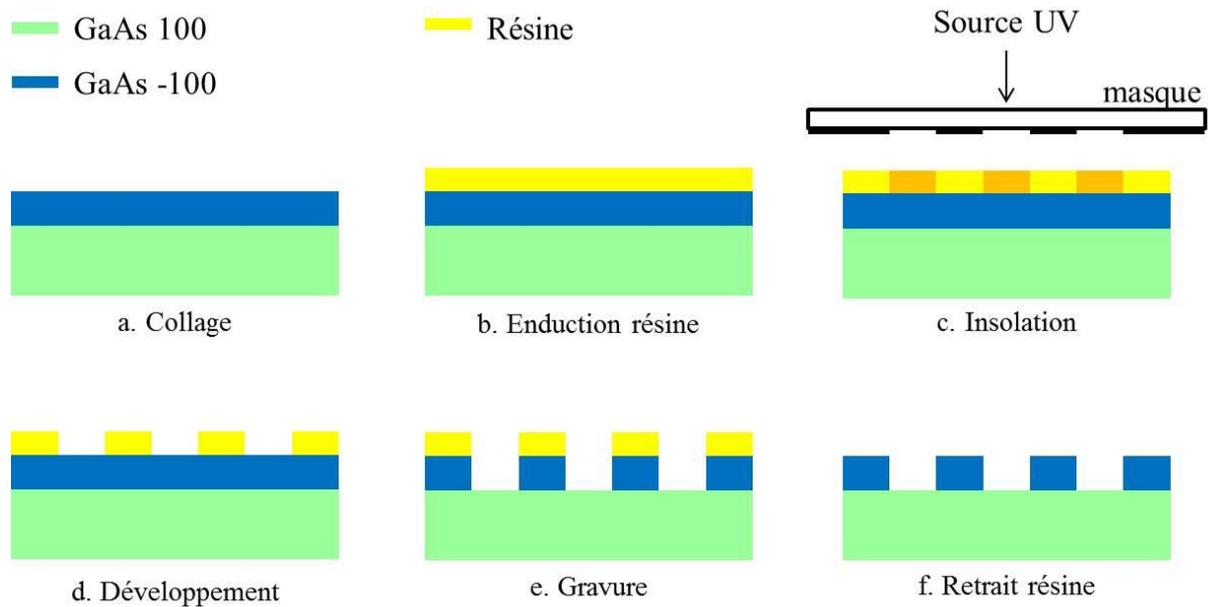


Figure III- 4 : Les différentes étapes de lithographie et gravure

La reprise d'épitaxie des 14  $\mu\text{m}$  composant le cœur du guide est faite en MBE (Molecular Beam Epitaxy, épitaxie par jet moléculaire) ou en MOCVD (épitaxie en phase vapeur aux organométalliques). Ce sont deux techniques de croissance lente pour l'obtention de structures de faible épaisseur et de bonne qualité et qui permettent de respecter le rapport cyclique du QAP sans annihilation de domaines. La MOCVD s'effectue en phase vapeur par réaction chimique tandis que la MBE se fait sous ultraviolette par dépôt physique. Les vitesses de croissance typiques pour ces deux techniques de dépôt sont de l'ordre du micron par heure.

La gravure des rubans des guides se fait par ICP-RIE (Inductively Coupled Plasma – Reactive Ion Etching). C'est une gravure sèche qui s'effectue par l'effet combiné d'une réaction chimique entre les ions et la surface du substrat (gravure chimique) et du bombardement des ions (gravure physique). Le plasma utilisé pour nos guides est composé de  $\text{BCl}_3/\text{Cl}_2/\text{N}_2/\text{Ar}$ . Cela permet une gravure anisotrope, essentielle pour obtenir des flancs de guide droits et perpendiculaires à la surface du substrat, d'autant que la gravure est profonde (7  $\mu\text{m}$ ). Comme la gravure est en partie physique, il faut néanmoins prévoir une couche de résine assez épaisse car elle sera également attaquée.

#### iv. Résultats

Les guides obtenus ont été observés au microscope électronique à balayage (MEB) après leur fabrication pour un premier contrôle visuel. Les deux structures, guides de référence et guides OP, sont représentées sur la Figure III- 5. Elle montre des vues du dessus des guides, les flancs des rubans sont indiqués par des flèches.

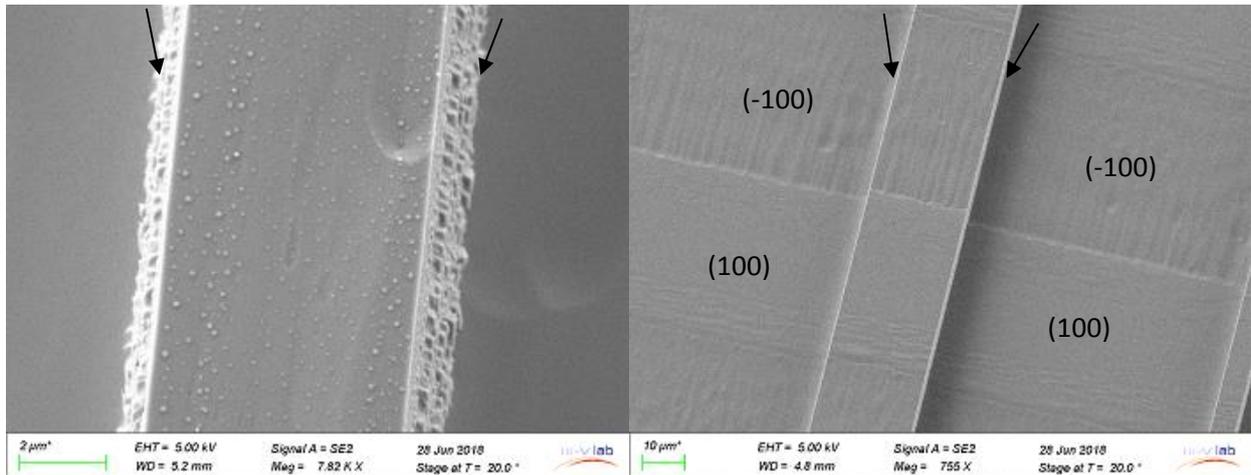


Figure III- 5 : Vue du dessus des guides de référence (à gauche) et OP (à droite)

Ces observations nous permettent plusieurs remarques. D'une part, on observe sur la première image de la Figure III- 5 une rugosité assez importante des flancs des guides survenue au cours de leur gravure. Cela aura une influence sur les pertes à la propagation dans les guides car le mode, en contact avec les parois du guide, sera diffracté. Les pertes liées à cette rugosité seront d'autant plus grandes que la longueur d'onde est petite. Néanmoins, on peut voir que le fond de gravure est propre et lisse. D'autre part, sur la photo de droite, on note que les deux orientations sont présentes sur les guides OP. Le collage, la gravure des réseaux et la reprise d'épitaxie se sont déroulés correctement. De plus, la gravure des deux orientations est homogène, le guide d'onde est donc uniforme sur toute sa longueur.

Ces premières observations montrent que les premières étapes de fabrication se sont bien déroulées, mais un problème a été rencontré lors de la gravure des rubans. Cela permet d'anticiper des pertes à la propagation a priori non négligeables qu'il reste maintenant à quantifier.

## 2. Mesures de pertes

Les mesures de pertes effectuées sur les guides GaAs qu'on trouve dans la littérature sont pour la plupart faites dans la bande télécom, autour de  $1,5 \mu\text{m}$ . Pour notre application, il est nécessaire d'effectuer de telles mesures à des longueurs d'onde moyen-infrarouge. Les valeurs résultantes permettront de juger de la pertinence d'expériences non linéaires si les pertes devaient être trop élevées. Une mesure de pertes a également été faite à  $2 \mu\text{m}$  à titre de comparaison.

### i. Principe

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer les pertes dans un guide d'onde, dont le cut-back et la méthode par résonance Fabry-Pérot.

La méthode du cut-back est assez simple à mettre en place, elle consiste à mesurer la puissance de sortie sur un même guide pour au moins deux longueurs de guide différentes, ce qui permet d'en déduire les pertes  $\alpha$  :

$$\alpha \text{ (dB/cm)} = 4,34 \frac{1}{L_1 - L_2} \ln \left( \frac{P_{out,2}}{P_{out,1}} \right) \quad \text{Éq III. 1}$$

Ce calcul repose néanmoins sur l'hypothèse d'un coefficient d'injection constant, ce qui n'est pas toujours assuré. En effet, l'injection est sensible et il est difficile de garantir les mêmes conditions expérimentales d'une mesure à l'autre. L'injection dépend aussi de la qualité de la facette qui est susceptible de changer lors du clivage. Cela reste tout de même un bon moyen pour donner un ordre de grandeur des pertes.

La méthode de mesure par résonance Fabry-Pérot a été proposée en premier par Regener [53] pour des guides en LiNbO<sub>3</sub>. Elle a également été démontrée sur des guides en semiconducteur par De Rossi *et al.* [54]. Elle s'appuie sur le fait que le guide agit comme une cavité. Ses facettes d'entrée et sortie, non traitées antireflets (AR), ont un coefficient de réflexion élevé (de l'ordre de 30%) ce qui permet d'observer en sortie de guide des franges d'interférence. Regener relie les pertes à la propagation au contraste des franges en définissant le coefficient de transmission du guide et le contraste K par :

$$T_{guide} = \frac{T^2 e^{-\alpha L}}{(1 - \tilde{R})^2 + 4\tilde{R} \sin^2 \left( \frac{\Phi}{2} \right)} \quad \text{Éq III. 2}$$

$$K = \frac{T_{guide,max} - T_{guide,min}}{T_{guide,max} + T_{guide,min}} \quad \text{Éq III. 3}$$

avec T le coefficient de transmission des facettes et  $\tilde{R}$  un coefficient qui combine la réflectivité des facettes et les pertes à la propagation tel que  $\tilde{R} = R e^{-\alpha L}$ .  $\Phi$  est la différence de phase entre deux ondes successives, qui vaut  $2kL$  quand le guide est éclairé avec une onde plane incidente normalement aux deux faces de la lame, L étant la taille du guide. Les franges peuvent s'obtenir en faisant varier la phase de l'onde injectée dans le guide, ce qui expérimentalement se traduit par une variation de la longueur d'onde du laser ou de l'indice du guide (en changeant la température de l'échantillon).

En développant K, on trouve une équation du second degré en  $\tilde{R}$  dont la solution est :

$$\tilde{R} = \frac{1 - \sqrt{1 - K^2}}{K} \quad \text{Éq III. 4}$$

Pour de faibles valeurs de K, un développement limité en zéro permet d'écrire  $\tilde{R} \sim \frac{K}{2}$ , ce qui conduit à :

$$\alpha = \frac{1}{L} (\ln(2) + \ln(R) - \ln(K)) \quad \text{Éq III. 5}$$

Il est donc possible d'estimer une valeur des pertes en mesurant le contraste des franges en connaissant la réflectivité des facettes. Un programme écrit sur Matlab permet ensuite de traiter les

données expérimentales en les comparant à une mesure de référence effectuée sans échantillon pour normaliser les mesures.

Les mesures de pertes ont été effectuées avec un QCL DFB Thorlabs à  $8\ \mu\text{m}$  (QD8050CM1) polarisé TM. On fait varier sa longueur d'onde sur quelques nanomètres en le modulant par un signal triangulaire grâce à un générateur de fonction. Cette modulation du courant entraîne également une variation de sa puissance. Pour en tenir compte, une acquisition sans échantillon est effectuée avec laquelle nous normalisons les acquisitions des pertes. La température du QCL est contrôlée par un refroidisseur thermo-électrique (TEC) et stabilisée à  $25^\circ\text{C}$ . L'injection se fait en espace libre. Pour l'alignement, on s'aide d'une caméra IR positionnée sur un rail fixé en sortie du QCL. On oriente d'abord le QCL de façon à ce que son faisceau soit bien parallèle au rail. Pour l'injection, on ajoute ensuite un objectif de microscope traité AR à  $8,5\ \mu\text{m}$  d'ouverture numérique 0,25. Après l'avoir centré sur le faisceau, on ajoute l'objectif de collection du signal de mêmes caractéristiques. En collimatant le faisceau en sortie d'objectif de collection, on en déduit la distance de travail des objectifs de microscope ( $\sim 4\ \text{mm}$ ), qui correspond à la moitié de leur espacement dans une telle configuration. L'échantillon est alors placé entre l'objectif d'injection et l'objectif de collection en laissant approximativement  $4\ \text{mm}$  entre ses facettes d'entrée / sortie et les objectifs correspondants. Il est maintenu sur son support par aspiration à l'aide d'une pompe. L'injection à proprement parler est effectuée en visualisant la sortie de l'objectif de collection à la caméra. On règle d'abord grossièrement la hauteur de l'échantillon, puis on optimise la position des objectifs tout en jouant plus finement sur la hauteur de l'échantillon. Une photo du système d'injection et collection composé des deux objectifs et de l'échantillon est présentée Figure III- 6, ainsi qu'un schéma complet du montage.

Le détecteur utilisé pour collecter le signal par la suite est une photodiode MCT refroidie.

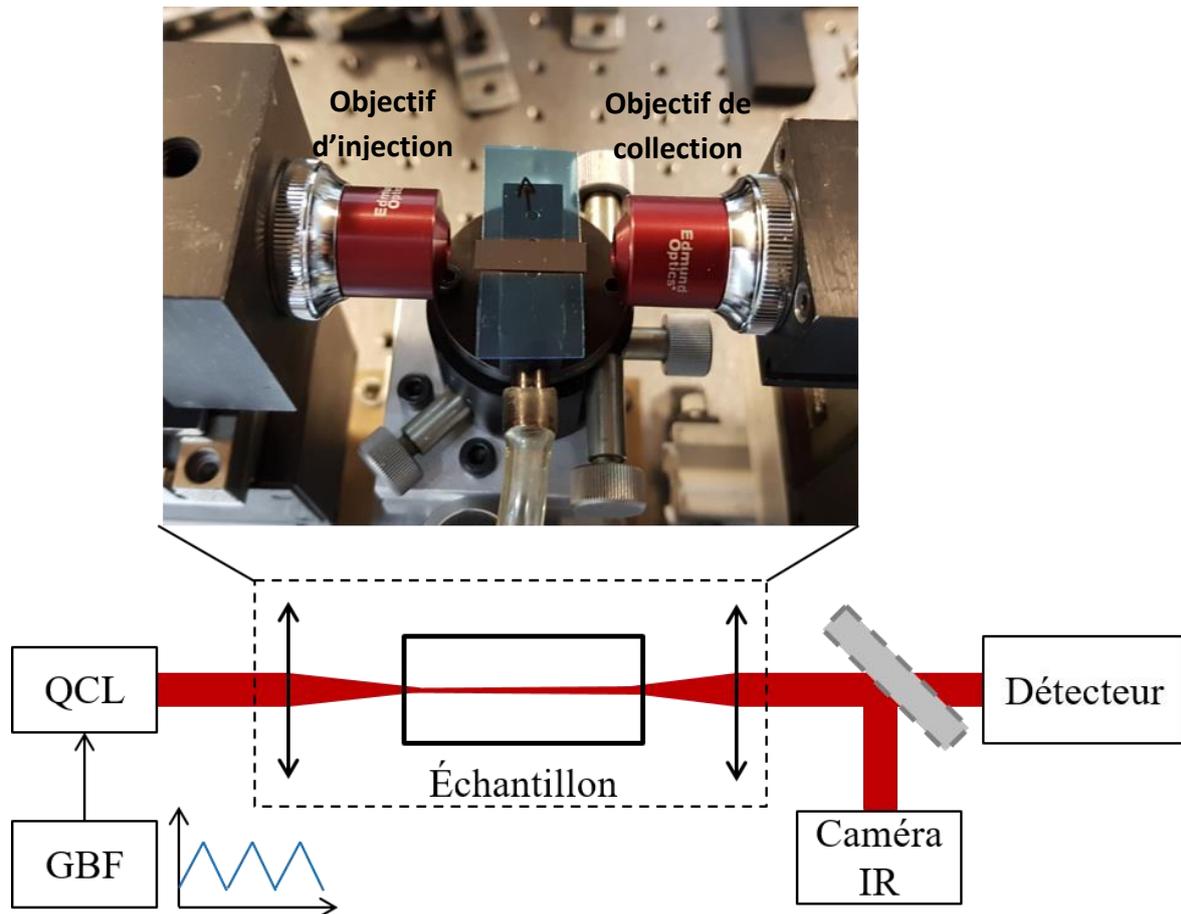


Figure III- 6 : Schéma du montage des mesures de pertes à  $8 \mu\text{m}$  et photo de l'injection dans l'échantillon

Pour contrôler ce qu'on rentre dans le détecteur, on place un miroir sur monture rabattable entre l'objectif de collection et le détecteur qui dirige le faisceau vers la caméra IR. Cela permet de vérifier que le signal reçu correspond bien à un guide et non pas à un mode plan par exemple. Cela permet également de rajuster l'injection d'une famille sur l'autre. En effet, l'échantillon n'est pas forcément parfaitement plan, un angle peut être involontairement introduit lors de sa fixation sur son support par exemple. Il est donc nécessaire de corriger sa hauteur lors d'un balayage et d'optimiser l'injection à l'aide de la caméra.

## ii. Résultats et analyse

Les données expérimentales des pertes à  $8 \mu\text{m}$  ont été obtenues dans des échantillons de référence ainsi que dans des guides OP pour une polarisation TM, sur toutes les largeurs de guide disponibles. Les figures suivantes regroupent ces mesures et une moyenne des pertes (ligne noire). Les différents points pour une même largeur de guide correspondent à des mesures effectuées sur des familles différentes.

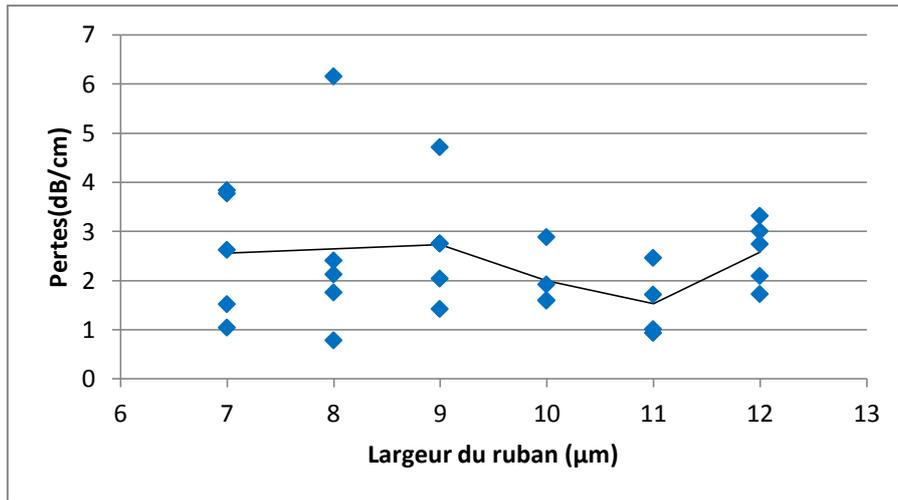


Figure III- 7 : Pertes dans les guides GaAs de référence à 8 μm, x=0,3

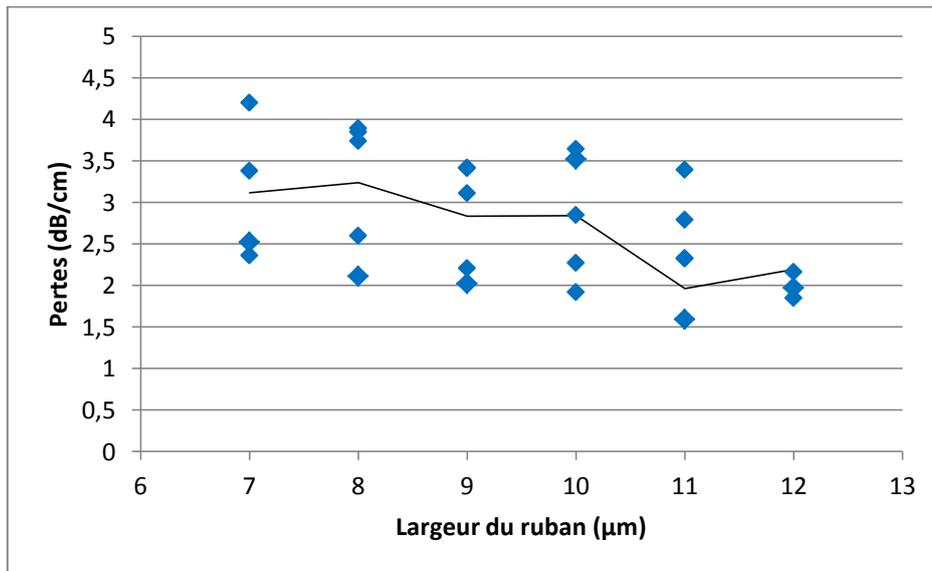


Figure III- 8 : Pertes dans les guides OP-GaAs à 8 μm, x=0,3

Les résultats montrent des pertes moyennes inférieures à 3 dB/cm pour les largeurs de guide supérieures à 8 μm et jusqu'à 1 dB/cm pour les meilleurs guides. Ces niveaux sont à l'état de l'art. Les pertes sont du même ordre pour les guides de référence et les guides OP, la structure OP apporte donc peu de pertes supplémentaires liées aux interfaces traversées par le faisceau entre deux orientations cristallines différentes, ce qui met une nouvelle fois en lumière la qualité de la croissance du GaAs sur le substrat-germe.

L'origine des pertes est principalement attribuée aux fuites dans la gaine et aux fuites à l'interface cœur/air via la rugosité des flancs du ruban et le fond de gravure. Ces résultats sont cohérents avec nos observations des guides au MEB. Ils sont assez satisfaisants pour poursuivre par des caractérisations non-linéaires aux grandes longueurs d'onde.

Les mesures de pertes à 2 μm ont été faites avec un laser DFB fibré à 1996 nm. L'injection en est simplifiée. En effet, en installant un objectif de microscope au-dessus de l'entrée de l'échantillon, on peut facilement aligner la fibre avec les guides et ainsi identifier directement le guide dans lequel on

injecte. L'injection est représentée Figure III- 9, on voit sur la photo la sortie fibrée du laser en face de l'échantillon sur lequel on distingue une zone de guides OP (sur le haut) et une zone de guides de référence (sur le bas). Le laser est modulé en courant, ce qui fait légèrement varier sa longueur d'onde. La fibre d'injection est à maintien de polarisation (PM), on injecte en mode TE. En sortie de guide, après l'objectif de collection du signal, on met un miroir sur monture rabattable qui renvoie le faisceau vers une caméra infrarouge pour vérifier la bonne injection dans les guides.

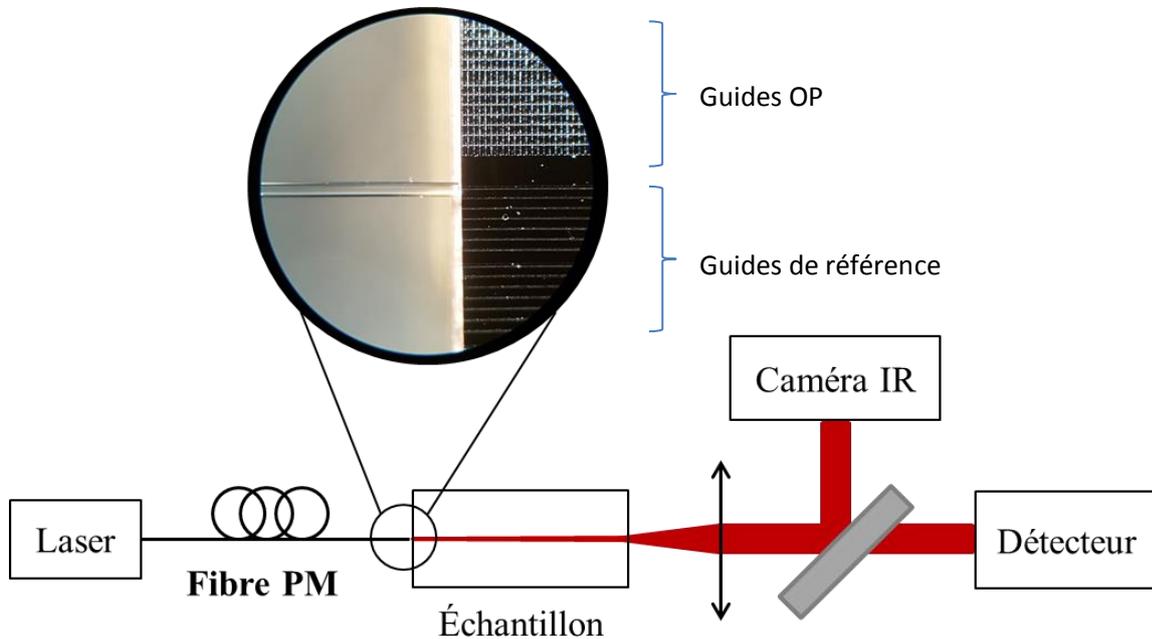


Figure III- 9 : Schéma du montage des mesures de pertes à 2  $\mu\text{m}$  et photo de l'injection dans l'échantillon.

Le contraste étant beaucoup plus faible que celui des mesures à 8  $\mu\text{m}$ , les acquisitions ont été plus délicates. Cela laissait présager des pertes à 2  $\mu\text{m}$  bien plus élevées. La Figure III- 10 rassemble les différentes mesures recueillies sur un échantillon de référence.

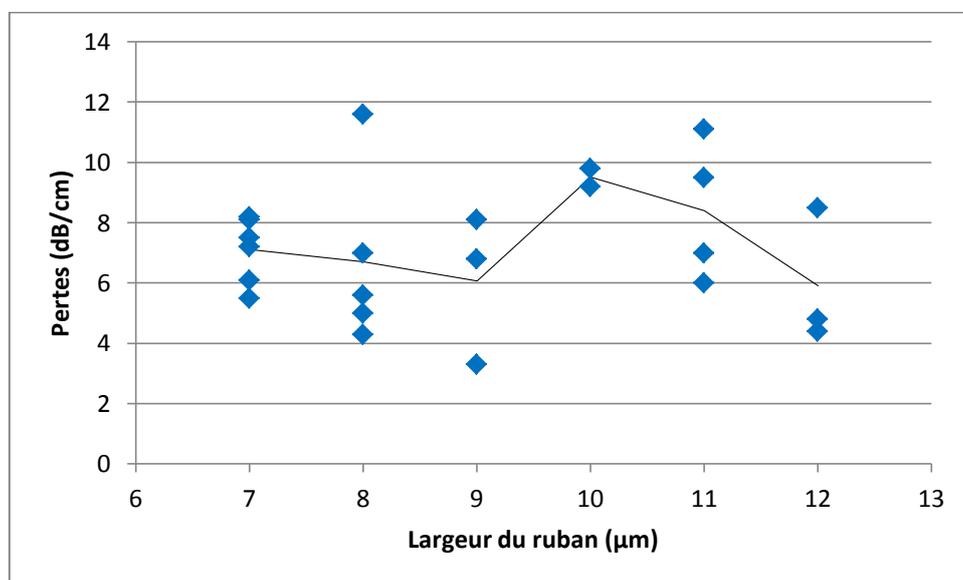


Figure III- 10 : Pertes dans des guides GaAs de référence à 2  $\mu\text{m}$ ,  $x=0,3$

Les pertes sont effectivement nettement plus élevées que celles mesurées à 8  $\mu\text{m}$ . On peut noter qu'à ce niveau de contraste, la mesure est moins précise donc moins fiable. On peut estimer l'erreur sur la mesure de pertes :

$$|\Delta\alpha| = \frac{4,34}{L} \times \frac{|\Delta K|}{K} \quad \text{Éq III. 6}$$

Ici, notre échantillon fait 11,5 mm, le contraste est de l'ordre de 0,05. On trouve une erreur de l'ordre de 1 dB/cm sur les pertes moyennes les plus basses et jusqu'à 2 dB/cm pour les pertes les plus élevées.

Au vu des incertitudes, ces mesures ne nous permettent pas de conclure quantitativement sur les pertes de nos échantillons autour de 2  $\mu\text{m}$ , d'autant que nos guides ne sont pas tous monomodes à cette longueur d'onde. Il est donc possible que l'on perde de la puissance dans des modes d'ordres supérieurs. On pouvait toutefois s'attendre à avoir des pertes supérieures à celles à 8  $\mu\text{m}$  puisqu'aux basses longueurs d'onde, les rugosités du guide ont plus d'impact sur les pertes à la propagation.

Les mesures de pertes sont encourageantes pour poursuivre avec les expériences non-linéaires. La valeur moyenne des pertes de 3 dB/cm en moyen-infrarouge implique que la puissance injectée sera réduite de moitié dans un guide de 1 cm de long. C'est de l'ordre de grandeur de la taille des échantillons que nous utiliserons. Cela reste donc raisonnable d'autant plus que pour un échantillon donné, plusieurs guides de mêmes caractéristiques sont disponibles, nous pourrions donc identifier le plus performant. Les caractérisations non-linéaires auront pour but de comparer les points expérimentaux obtenus à nos courbes de QAP théoriques pour voir si les données concordent ou s'il y a besoin de rajuster le calcul de nos périodes de QAP.

### **3. Expérience de SHG**

La SHG est une expérience relativement simple à mettre en place pour vérifier les calculs sur lesquels reposent les périodes de QAP de nos guides, nous disposons de détecteurs suffisamment sensibles en IR pour cette caractérisation.

#### **i. Calculs préliminaires**

Au préalable, il est nécessaire de vérifier que les périodes de quasi-accord de phase de nos échantillons nous permettent le doublage de fréquence des lasers que nous avons à notre disposition. La Figure III- 11 montre les périodes de quasi-accord de phase théoriques nécessaires pour faire du doublage de fréquence pour différentes largeurs de guide en fonction de la longueur d'onde fondamentale.

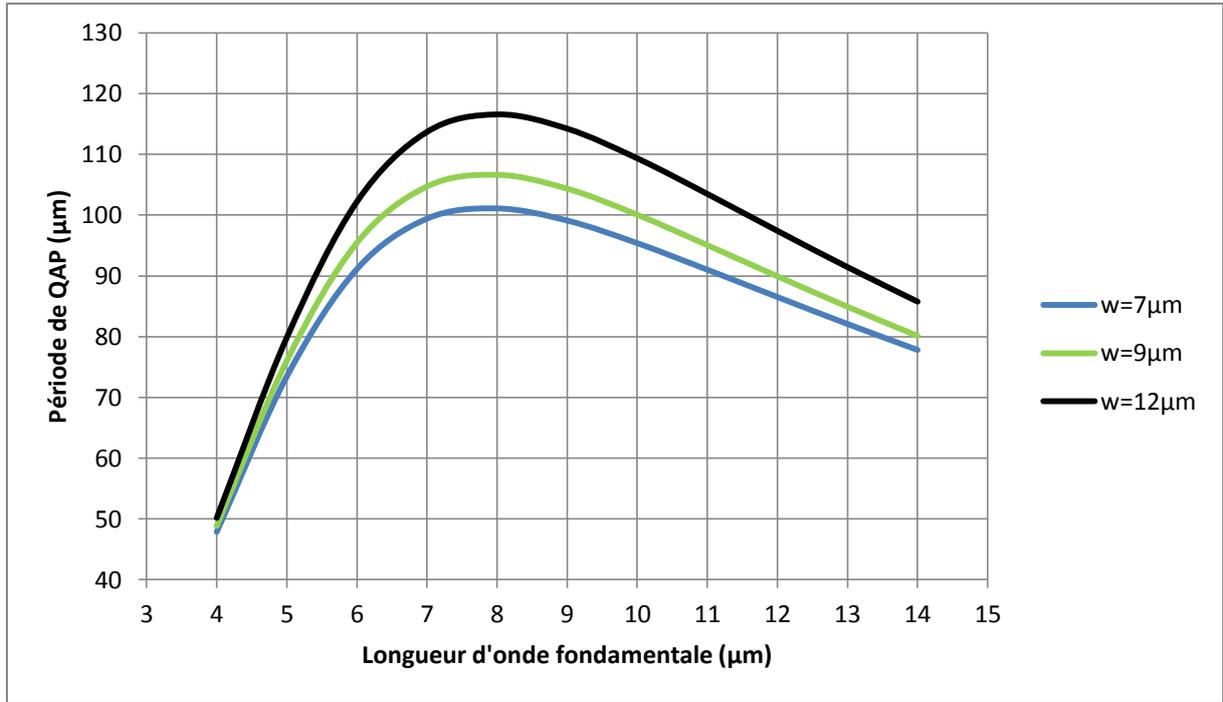


Figure III- 11 : Périodes de QAP nécessaires pour la SHG en fonction de la longueur d'onde fondamentale pour différentes largeurs de guides OP-GaAs,  $x=0,3$

Pour rappel, notre masque contient des périodes de QAP entre 85 et 110  $\mu\text{m}$ , ce qui laisse a priori une large plage accessible pour des longueurs d'onde fondamentales supérieures à 5  $\mu\text{m}$ .

Dans leur article [55], Fejer *et al.* étudient les tolérances du quasi-accord de phase pour de la SHG dans des matériaux massifs, notamment pour une variation de la longueur d'onde. La normalisation de la puissance du second harmonique évolue en  $\text{sinc}^2(\Delta kL/2)$ .  $\Delta k$  peut être développé en série de Taylor au premier ordre en  $\lambda_0$ , qui est la longueur d'onde pour laquelle le QAP est réalisé, où le  $\text{sinc}^2$  vaut 1 et  $\Delta k$  est nul :

$$\Delta k(\lambda) = \Delta k(\lambda_0) + \frac{\partial \Delta k(\lambda)}{\partial \lambda} (\lambda - \lambda_0) \quad \text{Éq III. 7}$$

$$\Delta k(\lambda) = \frac{\partial \Delta k(\lambda)}{\partial \lambda} \frac{\delta \lambda}{2} \quad \text{Éq III. 8}$$

$\delta \lambda$  représente l'acceptance spectrale de la SHG.  $\Delta k(\lambda)$  est la valeur de  $k$  pour laquelle  $\text{sinc}^2(\Delta kL/2)$  vaut  $1/2$ , ce qui correspond à  $\Delta kL/2 = 0,4429\pi$ .

$$\delta \lambda = \frac{4\pi}{L} \times 0,4429 \left| \frac{\partial \Delta k}{\partial \lambda} \right|^{-1} \quad \text{Éq III. 9}$$

$\Delta k = k_{2\omega} - 2k_{\omega} - K_m$ , avec  $K_m = \frac{2\pi m}{\Lambda}$ .  $K_m$  est indépendant de la longueur d'onde, sa dérivée en  $\lambda$  est nulle. En développant l'expression précédente, on trouve :

$$\delta\lambda = \frac{0,4429 \cdot \lambda}{L} \times \left| \frac{n_{2\omega} - n_{\omega}}{\lambda} + \frac{\partial n_{\omega}}{\partial \lambda} - \frac{1}{2} \frac{\partial n_{2\omega}}{\partial \lambda} \right|^{-1} \quad \text{Éq III. 10}$$

$n_{\omega}$  et  $n_{2\omega}$  sont les indices des ondes fondamentale et harmonique respectivement,  $L$  est la longueur de l'échantillon. Nous avons calculé l'acceptance spectrale en prenant les indices effectifs des guides donnés par Fimmwave.

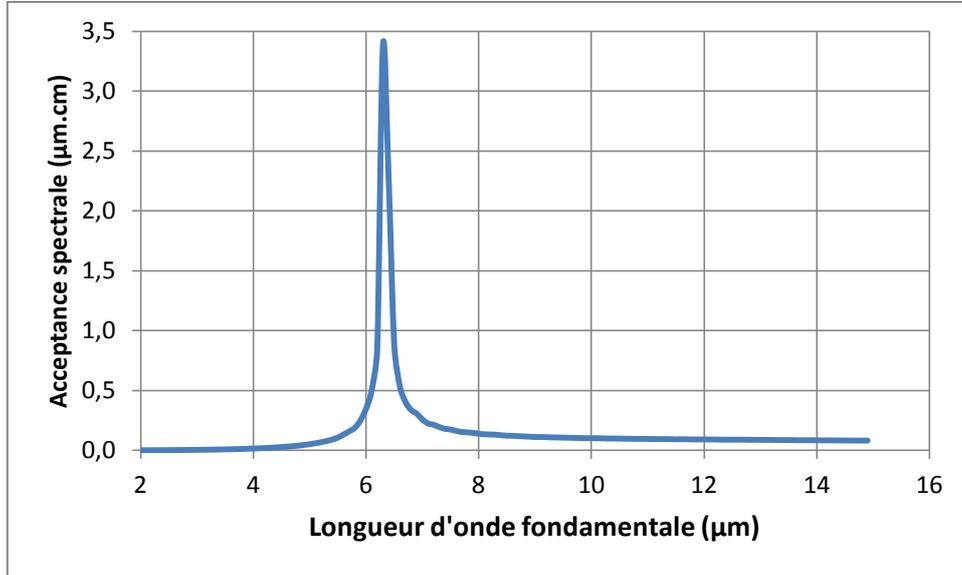


Figure III- 12 : Acceptance spectrale pour un guide ruban de largeur 12 µm

Notre choix de source s'est porté sur un laser accordable sur plusieurs centaines de nanomètres, entre 10,1 et 10,75 µm pour permettre un balayage en longueur d'onde. En effet, d'après nos calculs Figure III- 12, l'acceptance spectrale sera d'environ 150 nm pour un échantillon de 1 cm de longueur. Il est utile de faire varier la longueur d'onde fondamentale pour ajuster d'éventuelles erreurs de calcul et vérifier l'évolution de la puissance de sortie en fonction de la longueur d'onde. Ce choix de source combiné aux différents guides disponibles, tant par leur largeur que par leur période de QAP, laisse une marge de manœuvre raisonnable pour observer de la SHG.

## ii. Montage expérimental

Le laser de pompe utilisé est un OPA (amplificateur paramétrique optique) pulsé accordable entre 10,1 et 10,75 µm, de longueur d'impulsion 200 ns, polarisé TE. Son architecture est décrite en [56].

L'injection se fait en espace libre. On place en sortie de l'OPA une ou deux densités optiques en fonction de la mesure effectuée pour ne pas saturer les détecteurs. Un système périscopique remonte le faisceau, puis une lentille de collimation permet l'injection dans l'échantillon. En sortie, on place un objectif de microscope pour collecter le signal. On utilise un miroir sur monture rabattable pour diriger le faisceau vers le détecteur à 10 µm ou le détecteur à 5 µm. Les deux détecteurs sont des photodiodes en MCT refroidies thermo-électriquement, utilisées avec un préamplificateur transimpédance. Le détecteur à 5 µm coupe les longueurs d'onde supérieures à 6 µm, aussi on est assuré de ne mesurer que le signal de SHG.

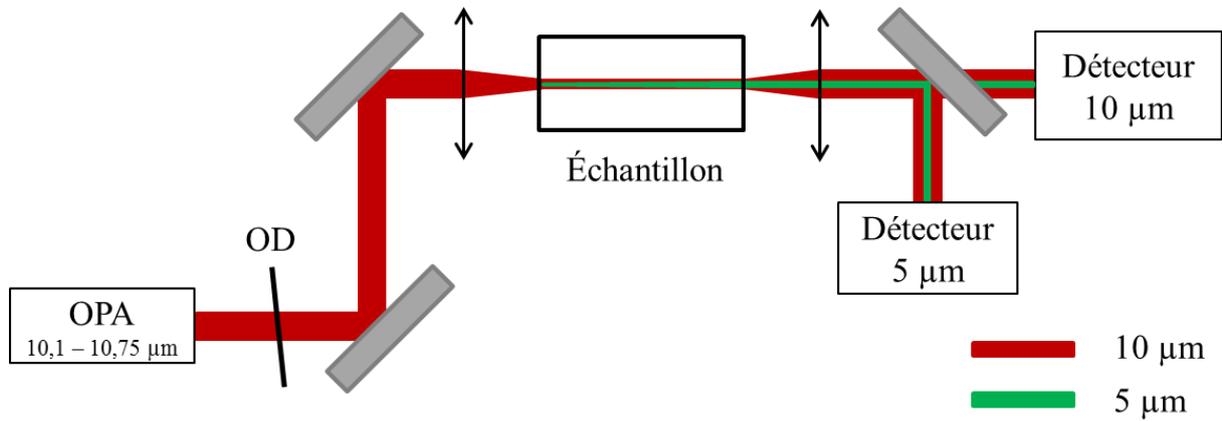


Figure III- 13 : Schéma du montage expérimental

La procédure d'injection dans l'échantillon est la même que celle décrite pour la mesure de pertes à 8  $\mu\text{m}$ , avec la même caméra IR. Une fois qu'on a identifié les guides pour lesquels on a du signal SHG, on vérifie l'injection à la caméra avant de relever les signaux aux détecteurs pour optimiser le signal reçu.

### iii. Comparaison des résultats avec la théorie

Des résultats de SHG ont été obtenus pour 3 échantillons différents. Une première série de mesures permet de vérifier que la puissance du second harmonique varie bien avec le carré de la puissance du fondamental :  $P_{2\omega} \propto P_{\omega}^2$ . La courbe est tracée pour une longueur d'onde de 10,22  $\mu\text{m}$ , où le signal collecté en sortie d'échantillon 1 est maximum sur la Figure III- 15 ( $\text{sinc}^2=1$ ). La courbe de tendance est tracée telle que  $P_{out}^{5\mu m}(\mu W) = 0,05 (P_{in}^{10\mu m}(mW))^2$ . Les points obtenus pour les plus faibles signaux de SHG sont moins bien superposés à la courbe mais le signal reçu étant faible et assez bruité, l'incertitude de mesure est plus grande.

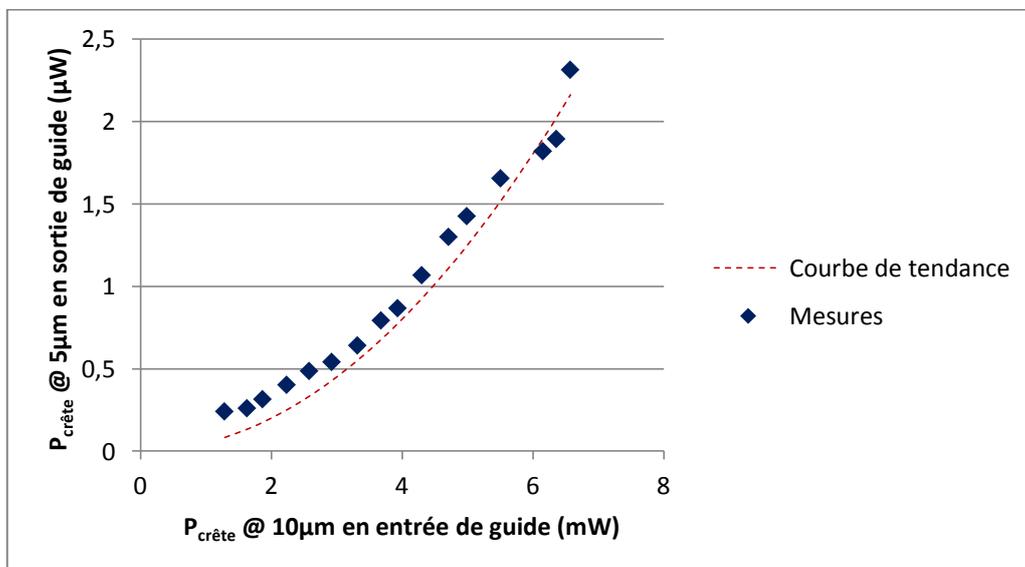


Figure III- 14 : Exemple d'évolution du signal de SHG avec la puissance injectée

L'efficacité de conversion théorique pour un guide de 19 mm de long sans pertes, calculée selon l'Éq I. 14 pour  $\Delta k=0$ , est de  $24\%.W^{-1}$ . Le calcul du rendement tenant compte des pertes est le suivant [57] :

$$\eta_{SHG, guidé}(\alpha_{\omega}, \alpha_{2\omega}) = \frac{2\omega^2 d_{eff}^2}{\epsilon_0 c^3 n_{2\omega, eff} n_{\omega, eff}^2} \frac{1}{A_{eff}} P_{\omega} h(\alpha_{\omega}, \alpha_{2\omega}, l) \quad \text{Éq III. 11}$$

Avec

$$h(\alpha_{\omega}, \alpha_{2\omega}, l) = \left[ \frac{\exp(-\alpha_{\omega} l) - \exp(-\alpha_{2\omega} l/2)}{\alpha_{\omega} - \alpha_{2\omega}/2} \right]^2 \quad \text{Éq III. 12}$$

En prenant des pertes de 2 dB/cm (valeur moyenne mesurée à 8  $\mu m$ ) pour le fondamental et pour le second harmonique, l'efficacité est réduite à  $6,5\%.W^{-1}$ , ce qui montre l'utilité de réduire au mieux les pertes dans les guides d'onde. Le rendement expérimental est estimé à  $5\%.W^{-1}$ . Pour ce calcul, les réponses des détecteurs et la transmission des densités utilisées ont été caractérisés au mieux et les résultats sont cohérents. Une expérience de SHG dans des guides OP-GaAs a déjà été rapportée dans la littérature [58]. La conversion de 4 vers 2  $\mu m$  montrait une efficacité de  $21\%.W^{-1}$  pour une efficacité théorique de  $28\%.W^{-1}$ . Le rendement de conversion est plus élevé pour des petites longueurs d'onde (dépendance en  $\omega^2$  visible dans l'Éq III. 11). De plus, les guides d'onde utilisés dans la référence [58] sont plus confinés et présentent moins de pertes, il est donc normal que leur efficacité de conversion soit plus élevée.

Grâce à la plage d'accordabilité de notre OPA, nous avons également pu tracer la courbe normalisée d'évolution du signal de SHG en fonction de la longueur d'onde ainsi que sa fonction d'ajustement théorique  $\text{sinc}^2(\Delta kL/2)$ . Les courbes théoriques ont été obtenues avec nos indices effectifs, pour des périodes de QAP ajustées de façon à ce que le maximum de la fonction corresponde à celui obtenu avec les points expérimentaux. Ces courbes sont représentées sur la Figure III- 15. Les caractéristiques des échantillons sont présentées dans le Tableau III- 1.

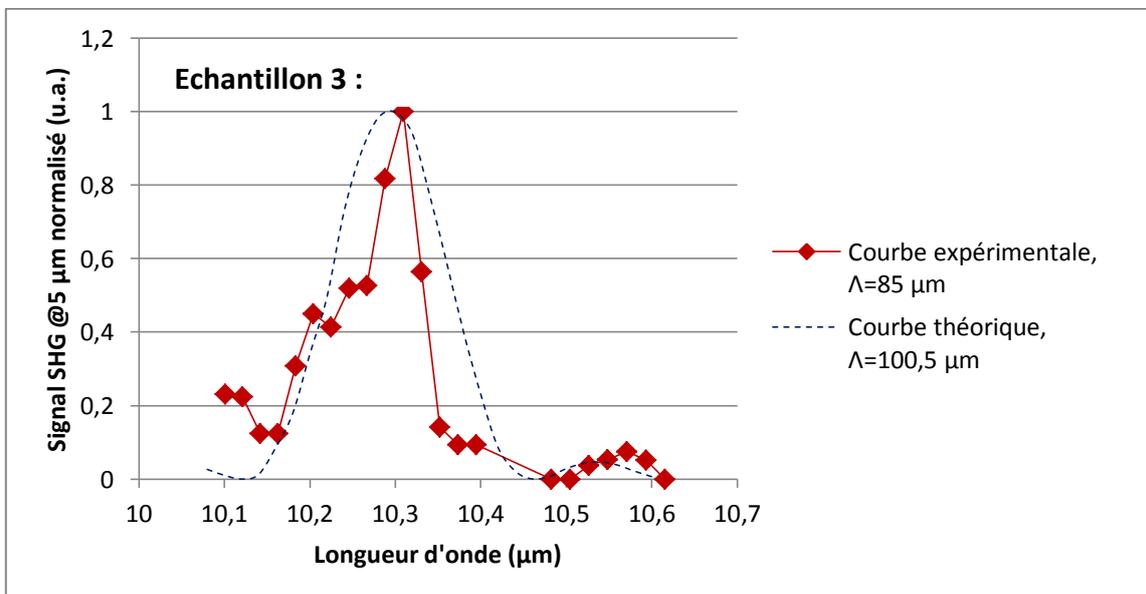
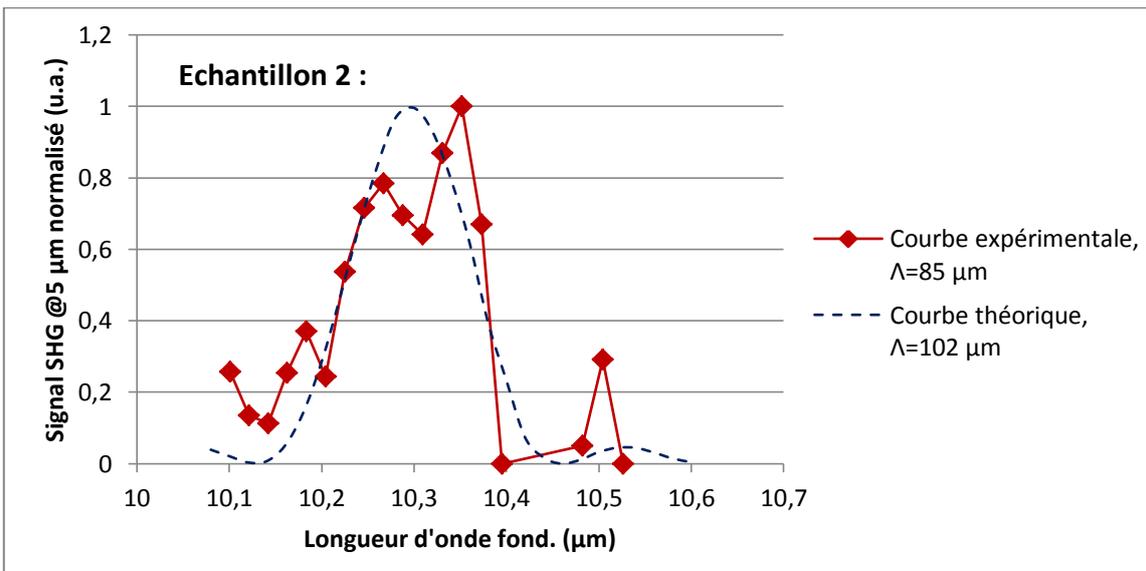
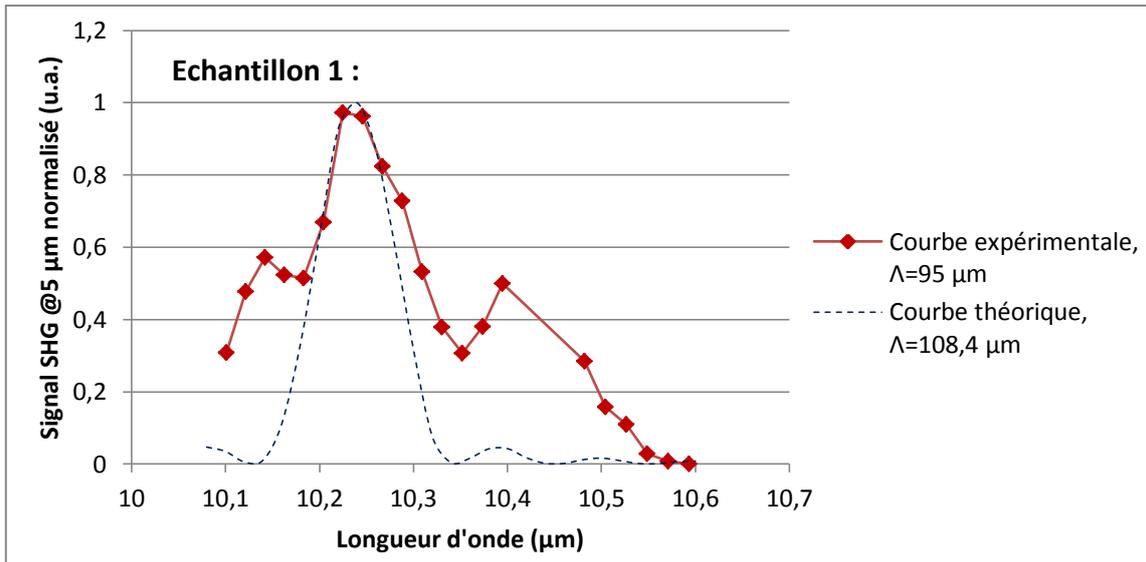


Figure III- 15 : Evolution du signal SHG avec la longueur d'onde pour les échantillons 1, 2 et 3

Il y a une bonne correspondance entre les points expérimentaux et les courbes théoriques pour l'emplacement des pics secondaires. L'acceptance spectrale est relativement concordante, bien qu'un peu plus élevée dans l'expérience pour l'échantillon n°1. Elle reste néanmoins cohérente avec les simulations et peut provenir d'imprécisions dans les relevés du signal. Pour ce même échantillon, on note aussi une amplitude des pics secondaires assez importante. Ceci peut être lié à des imprécisions des relevés du signal mais aussi à des défauts de structure du réseau de QAP [55].

Le Tableau III- 1 associe aux échantillons leurs différents paramètres : largeur du ruban  $w$ , portion d'aluminium dans la gaine  $x$ , longueur  $L$ , période de QAP  $\Lambda_{exp}$  ainsi que les périodes de QAP utilisées pour les courbes théoriques  $\Lambda_{th}$  du guide.

Tableau III- 1 : Caractéristiques des 3 échantillons utilisés pour la SHG

| N° échantillon | $w$ ( $\mu\text{m}$ ) | $x$ | $L$ (mm) | $\Lambda_{exp}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\Lambda_{th}$ ( $\mu\text{m}$ ) |
|----------------|-----------------------|-----|----------|-----------------------------------|----------------------------------|
| 1              | 12                    | 0,3 | 19       | 95                                | 108,4                            |
| 2              | 10                    | 0,3 | 11,5     | 85                                | 102                              |
| 3              | 10                    | 0,4 | 11,5     | 85                                | 100,5                            |

En comparant les deux dernières colonnes, on s'aperçoit que l'écart entre les périodes de QAP expérimentales et théoriques est de l'ordre de 20%. Cet écart est plutôt conséquent mais peut s'expliquer par les imprécisions des indices utilisés pour les longueurs d'onde moyen-infrarouge. Nous proposons dans la suite de modifier les indices effectifs utilisés pour les calculs des périodes de QAP afin que nos simulations reflètent les résultats obtenus jusqu'ici et permettent de rectifier les périodes nécessaires à la génération de spectres larges dans des guides pompés à 3  $\mu\text{m}$ .

#### iv. Correction des indices effectifs

Les trois points expérimentaux obtenus montrent un décalage entre les périodes de QAP calculées à partir des indices effectifs modélisés par le logiciel Fimmwave et les périodes utilisées expérimentalement. Ceci peut être lié aux indices utilisés pour les matériaux en jeu, et plus particulièrement à l'AlGaAs, pour lequel l'équation de Sellmeier n'est valable que pour des longueurs d'onde inférieures à 3  $\mu\text{m}$ .

Ces résultats permettent d'estimer une correction de l'indice effectif du guide en fonction de sa largeur, de la concentration en aluminium dans sa gaine et de la longueur d'onde d'après l'Éq III. 13. Pour que la correction soit la plus juste possible, les guides ont été observés au MEB afin de vérifier leurs largeurs  $w$ . Les valeurs réelles sont reportées dans le Tableau III- 2. Il s'agira donc de corriger la courbe de QAP en fonction de la longueur d'onde de pompe en faisant correspondre chaque valeur prévue à celle trouvée expérimentalement. On pourra ainsi calculer les périodes de QAP corrigées selon l'Éq III. 14.

$$n_{eff,corr}(\lambda) = n(\lambda) - i * \lambda ; i = cste * \frac{x}{w} \quad \text{Éq III. 13}$$

$$\Lambda_{corr} = \frac{\lambda_{SHG}}{|n_{eff,corr}(\lambda_{SHG}) - n_{eff,corr}(\lambda_f)|} \quad \text{Éq III. 14}$$

Tableau III- 2 : Valeurs expérimentales utilisées pour la correction des indices effectifs

| $\lambda_f$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\Lambda_{\text{exp}}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $x$ | $w_{\text{mes}}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $w_{\text{th}}$ ( $\mu\text{m}$ ) | cste  |
|-------------------------------|--|-----|------------------------------------|-----------------------------------|-------|
| 10,23                         | 95                                       | 0,3 | 11                                 | 12                                | 0,037 |
| 10,29                         | 85                                       | 0,3 | 8,2                                | 10                                | 0,038 |
| 10,3                          | 85                                       | 0,4 | 9,5                                | 10                                | 0,037 |

On constate un écart entre les valeurs théoriques et mesurées des largeurs des guides. Ceci est lié à l'étape de gravure : les structures sont protégées par un masque mais la gravure étant longue et en partie physique, ce masque est consommé. Les zones délimitées pour la gravure, qui définissent les guides, rétrécissent.

Les trois valeurs de constantes trouvées par cette méthode sont très proches, ce qui rend le calcul cohérent. Nous avons retenu la valeur  $cste=0,037$  pour recalculer les périodes de QAP compatibles avec notre application. La Figure III- 16 présente les courbes de QAP obtenues avec cette correction d'indice pour l'application initialement visée, la génération de spectres larges dans les guides OP-GaAs pompés à  $2,8 \mu\text{m}$ .

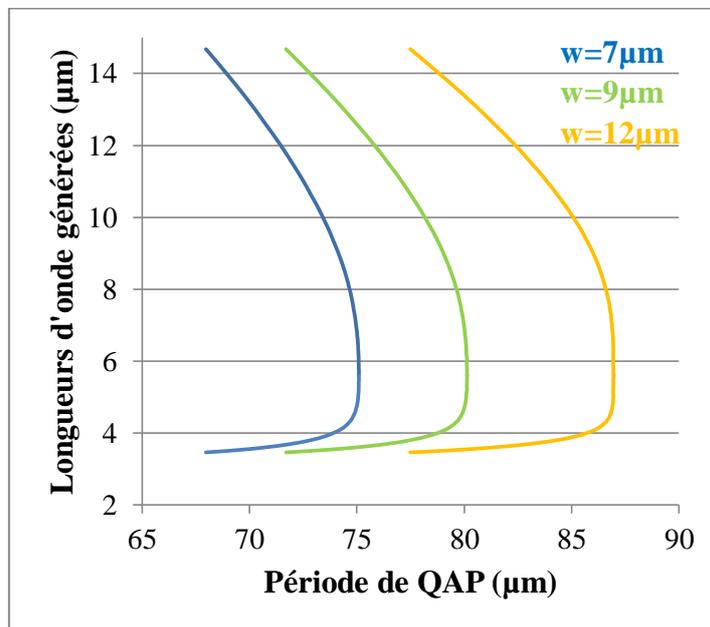


Figure III- 16 : Périodes de QAP corrigées pour une longueur d'onde de pompe de  $2,8 \mu\text{m}$ ,  $x=0,3$

Les corrections apportées montrent que les périodes de QAP de nos échantillons sont mal adaptées aux courbes de QAP recalculées. En effet, notre plus petite période de QAP disponible ( $85 \mu\text{m}$ ) ne permettrait de la génération paramétrique que pour les guides les plus larges,  $w=11 \mu\text{m}$  et  $w=12 \mu\text{m}$  ; or, comme vu au MEB, les largeurs réelles de nos guides sont inférieures à celles initialement prévues. Il a donc fallu lancer la fabrication de nouveaux échantillons avec des périodes de QAP plus petites, que nous avons choisies entre  $70$  et  $85 \mu\text{m}$  par pas de  $5 \mu\text{m}$ .

#### 4. Génération paramétrique dans les guides OP-GaAs

En attendant la fabrication des nouveaux échantillons avec les périodes de QAP recalculées, nous avons pompé les guides que nous avons à disposition avec des longueurs d'onde un peu plus hautes que prévues. Les courbes de QAP présentant à période de QAP fixée les longueurs d'onde générées en fonction de la longueur d'onde de pompe sont tracées Figure III- 17, pour une période de QAP de 85  $\mu\text{m}$ . Elles montrent que des résultats peuvent être attendus en pompant à des longueurs d'onde supérieures à 2,8  $\mu\text{m}$ . En théorie, le guide de 12  $\mu\text{m}$  de large devrait également donner des résultats à partir de 2,75  $\mu\text{m}$  mais il y a une incertitude sur les largeurs réelles des guides.

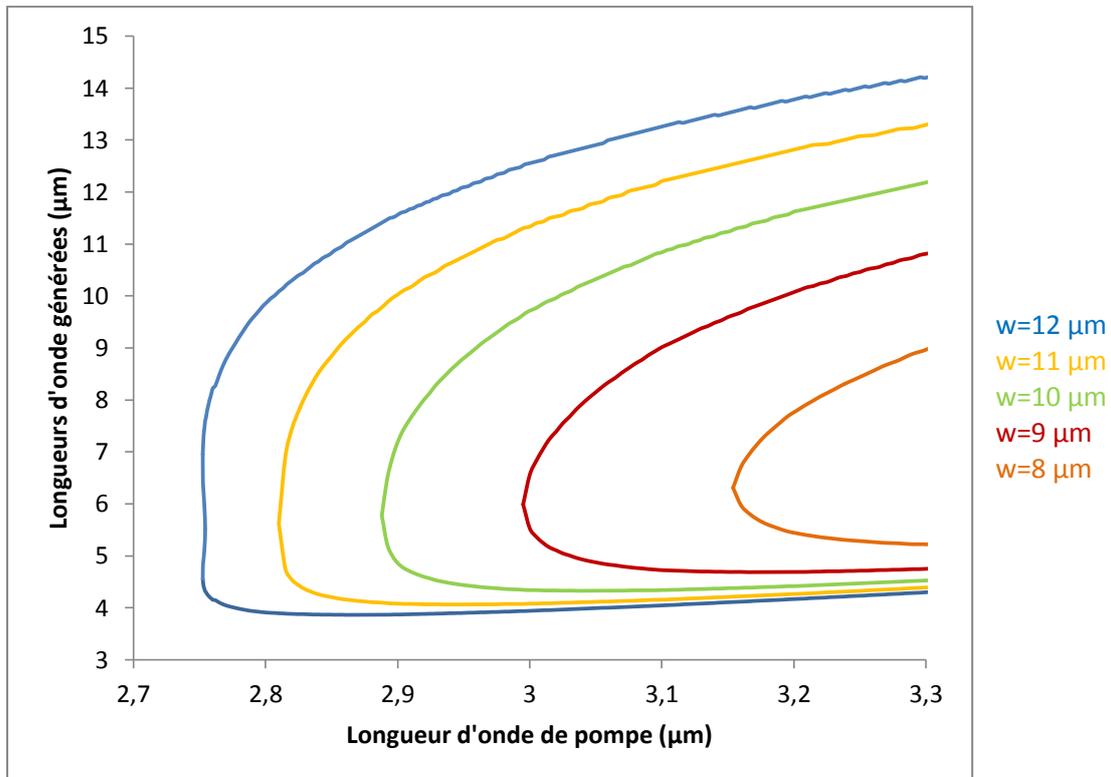


Figure III- 17 : Courbes de QAP pour une période de 85  $\mu\text{m}$ ,  $x=0,3$

Les expériences ont été menées au CORIA qui a développé la source laser utilisée pour le pompage des guides. Nous avons utilisé un échantillon de 14,5 mm de long et de 85  $\mu\text{m}$  de période de QAP. Le laser de pompe est un laser à fibre en verre fluoré dopée erbium délivrant des impulsions inférieures à 300 fs à une longueur d'onde accordable entre 2,9 et 3,1  $\mu\text{m}$ . La sortie du laser est en espace libre, elle est injectée dans les guides avec un objectif de microscope d'ouverture numérique 0,25 et collectée avec une lentille en ZnSe pour être injectée dans le FTIR Thorlabs qui couvre la bande spectrale entre 1 et 12  $\mu\text{m}$ . La longueur d'onde varie en fonction du courant de la diode laser. De la génération paramétrique a été observée pour plusieurs valeurs de courant qui correspondent à des pompes entre 2,9 et 3,1  $\mu\text{m}$ . Un exemple de spectre obtenu est montré Figure III- 18. On y voit les longueurs d'onde signal et complémentaire à 4,076 et 11,67  $\mu\text{m}$  respectivement. La longueur d'onde de pompe correspondante est calculée à partir de ces valeurs et pour chaque autre point en appliquant :

$$\lambda_p = \left( \frac{1}{\lambda_s} + \frac{1}{\lambda_c} \right)^{-1}$$

Éq III. 15

Dans le cas de la Figure III- 18, la longueur d'onde de pompe est de 3,02  $\mu\text{m}$ . Le « signal » entre les longueurs d'onde signal et complémentaire correspond au plancher de bruit du FTIR.

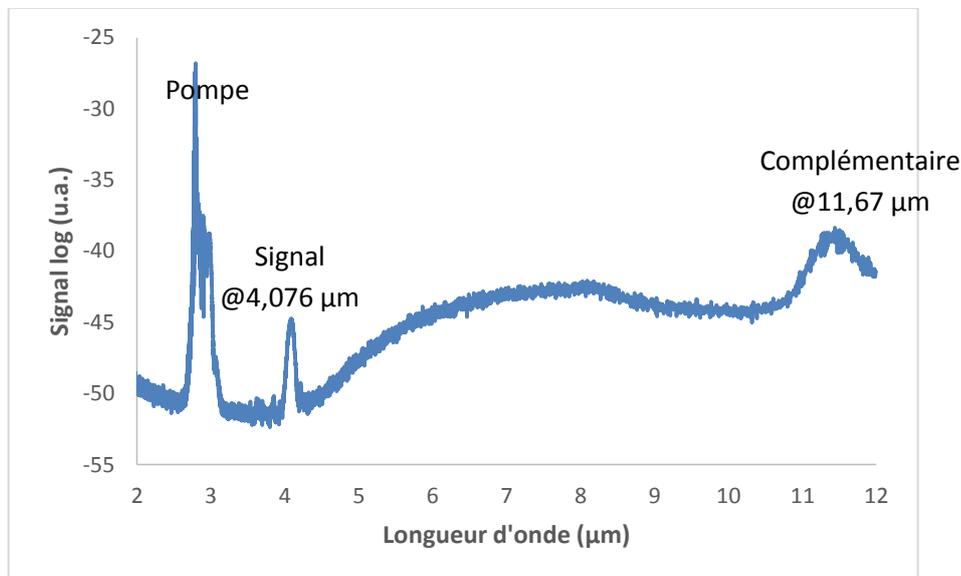


Figure III- 18 : Exemple de spectre observé en sortie d'échantillon

Les résultats sont principalement obtenus dans des guides de 11  $\mu\text{m}$  de large. La superposition des points expérimentaux aux courbes théoriques est présentée sur la Figure III- 19. La correspondance entre mesures et calculs est très bonne.

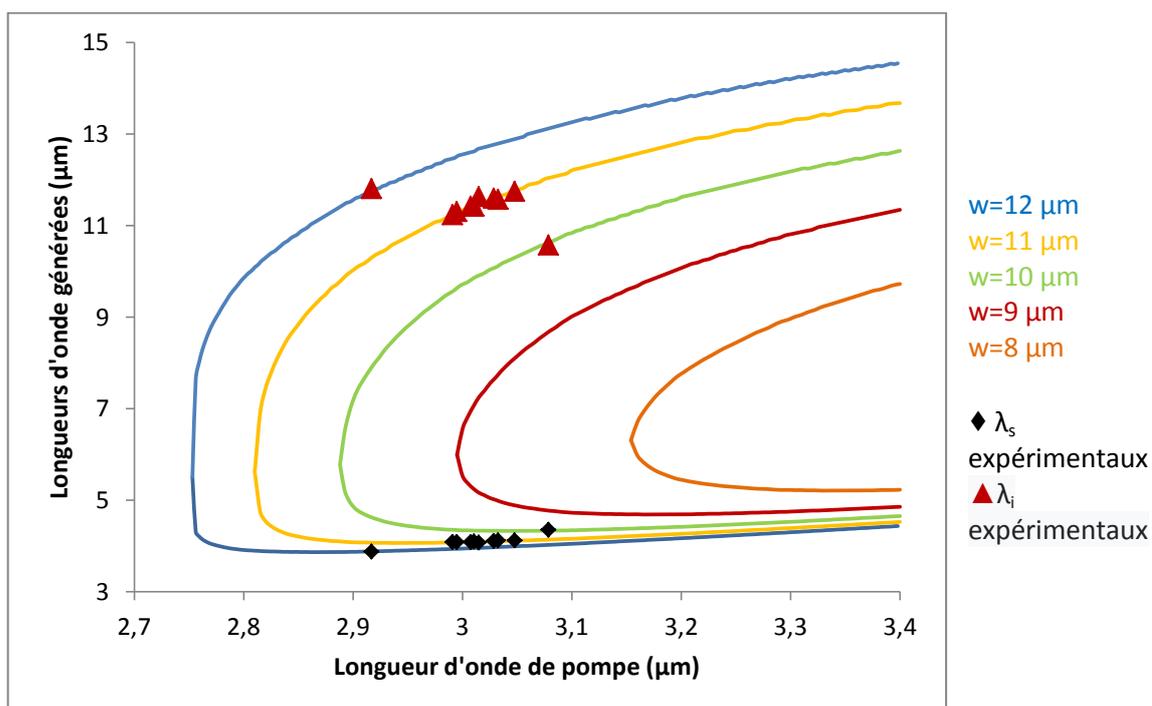


Figure III- 19 : Superposition des points expérimentaux obtenus aux courbes théoriques

L'absence de résultat dans les guides les plus fins peut s'expliquer par un niveau de signal paramétrique trop faible pour être détecté par le FTIR en raison des pertes à la propagation plus importantes, le signal détecté dans les guides plus larges étant déjà proche du plancher de bruit du FTIR.

La puissance injectée dans les échantillons pour ces expériences de génération paramétrique est de l'ordre de 5 kW, soit  $5 \cdot 10^9$  W/cm<sup>2</sup>. Cette valeur est en accord avec le seuil OPG calculé Figure II- 17 pour une impulsion de 200 fs dans un échantillon de même longueur que celui utilisé pour les expériences, soit 14,5 mm.

Des simulations ont été réalisées par Sébastien Février, Professeur à l'université de Limoges, dans le cadre du contrat de recherche BISCOT financé par l'ANR. Le logiciel a été intégralement conçu et réalisé à XLIM pendant l'exécution du contrat. Le logiciel résout l'équation de l'enveloppe généralisée et prend en compte les effets nonlinéaires quadratiques et cubiques (Kerr et Raman). Les résultats présentés Figure III- 20 ont été obtenus pour un guide d'onde de 11  $\mu$ m de large et 2 kW de puissance crête en entrée à 3  $\mu$ m. La longueur du guide est variée entre 6 et 25 mm.

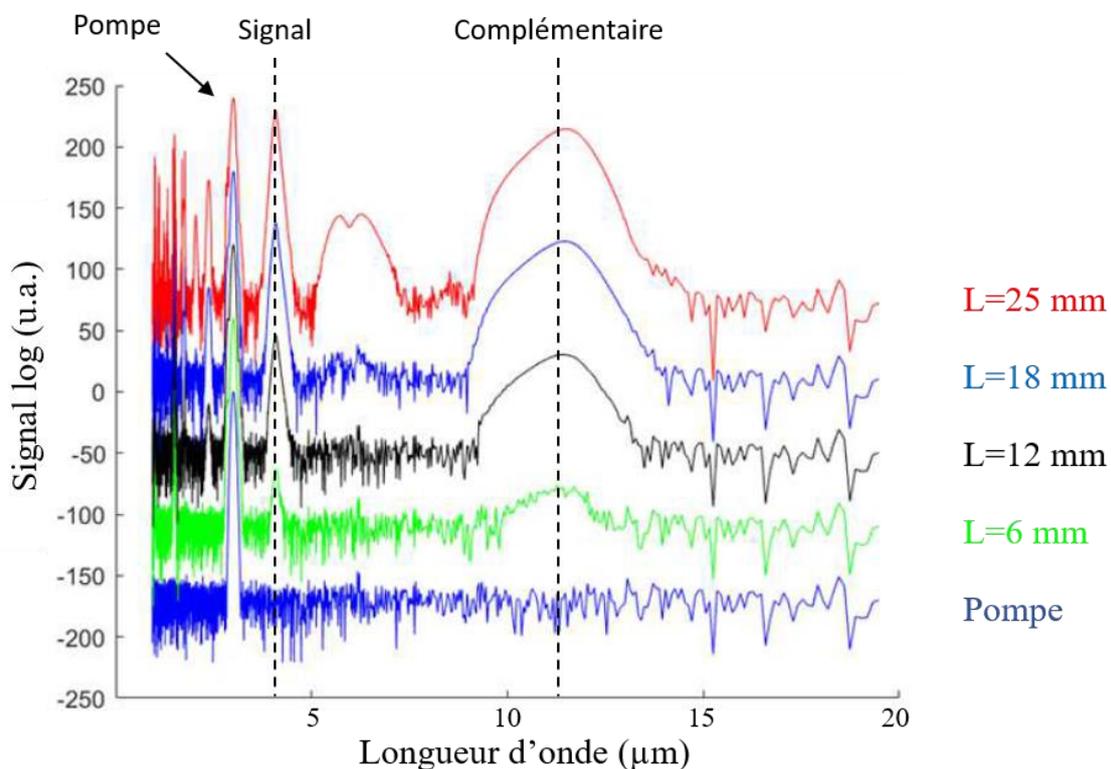


Figure III- 20 : Résultats de simulation de génération paramétrique dans un guide de 11  $\mu$ m de large pour une pompe de 3  $\mu$ m

Les données obtenues Figure III- 20 concordent avec nos résultats expérimentaux : les longueurs d'onde pompe et signal correspondent ainsi que leur largeur spectrale. On constate que des guides d'ondes de longueur supérieure à 10 mm sont nécessaires pour observer des effets paramétriques. D'autre part, on voit apparaître pour le guide le plus long un pic autour de la dégénérescence à 6  $\mu$ m qui n'est pas prédit par les courbes de QAP. Ceci est lié à l'élargissement du gain paramétrique [17] :

pour de fortes intensités de pompe, le gain est maximisé autour de la dégénérescence comme le montre la figure suivante.

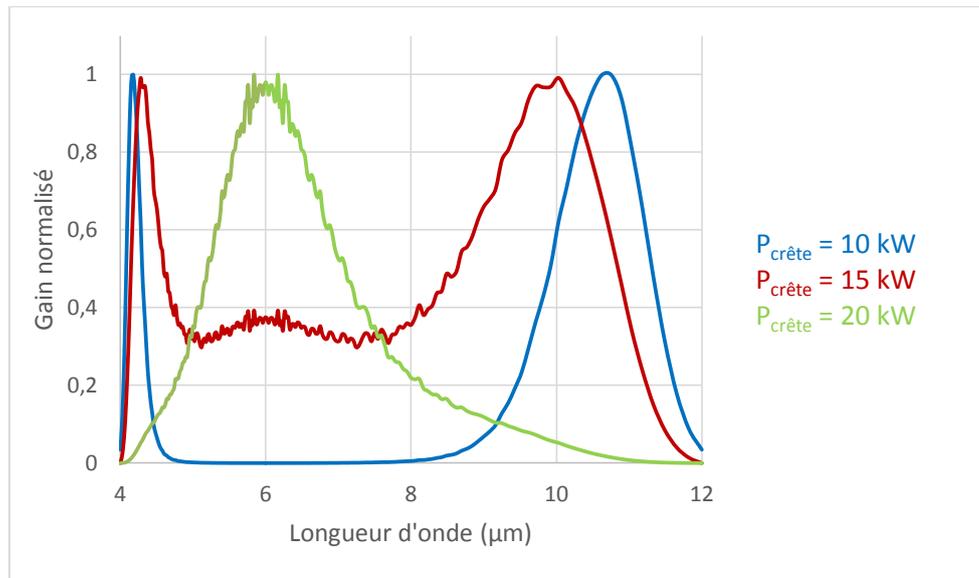


Figure III- 21 : Evolution du gain paramétrique avec la puissance incidente

L'élargissement du gain survient pour des puissances crêtes un peu plus élevées que celle utilisée pour la simulation, les calculs seront à comparer avec les prochains résultats expérimentaux.

### Conclusion du chapitre III

Les guides OP-GaAs conçus au chapitre II pour de la conversion de fréquence sur une plage encore largement inexploitée de la transparence du matériau ont été fabriqués avec succès. Des premières caractérisations ont montré un niveau de pertes peu élevé en bande III conforme à nos attentes et qui reflète la qualité des guides. Cependant, la génération de second harmonique autour de 10 μm a mis en évidence un décalage sur la période de QAP de nos guides par rapport aux valeurs souhaitées lié à la précision limitée des indices disponibles dans la littérature. Un réajustement de l'indice effectif a été nécessaire pour corriger les courbes de QAP et choisir des périodes plus adaptées pour la fabrication de nouveaux guides. Néanmoins, de la génération paramétrique à 4 et 12 μm a pu être observée pour la première fois dans de tels guides. Les points expérimentaux obtenus valident les corrections apportées sur les indices effectifs et soulignent le potentiel de génération de spectres larges des échantillons intégrant les nouvelles périodes de QAP. Dans la suite des travaux de thèse, des mesures viendront confirmer nos hypothèses.

## Chapitre IV - Guides d'onde OP-GaP pour le doublage de fréquence

Ce chapitre présente les travaux effectués sur le développement de guides d'onde OP-GaP dans le deuxième volet de la thèse.

Après un rappel de l'état de l'art sur ce nouveau matériau, il se concentre sur la conception de guides propices au doublage de fréquence d'un signal dans la bande des télécommunications, autour de 1,5  $\mu\text{m}$ . Plusieurs voies technologiques ont été identifiées et développées pour la fabrication de tels guides. Les étapes sont décrites avec un soin particulier pour l'obtention des premiers substrats-germe OP-GaP. Ces substrats-germe ont permis de fabriquer deux types de guides avec orientation périodique (sur substrat GaAs et substrat GaP) en parallèle aux guides de références nécessaires aux comparaisons, selon la même démarche que dans les chapitres consacrés au GaAs. Les premières caractérisations optiques nous ont conduits à mettre au point une technologie de sous-gravure pour limiter les pertes dans le substrat. Les résultats très satisfaisants obtenus récemment sur des guides de référence ont été adaptés avec succès aux échantillons à orientation périodique, permettant une première démonstration de nos composants, et seront présentés à la fin de ce chapitre.

### 1. État des lieux

On rappellera d'abord l'intérêt du GaP qui motive les développements précédents et futurs et justifie l'utilisation du GaP pour la SHG / SFG avant de proposer un tour d'horizon de l'état de l'art, et de finir sur les outils à notre disposition qui justifieront l'orientation donnée à nos travaux.

#### i. L'intérêt du GaP pour la somme de fréquence

Le GaP est un semiconducteur III-V qui permet la réalisation de structures à QAP. Sa gamme de transparence s'étend du visible jusque dans le moyen infrarouge, de 0,5 à 12  $\mu\text{m}$ . Il est très intéressant d'un point de vue non-linéaire car il a un coefficient non-linéaire élevé (75 pm/V), comparable à celui du GaAs (95 pm/V). Sa conductivité thermique est très élevée, 110 W/m.K [29] ce qui lui permet de supporter des densités de puissance relativement élevées, même sur des nano-structures. D'ailleurs, son indice de réfraction élevé permet un fort confinement. De plus, son grand gap de 2,26 eV lui assure une absorption à deux photons (TPA) faible pour les longueurs d'onde supérieures à 1  $\mu\text{m}$ , ce qui permet de le pomper avec des lasers plus courants et plus matures que le GaAs, comme par exemple le Nd:YAG à 1064 nm, ou les lasers dans la bande télécom autour de 1,5  $\mu\text{m}$ .

#### ii. Les technologies proches

Le GaP a d'abord été utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs pour la fabrication de DELs vertes et rouges. Depuis une dizaine d'années, ses propriétés lui ont valu un regain d'intérêt et de nombreuses applications, notamment l'optique non-linéaire et l'optomécanique, ont accéléré son développement technologique. On le trouve sous différentes configurations comme des microdisques [59, 60], des membranes suspendues, des cavités ou des guides d'onde [61, 62] mais aussi sous forme massive pour l'intégration de laser III-V sur silicium [63].

Son très faible désaccord de paramètre de maille avec le silicium à température ambiante (0,36%) montre un fort potentiel d'intégration sur circuits photoniques. Le Si est donc un candidat de choix pour la croissance directe du GaP, d'autant que les substrats sont moins chers et permettent donc une fabrication à plus grande échelle. L'autre avantage du GaP crû sur silicium réside dans la sélectivité de gravure pour l'étape de définition des motifs (microdisques, guides). Mais la croissance directe du GaP, matériau polaire, sur Si, non-polaire, est confrontée à un obstacle majeur. A l'interface entre les deux matériaux, des liaisons Ga – Si ou P – Si peuvent se former indifféremment, provoquant des inversions d'orientations cristallographiques aléatoires qu'on appelle domaines d'antiphase (APD pour AntiPhase Domains). Des études sont faites sur ces défauts pour étudier l'influence de certains paramètres de croissance [64] mais ils restent difficiles à maîtriser à l'heure actuelle. Ils peuvent induire des pertes à la propagation et dégrader drastiquement le rendement de conversion de certains processus [65]. Dans le cas d'un matériau à orientation périodique, les APD sont rédhibitoires puisque la polarisation du matériau doit justement être maîtrisée de façon précise. Un contournement possible, notamment utilisé pour la fabrication de lasers intégrés sur silicium, est le collage par adhésion moléculaire. Il ne permet pas d'atteindre un niveau d'intégration aussi avancé que l'intégration monolithique.

La croissance du GaP sur substrat GaP permet de s'affranchir du problème posé par les APD. Cependant, aucune solution de gravure sélective du GaP avec les alliages AlGaP n'a encore été identifiée. Le plus grand frein réside dans la qualité des substrats commerciaux. A titre de comparaison, un article datant de 2016 [66] donne des valeurs de densité de dislocations de l'ordre de  $10^3$  et  $10^5$  dislocations/cm<sup>2</sup> pour des substrats commerciaux de 2 pouces en GaAs et en GaP respectivement. La qualité des substrats va avoir une influence sur celle du matériau épitaxié. Les dislocations favorisent l'apparition de défauts et une rugosité de surface sur la structure finale.

D'autres applications plus éloignées utilisent le GaP, on peut citer le report du GaP sur diamant [67] pour un couplage direct avec ses centres NV qui permet d'exploiter leurs propriétés de photoluminescence. Cette configuration trouve des applications dans les technologies de l'information quantique.

Les travaux menés jusqu'à aujourd'hui ont permis beaucoup de progrès mais des verrous liés à la fabrication restent à lever.

### **iii. État de l'art OP-GaP**

Comme souligné dans l'introduction, le GaP a toujours été un matériau d'intérêt, mais des verrous technologiques sur l'obtention de substrats-germe ont longtemps empêché le développement de structures à orientation périodique contrôlée. Depuis une dizaine d'années, trois principales voies ont été explorées :

- Le collage moléculaire selon [68].

Le principe est le même que celui exposé dans le chapitre III pour l'obtention de nos guides OP-GaAs : deux substrats sont alignés avec des orientations inversées, mis en contact et placés dans un four. Une pression est exercée sur l'assemblage et une montée en température permet l'adhésion des deux plaques. Après le collage, le substrat supérieur est aminci, une étape de lithographie permet de définir les réseaux qui sont ensuite gravés. L'image MEB de la référence [68] permet de

constater que l'adhésion entre les deux plaques est correcte, l'interface de collage ne présente pas de décollements, de bulles ou impuretés.

Ici, la différence avec le procédé GaAs est qu'il n'y a pas de couche d'arrêt qui permette de contrôler l'épaisseur amincie du substrat supérieur. Sur la photo MEB, on voit que la marche entre deux « futurs » domaines adjacents d'orientations différentes est de pratiquement  $7\ \mu\text{m}$ . Pour la fabrication de cristaux massifs de plusieurs centaines de microns d'épaisseur, l'impact n'est pas significatif. En revanche, ce procédé d'obtention de substrat-germe n'est pas compatible avec la fabrication de guides d'onde micrométriques.

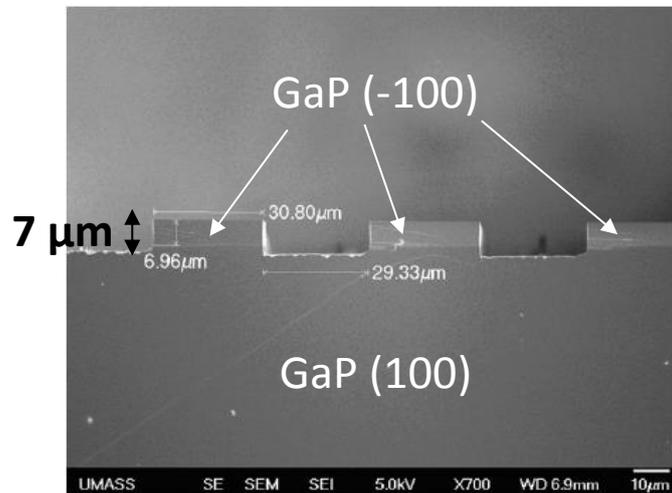


Figure IV- 1 : Substrat-germe OP-GaP obtenu par collage moléculaire dans la référence [68]

Le problème du collage moléculaire du GaP est de mettre au point une couche d'arrêt sur GaP qui puisse assurer une faible marche entre domaines.

Cette couche d'arrêt doit être adaptée à deux étapes de gravure sélective, la première qui grave rapidement le substrat en GaP en gravant peu ou pas du tout la couche d'arrêt, et à l'inverse, la seconde qui grave la couche d'arrêt en s'arrêtant sur le GaP. Nous nous intéressons aux gravures humides qui sont plus faciles et rapides à mettre en place et plus reproductibles. L'AlGaP a été identifié comme matériau potentiel pour la couche d'arrêt, mais les solutions de gravure associées utilisent l'orientation cristallographique ou le dopage du matériau comme critère de sélectivité et non sa teneur en aluminium, ce qui est plus commode. D'autres solutions ont été identifiées qui mettent en jeu, par exemple, une gravure sèche par ICP-RIE ainsi que d'autres étapes préliminaires pour l'amincissement du substrat de GaP [69]. Dans sa thèse [70], Aude Martin a testé une gravure humide à base d'acide chlorhydrique pour graver du GaP sur une couche d' $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{P}$ . La sélectivité s'est révélée insuffisante (épaisseur de GaP gravée / épaisseur d'AlGaP gravée  $\approx 2,4$ ) mais la solution restait prometteuse pour des pourcentages d'aluminium supérieurs à 80%. Cela nous permet donc de considérer cette possibilité pour la fabrication de nos guides d'onde.

- L'inversion par voie épitaxiale GaP/Si/GaP selon [29].

Cette méthode, d'abord démontrée sur le GaAs [26, 27], a été adaptée au GaP. Le principe est de déposer une fine couche d'un matériau non-polaire sur le substrat de départ. En contrôlant ses

conditions de croissance, la couche de semiconducteur ré-épitaxiée par-dessus aura une orientation cristallographique inversée par rapport au substrat.

Ici, le silicium est utilisé comme matériau non-polaire. Une couche de 5 nm d'épaisseur est déposée sur le substrat de GaP, puis une couche d'AlGaP de 2,7 nm est utilisée pour lisser la surface. Enfin, 100 nm de GaP sont épitaxiés sur l'empilement précédent. Toutes ces croissances s'effectuent par MBE. Pour obtenir le substrat-germe OP-GaP, les étapes de lithographie et de gravure viennent s'ajouter. La reprise d'épitaxie se fait d'abord par MBE avant de continuer en HVPE.

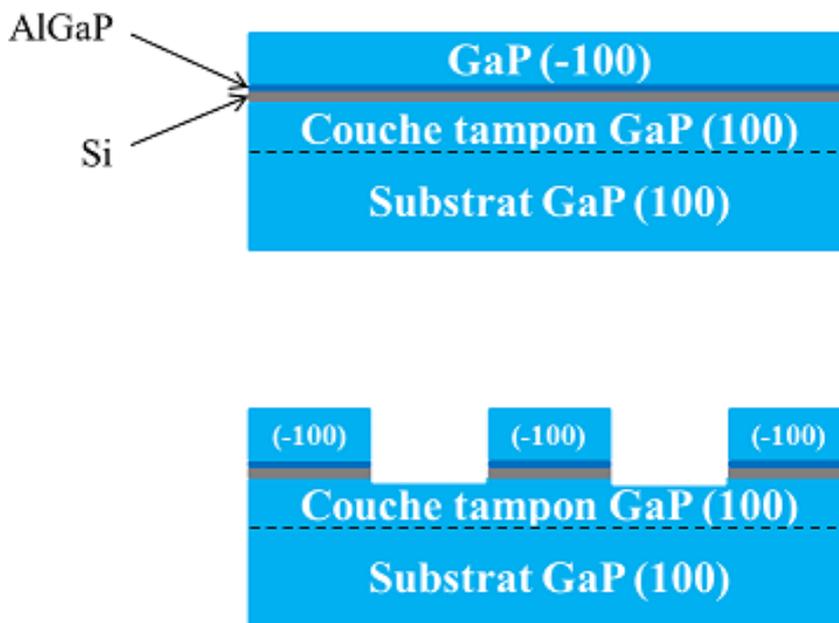


Figure IV- 2 : Inversion d'orientation épitaxiale telle que décrite dans [29]

L'avantage de cette méthode est que tout est accordé en maille, la différence de paramètre de maille entre le GaP et le Si étant de 0,36%. La marche entre les deux orientations, qui dépend de l'épaisseur des couches de Si, AlGaP et GaP (-100), est faible. Lors de la reprise d'épitaxie par HVPE, les murs de domaine (interfaces entre les deux orientations) sont verticaux pour les périodes de QAP supérieures à 50  $\mu\text{m}$  mais ont tendance à s'effondrer pour les périodes de QAP plus petites après  $\sim 200 \mu\text{m}$  de croissance (ce qui représente un rapport hauteur / largeur supérieur à 15 : 1).

- L'utilisation d'un substrat-germe OP-GaAs selon [66]

En raison de la qualité bien meilleure des substrats GaAs et du savoir-faire acquis dans la fabrication de substrats-germe à partir de ce semiconducteur, la croissance directe de GaP sur OP-GaAs s'est imposée comme une idée prometteuse. Le substrat-germe OP-GaAs est lui-même obtenu par collage ou par inversion épitaxiale. Malgré la différence de paramètre de maille importante entre le GaAs et le GaP (3,6%), la qualité du GaP crû sur ces substrats-germe est bonne.

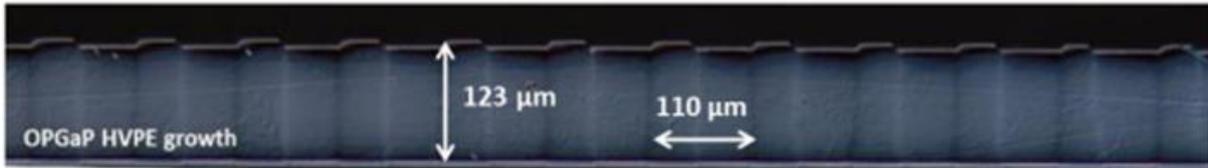


Figure IV- 3 : Cristal OP-GaP obtenu par croissance sur substrat-germe OP-GaAs dans [66]

D'autres aspects sont à prendre en considération. Le rapport cyclique n'est pas tout à fait respecté, comme on peut le voir sur la Figure IV- 3 tirée de l'article en question, les demi-périodes de QAP n'ont pas exactement la même largeur pour les deux orientations.

Dans les trois articles qui illustrent cette section [68, 29, 66], seul celui sur le collage moléculaire fournit des informations sur la corrugation de surface à la fin de l'épitaxie. La piètre qualité des substrats de GaP utilisés ainsi que l'absence de couche d'arrêt seraient responsables de la forte corrugation de surface. Comme ce sont des cristaux massifs, ce paramètre aura peu d'influence sur les pertes à la propagation : même pour des défauts de l'ordre du micromètre, les corrugations n'excéderont pas 1% de l'épaisseur totale du cristal.

Le développement de cristaux massif d'OP-GaP a permis, entre autres, une démonstration d'OPO femtoseconde accordable entre 5 et 12 μm [71], une génération de supercontinuum dans le visible [72], et de la génération MIR par différence de fréquence entre deux lasers continus [73].

On ne trouve par ailleurs qu'un seul article traitant d'OP-GaP en configuration guidée [74]. L'article reporte la première observation de fluorescence paramétrique dans des guides OP-GaP. Le substrat-germe a été obtenu par inversion épitaxiale. Les guides, de type strip-loaded, ont été fabriqués par MBE et utilisent de l'AlGaP pour les couches de confinement inférieure et supérieure. Ils présentent des pertes de 30 dB/cm à 1,55 μm, mesurées expérimentalement par la méthode Fabry-Pérot, ce qui est considérable et rédhibitoire pour une potentielle intégration des guides. Ces pertes sont principalement liées à la rugosité des guides.

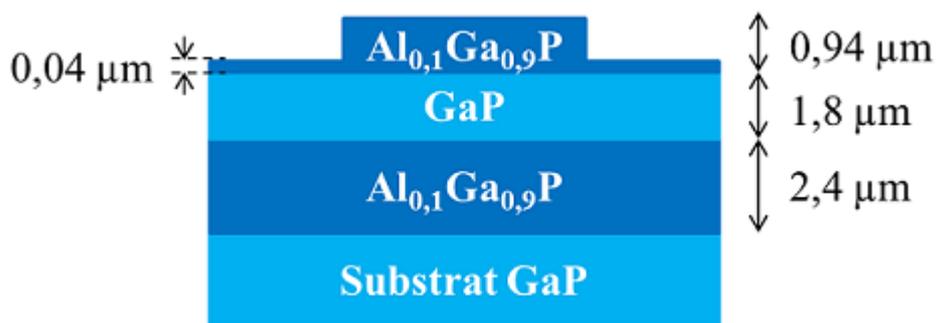


Figure IV- 4 : Schéma des guides d'ondes plan à confinement rubans OP-GaP fabriqués et utilisés dans [74] pour la génération de fluorescence paramétrique

Le tableau ci-après résume les avantages et inconvénients des différentes méthodes d'obtention de substrats-germe OP-GaP présentées dans cette section.

Tableau IV- 1 : Particularités des différentes méthodes d'obtention de substrats-germe OP-GaP

| Méthode d'inversion          | Collage    | Épitaxiale   | Sur OP-GaAs     |
|------------------------------|------------|--------------|-----------------|
| Paramètre de maille          | Parfait    | Très bon     | Écart important |
| Marche du substrat-germe     | Inadéquat* | Satisfaisant | Satisfaisant    |
| Qualité du matériau épitaxié | Médiocre   | Non connu    | Satisfaisant    |

La mention inadéquat\* s'applique à la croissance de structures de faible épaisseur.

Pour l'obtention de guides d'onde OP, plusieurs verrous seront donc à lever, quelle que soit la méthode d'obtention de substrat-germe choisie. La revue de l'état de l'art existant ouvre plusieurs possibilités pour notre démarche qui sont à confronter aux moyens dont nous disposons pour leur mise en œuvre.

#### iv. Outils à disposition

Le C2N dispose d'un bâti de dépôt chimique en phase vapeur aux organométalliques (MOCVD pour Metal Organic Chemical Vapor Deposition en anglais). Déjà évoquée au chapitre II, cette technique permet la croissance de couches minces monocristallines monodomains (d'une seule orientation cristalline). Les éléments à déposer sont sous forme d'organométalliques ou d'hydrures. Ils sont amenés vers le substrat par un gaz vecteur, en l'occurrence le dihydrogène.

Du côté des équipements, nous avons également accès au four de collage hébergé au III-V Lab. Notre choix pour l'obtention de substrats-germe OP-GaP s'est donc porté sur la technique de collage moléculaire. A priori, le GaP sur GaP colle bien [68], et nous disposons du savoir-faire acquis sur le GaAs qui guidera notre démarche sur le GaP.

Pour mettre au point les futurs germes, nous réaliserons également des structures sans couche d'arrêt afin d'effectuer des tests technologiques.

Avant de détailler l'obtention de structures OP, nous nous sommes attachés à développer des guides d'onde de référence (monodomains).

## 2. Obtention des guides de référence

La fabrication des guides de référence est une première étape nécessaire pour la validation des technologies de fabrication et pour la caractérisation des structures (mesures de pertes, validation des choix de conception). Il faut d'abord choisir les matériaux qui composeront nos guides et établir un cahier des charges qui tient compte des contraintes technologiques avant de passer aux simulations qui permettront de décider de la forme des guides.

### i. Choix des matériaux

Le cœur guidant de nos guides sera composé de GaP. On choisit la même structure que celle des guides GaAs, à savoir le guide ruban. Il nous faudra donc une gaine entre le cœur et le substrat. L'alliage le plus évident est l'AlGaP, qui sera le mieux accordé en maille avec le GaP (voir Figure IV- 5).

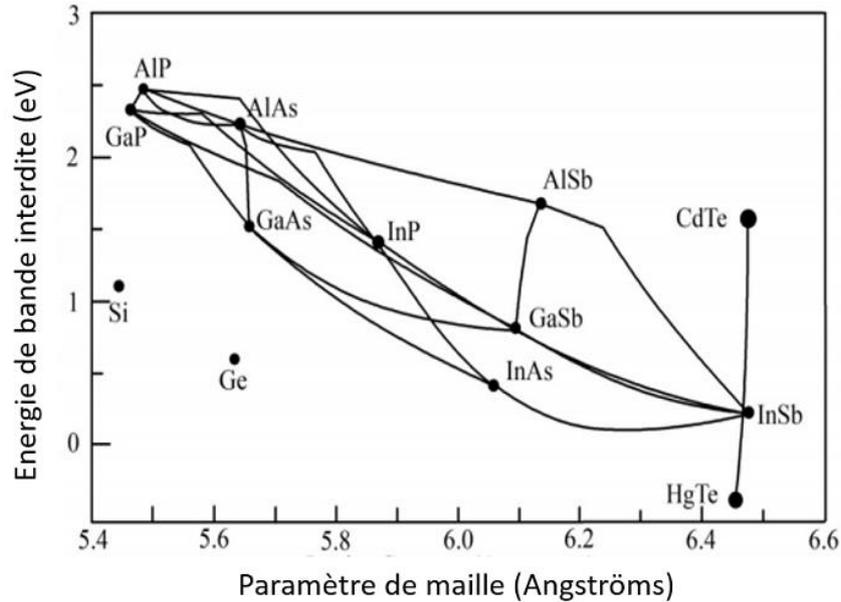
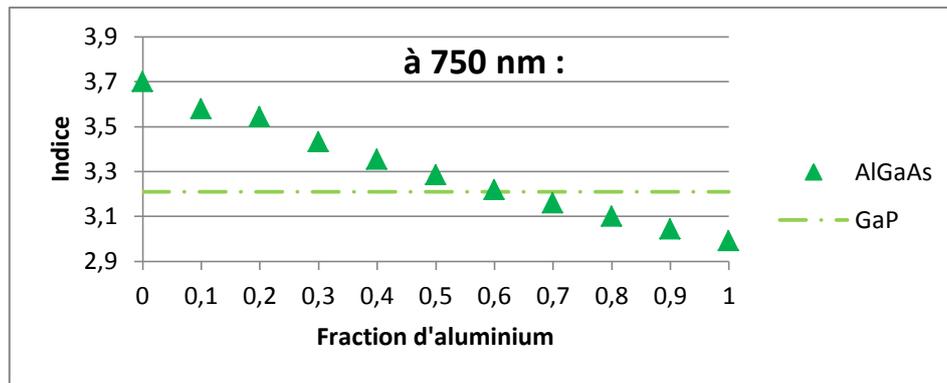


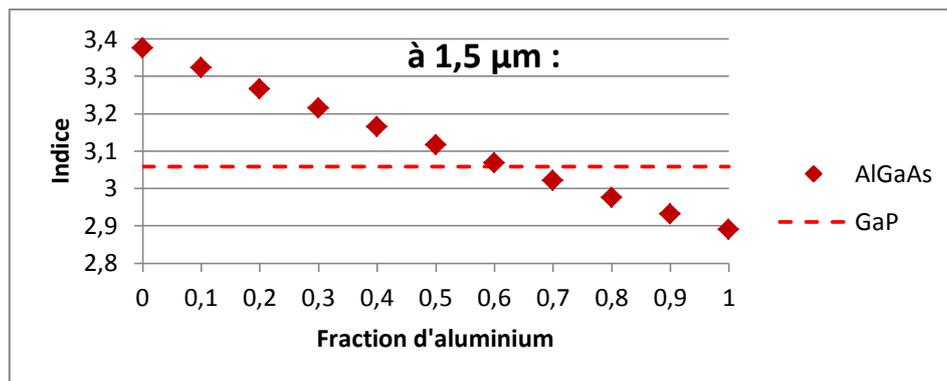
Figure IV- 5 : Energie du gap et paramètre de maille des semiconducteurs III-V [75]

Toutefois, la qualité de croissance de l'AlGaP dépend de la qualité du substrat sur lequel il est épitaxié. L'AlGaP génère des défauts hexagonaux, liés à la température, la vitesse de croissance et la concentration en aluminium. Or, comme souligné plus haut, il est difficile de trouver des substrats commerciaux de GaP de bonne qualité, la reprise de l'AlGaP est donc critique. Cela nous a amené à considérer la possibilité d'utiliser l'AlGaAs pour la couche de confinement. Dans ce cas de figure, on utiliserait des substrats de GaAs pour l'accord en paramètre de maille. Cela permettrait de s'affranchir des problèmes de qualité de matériau épitaxié ainsi que de la rugosité du substrat-germe évoquée dans la littérature, qui proviennent principalement de la qualité du substrat de base utilisé. De plus, pour les structures OP, la gravure sélective du substrat GaAs par rapport au GaP est connue.

Il faut cependant noter que l'AlAs a un indice plus élevé que celui du GaP. Selon la concentration en aluminium, l'AlGaAs peut donc avoir un indice plus élevé que le GaP, ce qui n'est pas compatible avec la propagation souhaitée de la lumière dans le GaP. Il faudra veiller à utiliser de l'AlGaAs suffisamment riche en aluminium pour parer à ce problème, mais pas trop non plus pour éviter que les échantillons ne s'oxydent trop vite. Nous avons donc calculé l'indice de l'AlGaAs en fonction de sa concentration en aluminium à 1,5  $\mu\text{m}$  et à 750 nm pour le comparer à celui du GaP. La condition est respectée pour  $x > 0,6$ . Cela reste a priori raisonnable de considérer une telle teneur en aluminium.



(a)



(b)

Figure IV- 6 : Comparaison des indices de  $Al_xGa_{1-x}As$  et GaP à 750 nm (a) et à 1,5μm (b) pour  $0 \leq x \leq 1$

Nous avons donc identifié trois pistes pour l'obtention des guides de référence qui se différencient par la nature du substrat utilisé et la combinaison du substrat et de la gaine (Figure IV- 7). D'un côté, un substrat GaP associé à une gaine inférieure en AlGaP qui sont les matériaux les mieux adaptés pour un cœur en GaP. De l'autre, une gaine en AlGaAs ou AlGaP sur substrat GaAs, en raison de la meilleure qualité des substrats. Pour le guide sur substrat GaAs, on rajoute une fine couche tampon de GaAs entre la gaine en AlGaAs et le cœur en GaP pour ne pas faire la reprise d'épitaxie GaP sur l'AlGaAs. Les trois présentent leurs avantages et inconvénients : l'association GaAs / AlGaAs implique d'utiliser un matériau très riche en aluminium qui va donc s'oxyder rapidement, le binôme GaAs / AlGaP permet d'avoir un matériau moins riche en aluminium mais en contrepartie la qualité épitaxiale de la gaine sera éventuellement moindre. En tout cas, le substrat GaAs garantit a priori une meilleure qualité de germe que l'option GaP qui elle a l'avantage d'être accordée en maille.

Néanmoins, nous ne savons pas à quel point la qualité épitaxiale du cœur va influencer la propagation dans le guide d'onde et si ce point est vraiment critique pour l'optique non-linéaire. Une comparaison de ces structures nous permettra de tirer des conclusions.

Les substrats en GaP utilisés sont de deux sortes. Les premiers ne sont pas de très bonne qualité. En plus des défauts hexagonaux qui sont les plus courants, des observations au microscope électronique en transmission ont révélé des résidus d'oxyde enterrés dans les substrats. Ces résidus donnent naissance à d'autres types de défauts (macles). De ce fait, il est difficile d'épitaxier de l'AlGaP sur ces

substrats. Par la suite, de meilleurs substrats ont pu être commandés, ce qui nous permettra d'étudier l'influence de la qualité du substrat sur les performances des guides.



Figure IV- 7 : Les trois structures de guides GaP

Sur la Figure IV- 7 , on utilise un code couleur pour représenter les différents matériaux qui sera conservé tout au long de ce chapitre, représenté dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV- 2 : Couleurs associées aux différents matériaux pour les représentations des guides du chapitre IV

| Matériau | Couleur associée |
|----------|------------------|
| GaP      | Bleu clair       |
| AlGaP    | Bleu foncé       |
| GaAs     | Rouge            |
| AlGaAs   | Bordeaux         |

Les indices utilisés pour le GaAs et l'AlGaAs sont les mêmes que ceux du chapitre II. Celui du GaP est tiré d'un article récent [76] (2018) et valable pour  $0,7 \mu\text{m} < \lambda < 12,5 \mu\text{m}$ . Quant à l'AlGaP, nous avons dû utiliser l'indice de l'AIP donné dans [42], valable pour  $0,43 \mu\text{m} < \lambda < 2,5 \mu\text{m}$ , et le combiner à celui du GaP de la manière présentée dans l'Éq IV. 1 car aucune source bibliographique ne reporte l'indice de l'AlGaP.

$$n(\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{P}) = x \times n(\text{AIP}) + (1 - x) \times n(\text{GaP}) \quad \text{Éq IV. 1}$$

Pour en vérifier la vraisemblance, nous avons effectué la même opération sur l'AlGaAs, en prenant l'indice de l'AlAs donné par [42] et en le combinant à l'indice du GaAs [49] de la même façon que dans l'Éq IV. 1. Le calcul est effectué sur la plage spectrale valable pour les deux matériaux et pour trois concentrations en aluminium différentes : 20%, 50% et 80%. Les valeurs qui en résultent montrent des écarts de moins de 1% avec l'indice utilisé pour l'AlGaAs donné par [50] (Figure IV- 8).

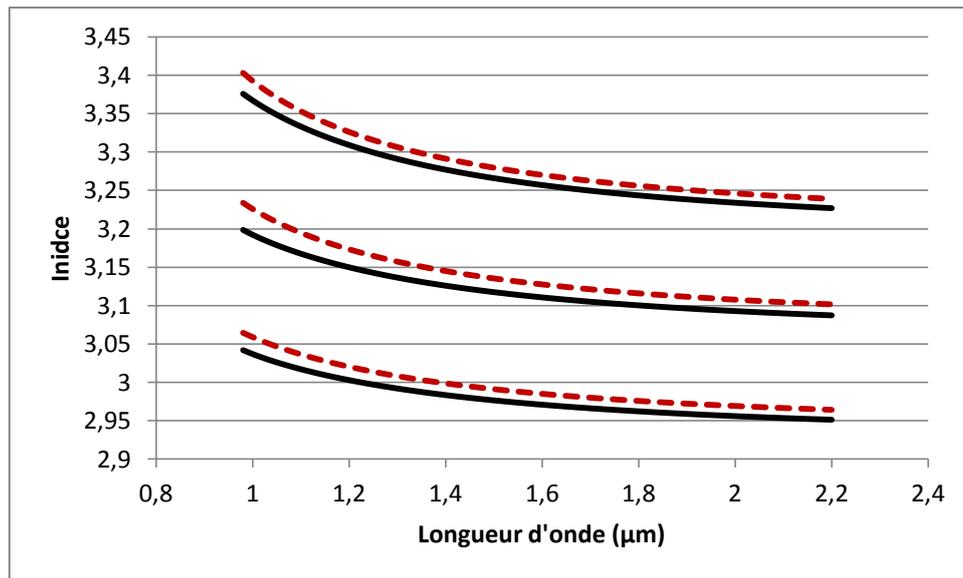


Figure IV- 8 : Comparaison de l'indice de l'AlGaAs donné dans [50] (noir, trait plein) à celui calculé en combinant AlAs et GaAs (rouge, pointillés)

Il paraît donc raisonnable d'appliquer ce raisonnement pour l'AlGaP. Son indice ainsi calculé sera susceptible d'apporter des erreurs à nos calculs de périodes de QAP, il faudra en tenir compte dans la conception des réseaux de nos guides.

Les matériaux ainsi choisis posent certaines contraintes technologiques qu'il nous faut prendre en compte pour la suite du développement des guides OP-GaP.

## ii. Cahier des charges

D'un point de vue technologique, la croissance effectuée par MOCVD est une croissance lente : les structures doivent être les moins épaisses possibles, de l'ordre du micromètre. La gaine en AlGaAs doit contenir un pourcentage d'aluminium inférieur ou égal à 85% pour limiter l'oxydation. En effet, même si la gaine est recouverte par le cœur du guide, cette gaine sera en contact avec l'air par les facettes d'entrée et de sortie après clivage. De même, la gaine en AlGaP ne devra pas être trop riche en aluminium. Les deux couches de confinement devront être les plus fines possibles.

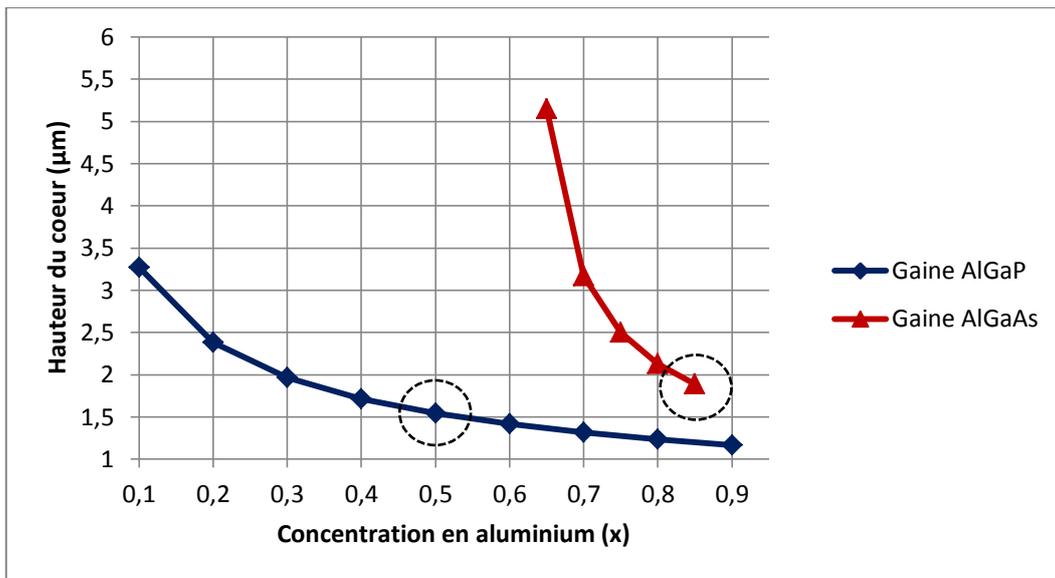
D'un point de vue optique, on veut que le guide soit monomode à la longueur d'onde de pompe prévue, 1,5  $\mu\text{m}$ , et si possible également à 750 nm. Le mode ne doit pas être trop elliptique pour ne pas compliquer l'injection, on se fixe un rapport largeur sur hauteur du mode maximal autour de 3.

Les exigences étant posées, on peut maintenant s'appliquer à définir les structures des guides d'onde. Les lasers à disposition permettent de contrôler la polarisation de la lumière injectée, on se concentrera sur les modes TE pour les simulations.

## iii. Choix des structures

On reprend les notations du chapitre II (voir figure II-4). Les structures de guide de référence avec gaine AlGaP et gaine AlGaAs seront étudiées en parallèle. Sauf mention contraire, toutes les simulations sont effectuées à une longueur d'onde de 1,5  $\mu\text{m}$ .

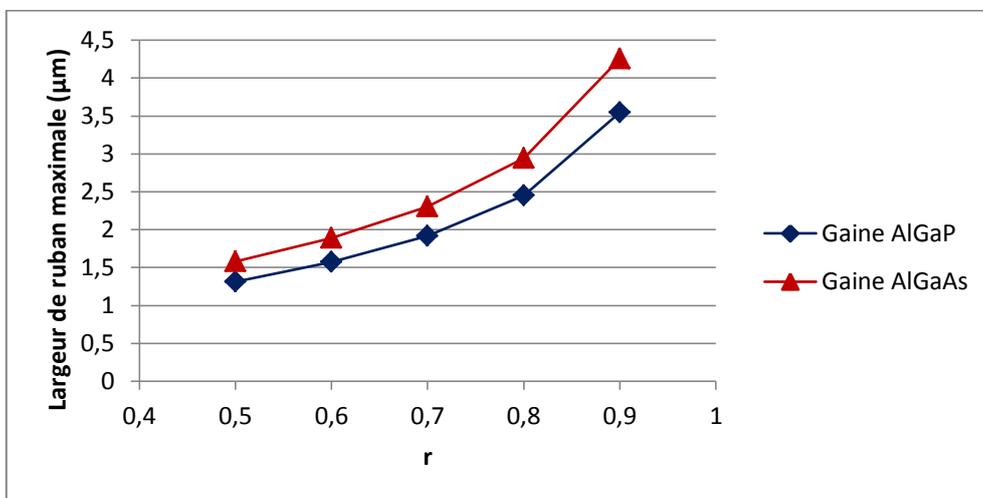
On va d'abord fixer la hauteur du cœur, qui ira de pair avec la concentration en aluminium de la gaine. On utilise l'Éq II. 1 pour tracer les courbes de la *Figure IV- 9* représentant la hauteur minimale du cœur en GaP en fonction de la concentration en aluminium des gaines en AlGaP et AlGaAs.



*Figure IV- 9 : Epaisseur du cœur du guide nécessaire à  $\lambda=1,5 \mu\text{m}$  en fonction de la proportion d'aluminium dans la gaine AlGaP et AlGaAs*

Pour une gaine composée d'AlGaP, et avec notre critère sur la hauteur maximale du guide, une concentration en aluminium de 50% associée à une hauteur de cœur de  $1,5 \mu\text{m}$  est un bon compromis. Pour une gaine en AlGaAs, la concentration maximale en aluminium que nous nous sommes fixée (85%) montre que la hauteur de cœur minimale est de  $1,8 \mu\text{m}$ . Nous choisissons donc ces valeurs.

On peut maintenant se faire une idée des largeurs de rubans envisageables pour rester monomode et ainsi choisir la profondeur de gravure. Pour rappel, la profondeur gravée est égale à  $H(1-r)$ .



*Figure IV- 10 : Critère monomode sur la largeur de ruban en fonction de r pour une gaine AlGaP ( $H=1,5 \mu\text{m}$ ) et AlGaAs ( $H=1,8 \mu\text{m}$ )*

Pour le choix des largeurs de guide, on va s'appuyer sur le modèle du GaAs et choisir 6 largeurs de guide différentes. Cela aura un impact sur la période de QAP nécessaire pour la SHG. Si on prend un  $r$  trop faible, la plage de largeurs de guide sera très réduite. En effet, le mode n'est pas supporté pour  $w < 1 \mu\text{m}$  : la comparaison des indices effectifs Figure IV- 11 montre que les guides commencent tout juste à supporter le mode à  $w=0,9 \mu\text{m}$  pour les gravures les plus profondes. On aimerait donc avoir des guides un peu plus larges et pour cela il nous faut choisir une gravure moins profonde.

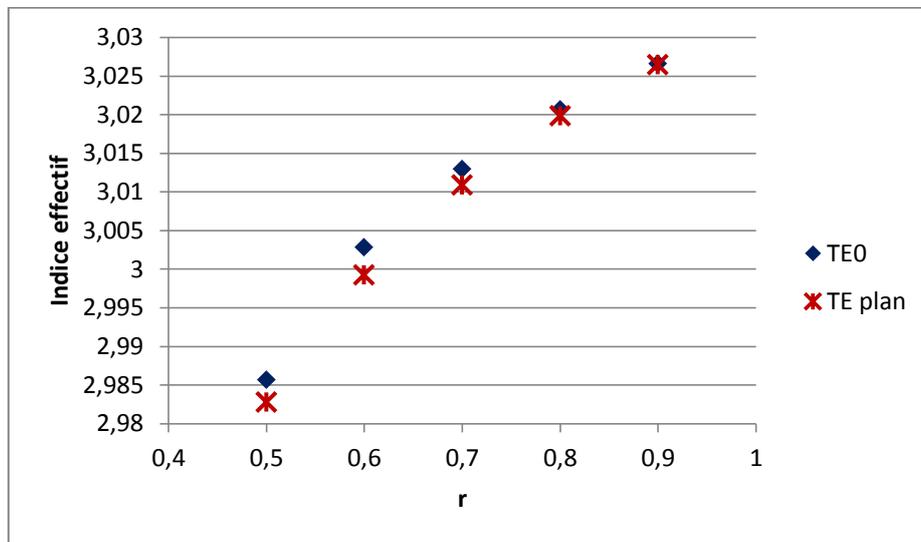


Figure IV- 11 : Comparaison des indices du mode TE fondamental et du mode plan correspondant,  $w=0,9 \mu\text{m}$ , gaine AlGaP

Nous étudions la taille du mode sur la Figure IV- 12 pour différentes largeurs de rubans à  $r=0,85$  (qui permettrait d'avoir des rubans jusqu'à  $3,5 \mu\text{m}$  de large d'après nos premiers calculs Figure IV- 10) :

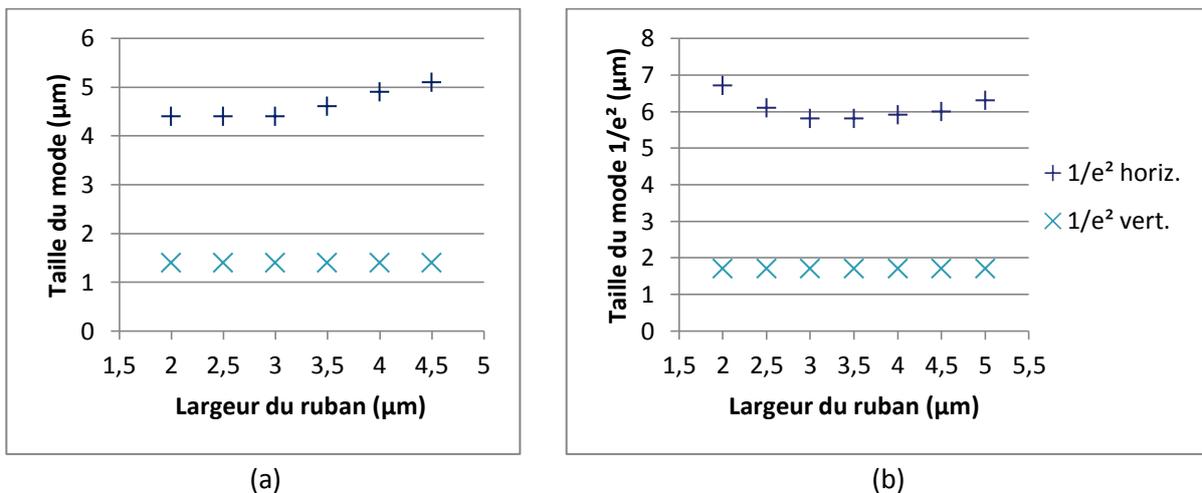


Figure IV- 12 : Evolution de la taille du mode avec la largeur de ruban pour un guide avec une gaine AlGaP (a) et AlGaAs (b)

Sur la plage de largeur de rubans considérée, notre condition sur la taille du mode est relativement bien respectée, sauf pour les extrémités où le rapport largeur sur hauteur excède de peu 3. Avant de préciser les largeurs de rubans pour lesquelles nos guides seront monomodes, il reste à fixer l'épaisseur de la gaine inférieure. Cette gaine va permettre d'isoler le cœur du substrat et va donc

servir de barrière pour empêcher des fuites. Pour cela, on va centrer le mode fondamental TE à 2 fois le rayon du mode à  $1/e^2$  ( $2w_{\text{vert}}$ ) pour limiter les rayonnements dans le substrat, le résultat des calculs est présenté *Figure IV- 13*. Si on prenait comme critère de centrer le mode à  $w_{\text{vert}}$  13,5% de la puissance du mode serait perdue dans le substrat. En prenant  $2w_{\text{vert}}$ , on limite ces pertes à 0,03%.

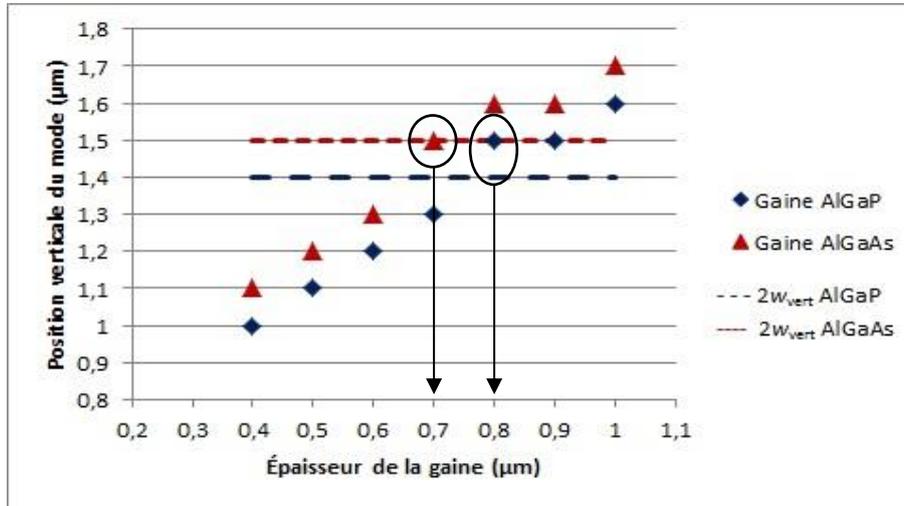


Figure IV- 13 : Position verticale du mode pour différentes épaisseurs de gaine, largeur de guide 3 µm, comparée au double du rayon du mode pour des gaines AlGaP et AlGaAs

D'après ces calculs, on voit que les épaisseurs minimales de gaine pour respecter notre critère sont de 800 nm pour une gaine en AlGaP et 700 nm pour une gaine en AlGaAs. Dans la démarche visant à minimiser l'épaisseur de la structure totale, nous choisissons donc ces valeurs.

Il nous faut également compléter le critère évalué Figure IV- 10 par une comparaison d'indice pour nous assurer de la plage de largeur de ruban où le guide sera monomode. Ces comparaisons sont effectuées *Figure IV- 14* pour une gaine en AlGaP et *Figure IV- 15* pour une gaine en AlGaAs.

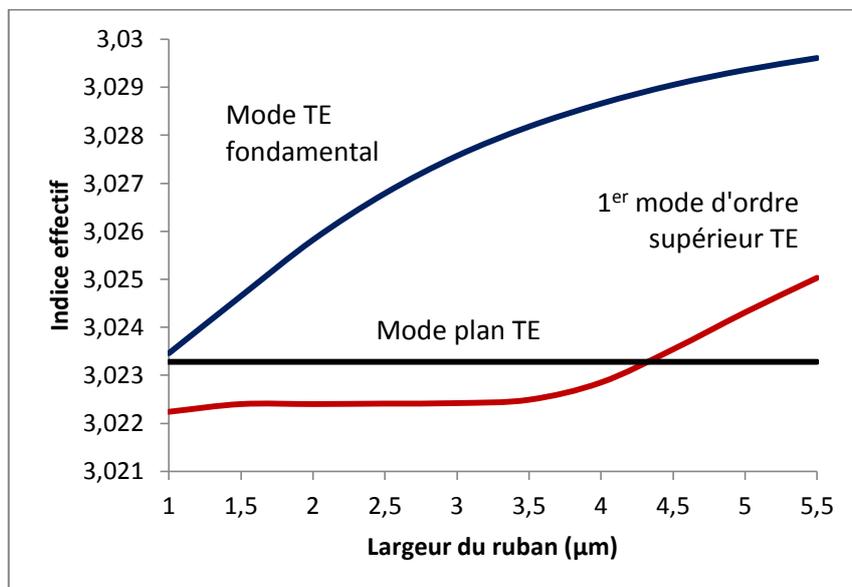


Figure IV- 14 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant, gaine AlGaP

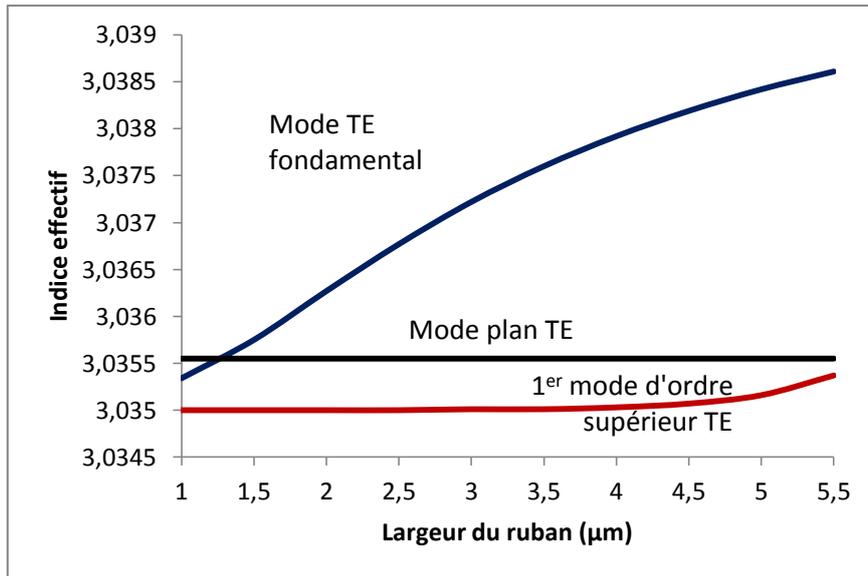


Figure IV- 15 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant, gaine AlGaAs

Les guides avec gaine AlGaP devraient être monomodes pour des largeurs de ruban jusqu'à 4 µm au moins, ceux avec gaine AlGaAs jusqu'à 5,5 µm. Il est possible d'utiliser un masque commun pour le niveau guides pour les deux structures de guide. Certains guides les plus larges seront théoriquement multimodes pour la gaine AlGaP mais ce serait l'occasion de vérifier les simulations. On choisit des largeurs de guide de {3 ; 3,3 ; 3,6 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 15} µm. Le guide de 15 µm de large servira à faciliter l'injection dans les échantillons.

Nous regardons à présent si ces guides restent monomodes à 750 nm, Figure IV- 16 pour une gaine en AlGaP et Figure IV- 17 pour une gaine en AlGaAs.

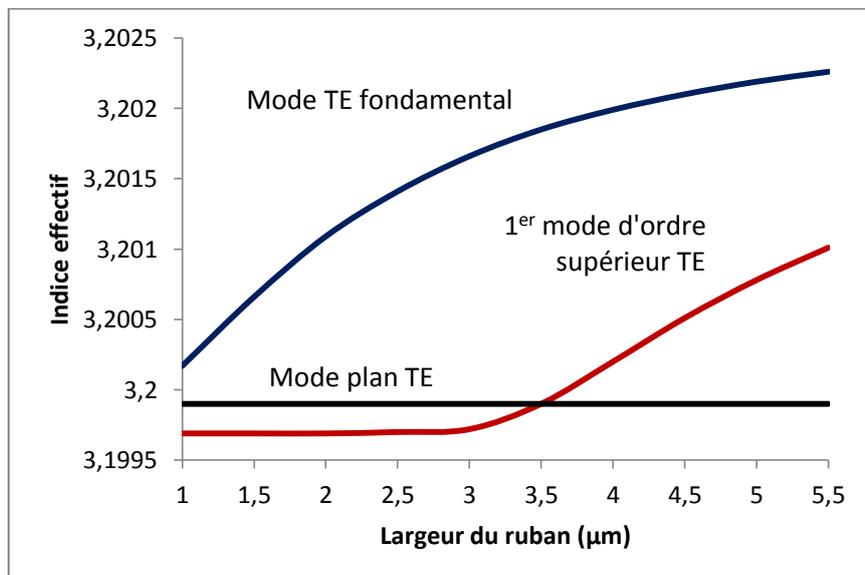


Figure IV- 16 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant à 750 nm, gaine AlGaP

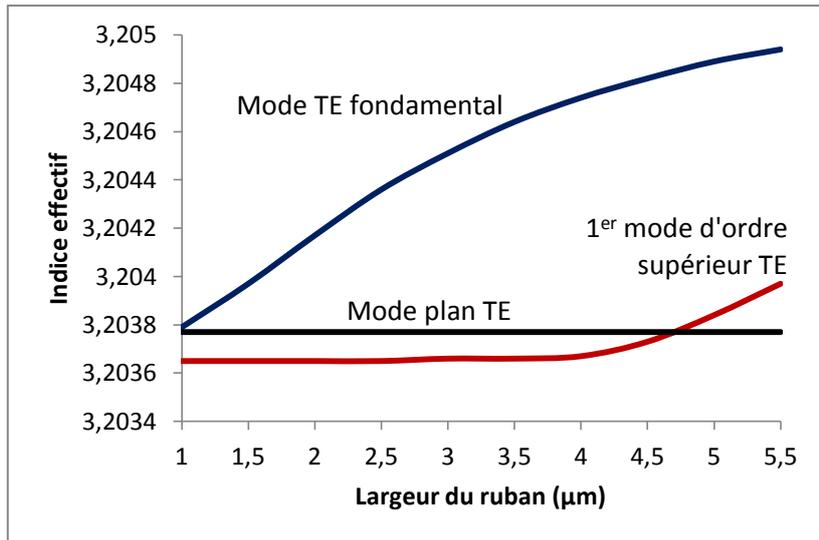
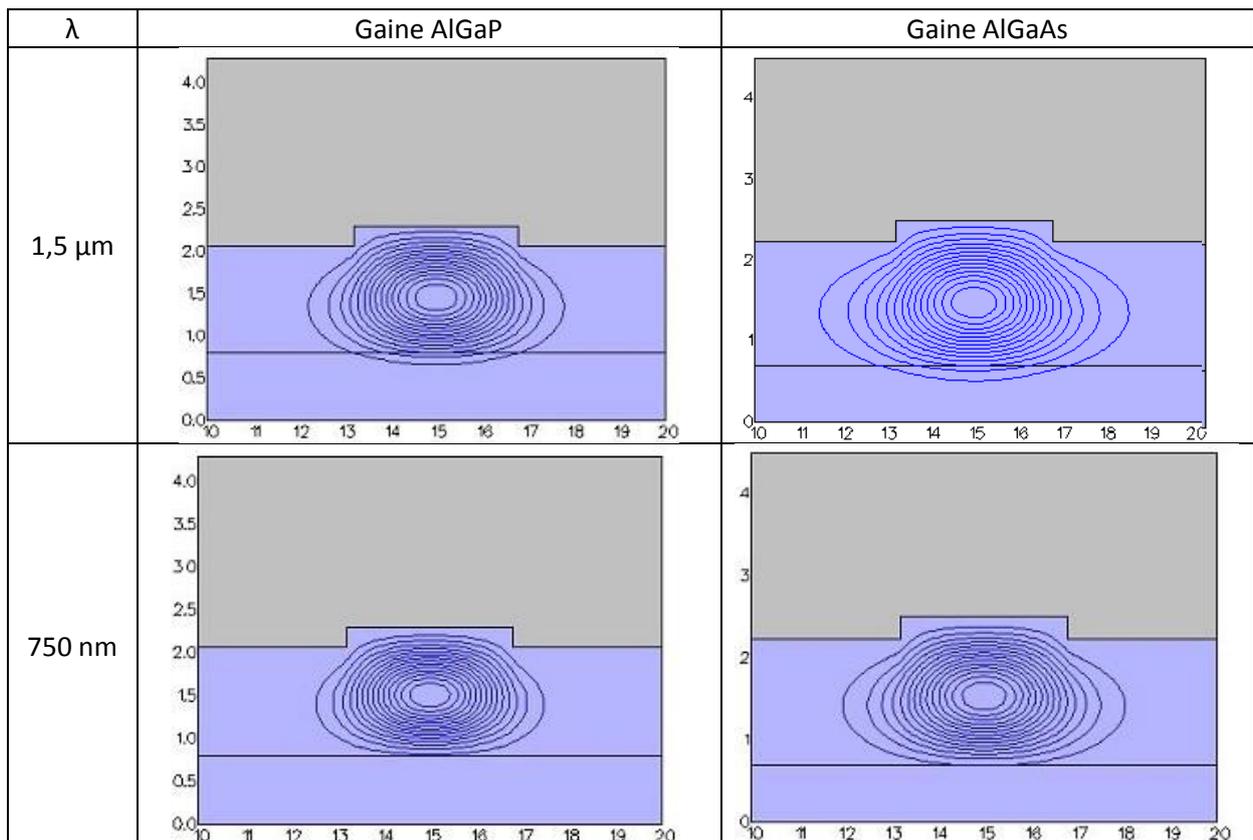


Figure IV- 17 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant à 750 nm, gaine AlGaAs

A 750 nm, les guides les moins larges restent monomodes (jusqu'à 3,5 µm pour AlGaP et jusqu'à 4,5 µm pour AlGaAs). Une majorité de guides devient multimode à 750 nm pour une gaine en AlGaP mais la plupart sont monomodes à 1,5 µm et à 750 nm pour une gaine en AlGaAs.

Pour conclure cette démarche, nous présentons les profils de mode calculés par Fimmwave pour des guides de 3,6 µm de large dans le tableau suivant.

Tableau IV- 3 : Profil du mode TE fondamental simulé avec Fimmwave,  $w=3,6 \mu\text{m}$



L'échelle, choisie par souci de lisibilité, ne rend pas compte de la forme du mode. Il aurait fallu pour cela doubler l'échelle verticale. Le mode à 1,5  $\mu\text{m}$  déborde légèrement dans la gaine, à 750 nm il est bien contenu dans le cœur.

### 3. Obtention des guides d'onde OP-GaP

La solution mise en œuvre pour l'obtention des substrats-germe OP-GaP est l'adhésion moléculaire. L'utilisation de substrats en GaAs permet de lever le verrou sur la couche d'arrêt, en effet, on sait graver sélectivement le GaAs par rapport au GaP.

Avant de passer à la pratique, nous avons établi différents protocoles de fabrication et calculé les périodes de QAP nécessaires pour effectuer du doublage de fréquence à 1,5  $\mu\text{m}$  dans nos structures.

#### i. Les différentes voies identifiées

Dans le cadre de l'obtention de structures OP-GaP, plusieurs questions se posent : comment intégrer les couches de confinement et de guidage ? La qualité de l'AlGaP reste un problème, qu'attendre de la reprise d'épitaxie de ce matériau sur substrat-germe ?

##### a. Épitaxie de la gaine avant collage

Une première solution consiste à épitaxier la gaine avant le collage, c'est-à-dire que cette couche de confinement AlGaP ou AlGaAs sera épitaxiée sur substrat GaP ou GaAs respectivement avant le report de la couche d'orientation inversée :

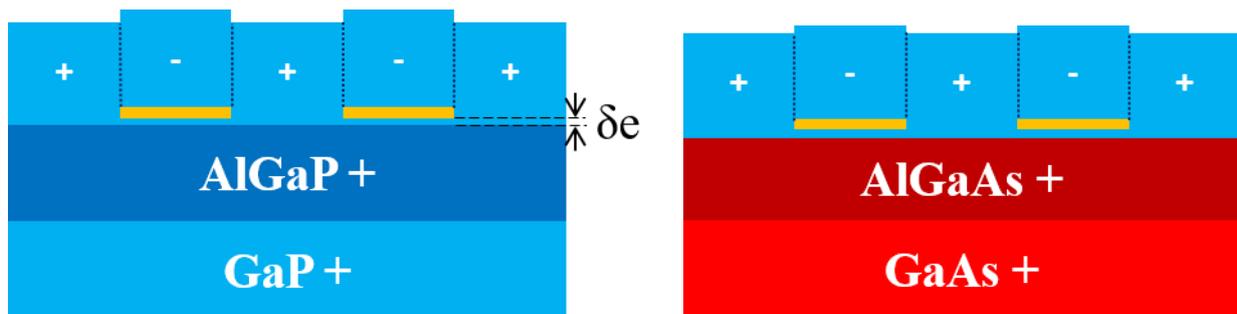


Figure IV- 18 : Schéma du substrat-germe OP-GaP avec épitaxie de la gaine avant collage

Sur la Figure IV- 18 et sur les figures représentant des guides OP qui suivront, l'interface de collage est matérialisée par la ligne jaune. La notation « + » désigne l'orientation (100) et la notation « - » l'orientation (-100).

Une marche existe entre ces deux domaines, due à l'épaisseur de GaP épitaxiée sur le futur germe et donc à la profondeur de gravure des réseaux sur l'orientation (100). Cette épaisseur sera minimisée à environ 100 nm pour ne pas induire de pertes à la propagation par diffraction à l'interface guide / air. Ce qu'on peut également remarquer, c'est que le mode qui se propage dans la couche supérieure de GaP « verra » l'interface de collage. Néanmoins, cette interface restera enterrée profondément dans le cœur. Elle est séparée de la gaine inférieure par une épaisseur notée  $\delta_e$  sur la Figure IV- 18, déterminée par l'épaisseur de matériau déposée sur la gaine. On peut donc la contrôler et on la fixe à 50 nm. Reste à déterminer si cela est néfaste à la propagation de la lumière dans le guide. La comparaison pourra se faire avec les structures obtenues dans le paragraphe suivant.

### b. Épitaxie de la gaine après collage

La voie plus « traditionnelle », utilisée pour les guides OP-GaAs, consiste à épitaxier la gaine après collage.

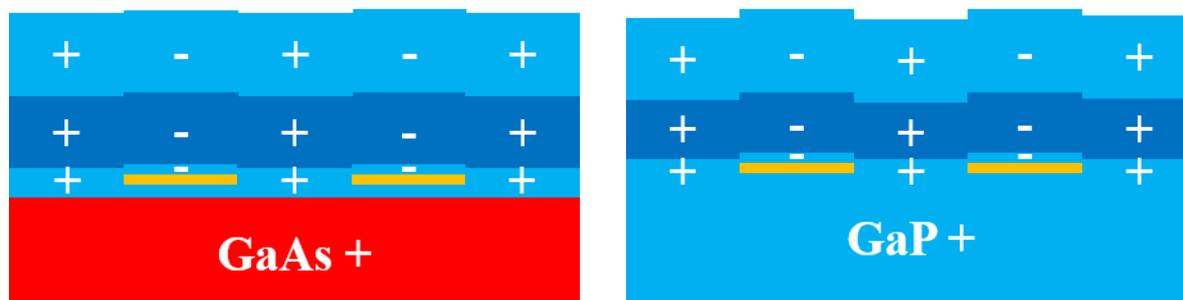


Figure IV- 19 : Schéma des substrats-germe avec épitaxie de la gaine après collage

Cette alternative est l'équivalent du procédé de fabrication utilisé pour nos guides OP-GaAs (voir Figure III- 1). Elle est peut-être moins favorable que la première en termes de qualité de matériaux épitaxiés mais le mode ne verra pas l'interface de collage (où il peut y avoir des bulles, des endroits décollés, des poussières par exemple). Ce n'est toutefois pas la piste privilégiée pour l'obtention de nos guides d'onde OP-GaP car elle nécessite la reprise d'épitaxie d'AlGaP sur une surface non plane qui présente des défauts, la qualité du cœur en GaP pourrait donc en souffrir.

#### ii. Calcul des périodes de QAP

Le calcul des périodes de QAP a été fait pour de la SHG à 1,5  $\mu\text{m}$  pour des guides de 3 et 5  $\mu\text{m}$  de large. Les résultats arrondis au dixième sont égaux, ils sont présentés dans le *Tableau IV- 4*. Les indices utilisés sont ceux du mode TE fondamental pour la pompe et ceux du mode TM fondamental pour la longueur d'onde de SHG (SHG de type I).

Tableau IV- 4 : Périodes de QAP théoriques des guides d'onde OP-GaP

| Gaine AlGaP       | Gaine AlGaAs      |
|-------------------|-------------------|
| 4,3 $\mu\text{m}$ | 4,5 $\mu\text{m}$ |

Les périodes calculées sont relativement petites mais restent raisonnables à réaliser d'un point de vue technologique. Par sécurité, on choisira d'intégrer dans le masque réseaux une période de QAP d'ordre 3. Pour prévenir des erreurs sur le design introduit par une erreur sur les indices par exemple, on choisit des périodes de QAP entre 4  $\mu\text{m}$  et 5,5  $\mu\text{m}$ . On prend la période de QAP d'ordre 3 égale à 15  $\mu\text{m}$ . Cette fois, nous aurons également la possibilité d'ajuster la longueur d'onde du laser. En effet, ceux que nous avons à disposition sont accordables autour de 1,55  $\mu\text{m}$  sur une gamme d'environ 100 nm.

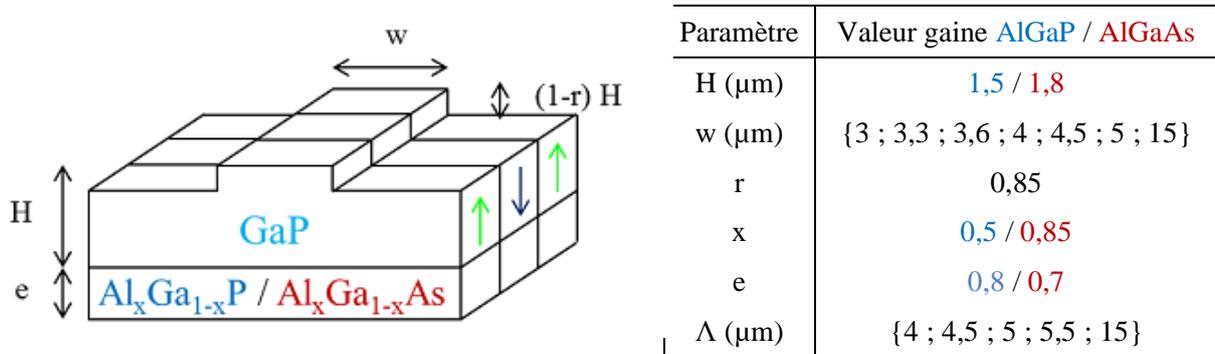


Figure IV- 20 : Récapitulatif des paramètres choisis pour nos guides OP-GaP

#### 4. Fabrication des guides et premiers résultats expérimentaux

Dans cette partie, on va développer l'aspect le plus exploratoire du développement des guides d'onde OP-GaP. D'abord, la mise en place d'un procédé de collage après plusieurs essais comparatifs sera développée ; puis les étapes technologiques suivantes seront détaillées. La fabrication est effectuée au C2N et au III-V Lab. Enfin, on présentera les premiers résultats de caractérisations obtenus à TRT sur les échantillons de référence et sur les guides OP-GaP.

##### i. Adhésion moléculaire : difficultés potentielles et choix

Notre choix d'utiliser l'adhésion moléculaire comme méthode d'obtention de substrat-germe OP-GaP est liée aux moyens que nous avons à notre disposition pour la mettre en place, et à l'identification d'une couche d'arrêt pour le retrait du substrat grâce à l'utilisation de substrats GaAs.

##### a. Les différents tests de collage

Il s'agit ici de coller du GaP sur du GaP. Le GaP peut être épitaxié sur des substrats composés de matériaux différents. Jusqu'ici par exemple, nous avons fait croître le GaP sur substrat GaP ou GaAs. Nous avons à notre disposition une troisième solution, le substrat NAsP ; il est composé d'une fine couche de GaP crûe sur silicium. Les conditions de croissance spécifiques du GaP permettent d'éviter la formation d'APD. Après 50 nm de croissance, il n'y a plus qu'une seule orientation cristalline du matériau à la surface. Nous incluons cette possibilité car elle nous fait également bénéficier de la sélectivité de gravure pour le retrait du substrat (ici le silicium).

On peut associer des substrats différents pour les collages. Par la suite, on différenciera les collages de cette section en les nommant par le substrat qui les compose : pour un collage de GaP épitaxié sur GaAs sur du GaP épitaxié sur GaP, on parlera de collage GaP sur GaAs. Les trois matériaux considérés ont des paramètres de maille différents à température ambiante. Le GaP sur Si sera en compression, puisque son paramètre de maille est plus grand, mais il sera en tension sur GaAs.

Tableau IV- 5 : Paramètre de maille de Si, GaP et GaAs à 300 K

| Si            | GaP            | GaAs           |
|---------------|----------------|----------------|
| 543,1 pm [14] | 545,05 pm [15] | 565,33 pm [15] |

De plus, lors du collage moléculaire, une température de quelques centaines de degrés est appliquée sur l'assemblage des deux plaques. Pour le choix de la température de collage, nous nous basons sur celle du GaAs, 650°C, que nous prendrons un peu plus basse (600°C) au moins pour les premiers collages. En augmentant la température, la maille des matériaux va s'allonger. Le coefficient de dilatation thermique (CTE, Coefficient of Thermal Expansion) mesure la variation de cette longueur en fonction de la température :

$$CTE (K^{-1}) = \frac{1}{L} \frac{dL}{dT} \quad \text{Éq IV. 2}$$

On compare les coefficients du silicium, du GaAs et du GaP pour déterminer les paires compatibles :

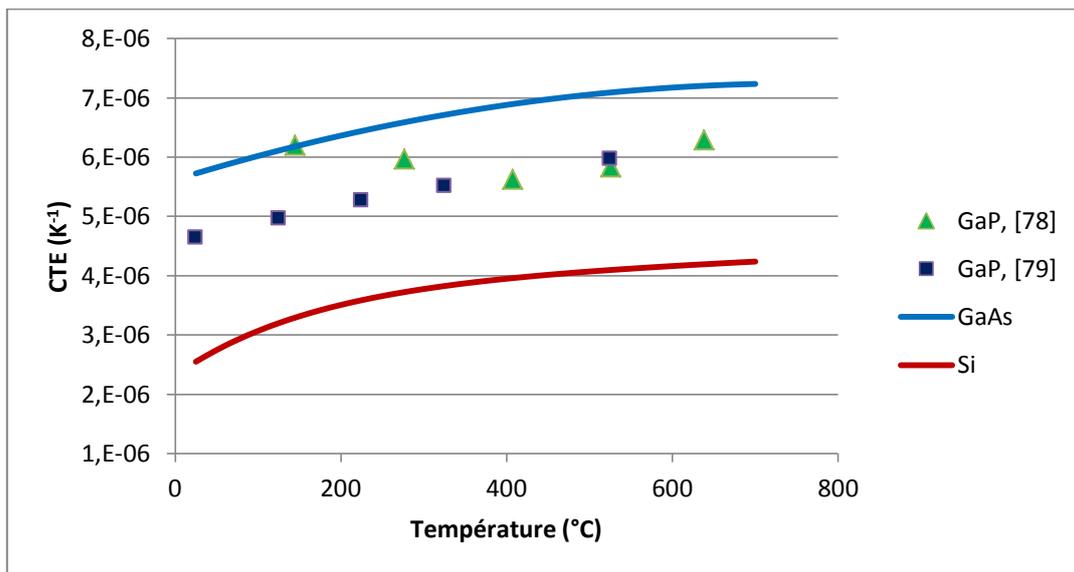


Figure IV- 21 : Comparaison des coefficients de dilatation thermique du GaAs, GaP et Si

Le CTE du GaP n'est pas aussi bien connu que celui des deux autres matériaux considérés (GaAs [77], Si [78]). Les données sont tirées de deux sources différentes [79, 80]. Elles concordent bien pour des températures supérieures à 300°C et devraient donc suffire à nous indiquer les collages les plus susceptibles de fonctionner. D'après les courbes de la Figure IV- 21, on voit que la différence de paramètre de maille entre les différents matériaux peut être exacerbée par une montée en température. On évitera donc d'associer les deux extrêmes, à savoir le GaAs et le Si. Quatre autres associations de substrats peuvent être étudiées, elles sont exposées dans le tableau suivant.

Tableau IV- 6 : Les différentes paires de matériaux composant le substrat utilisées pour les essais de collage GaP sur GaP

| Contre-wafer | Germe | T° collage    |
|--------------|-------|---------------|
| GaAs         | GaAs  | 600°C ; 650°C |
| GaAs         | GaP   | 600°C         |
| NAsP         | GaP   | 600°C         |
| NAsP         | NAsP  | 600°C         |

Une première campagne de collage a donc été lancée pour juger de la pertinence des différentes solutions proposées et retenir celle qui sera la plus propice à de futurs développements technologiques pour l'obtention de nos guides à orientation périodique.

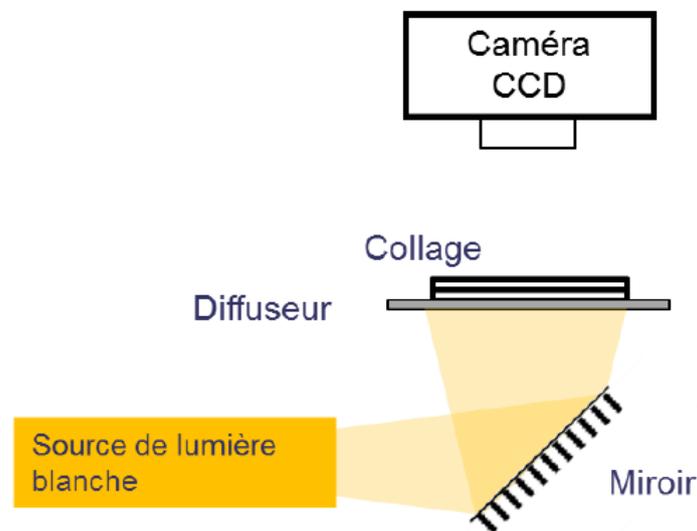
#### **b. Résultats et solution retenue**

Les collages sont effectués dans le four de collage présenté au chapitre III (Figure III- 2) et la procédure suivie est identique (paragraphe III.1.i). Les plaques sont nettoyées avant d'être chargées dans le four.

Pour caractériser les collages, nous avons à notre disposition deux solutions :

- L'observation en transmission proche infrarouge :

L'échantillon, posé sur un plateau en verre douci, est éclairé par une source proche infrarouge par le dessous. L'image est collectée par une caméra CCD installée au-dessus de l'échantillon. Cette méthode est simple et rapide à mettre en place. Pour les collages suffisamment transparents dans le proche infrarouge, elle permet de voir les endroits où les deux plaques sont décollées et de déceler des impuretés à l'interface de collage.



*Figure IV- 22 : Montage de visualisation des collages en transmission proche-infrarouge*

L'inconvénient est qu'elle ne fonctionne pas pour tous les matériaux. Le silicium par exemple, absorbe à ces longueurs d'onde, il n'est donc pas possible de caractériser nos collages sur substrats NASP avec cette méthode. C'est pourquoi nous avons besoin d'une deuxième méthode de visualisation.

- L'observation à la caméra thermique :

Le collage est déposé sur une plaque chauffante. On augmente la température jusqu'à 50°C environ, cela suffit pour observer d'éventuels défauts sans abîmer les plaques. La variation de température peut nous indiquer les endroits décollés.

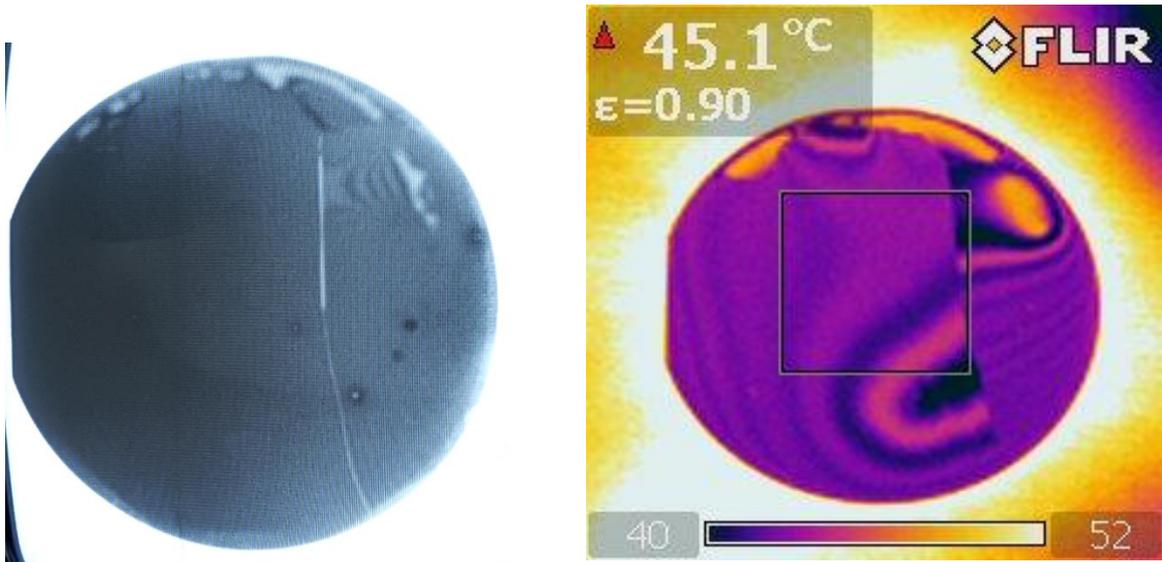


Figure IV- 23 : Photos en transmission proche infrarouge (gauche) et à la caméra thermique (droite) d'un collage de substrats GaAs / GaP

En transmission proche infrarouge, le collage GaAs sur GaP de la *Figure IV- 23* a l'air plutôt beau : on voit une fissure au tiers droit de la plaque mais le reste semble avoir assez bien adhéré, à l'exception du bord du haut et de quelques petites bulles ou poussière à gauche. Quand on complète par une observation à la caméra thermique, on s'aperçoit qu'en fait les plaques sont décollées de part et d'autre de la ligne de clivage, ce qui n'est pas propice à la suite des étapes. Il est difficile de juger de la pertinence de ce collage avec ces seules données. Si la ligne de clivage était présente sur l'une des deux plaques avant collage, il est normal que cette partie soit décollée. Avant les collages, toutes les plaques ont été observées à l'interféromètre (ZYGO) pour juger de leur planéité. Les résultats des deux plaques mises en jeu pour ce collage sont reportés *Figure IV- 24* :

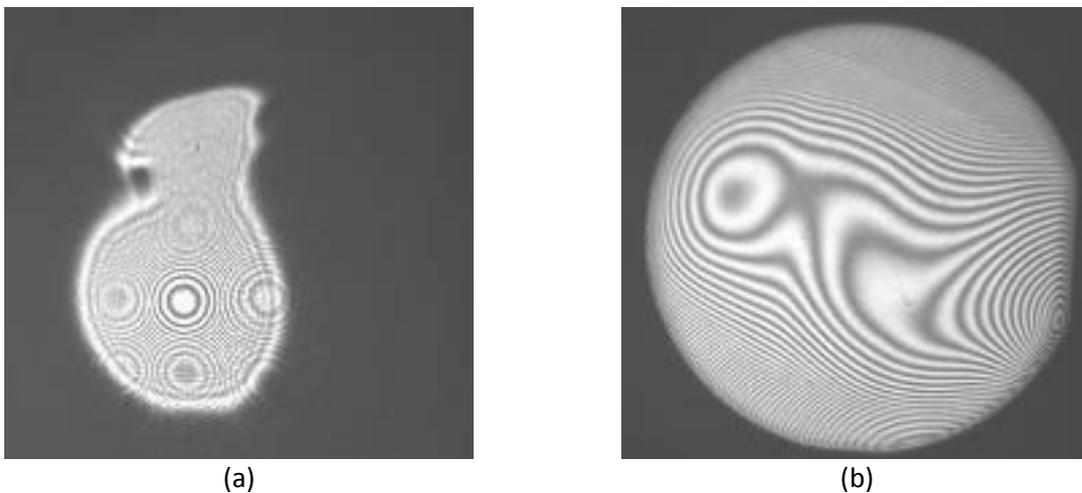
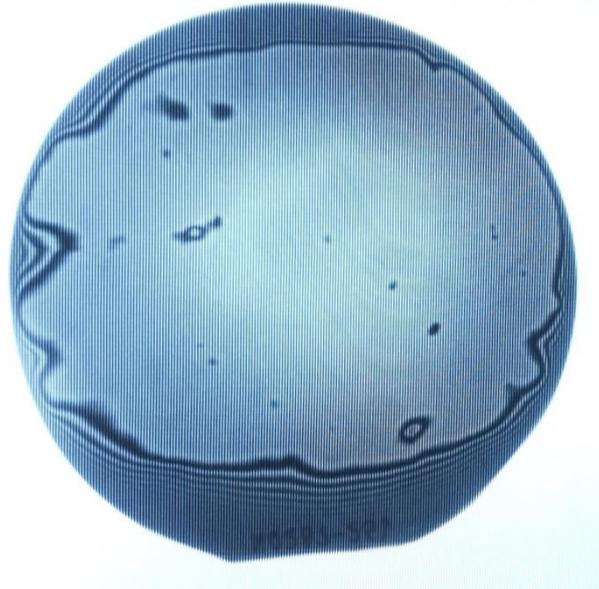


Figure IV- 24: Franges d'interférences des substrats GaP (a) et GaAs (b) prises avant collage

Pour des plaques plates, on ne devrait pas observer plus de 2 ou 3 franges. Ici, aucune des deux plaques n'est plate, mais celle de GaP est tellement bombée qu'on ne voit même pas les bords. Ce phénomène peut expliquer le résultat du collage de la *Figure IV- 23*. Autrement, il ne présente pas de

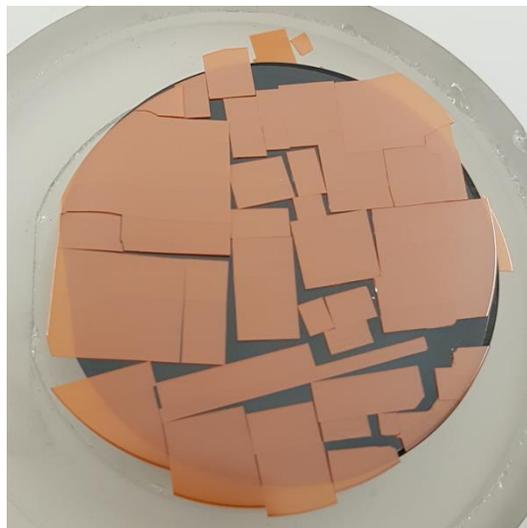
défauts autres que ceux autour de la ligne de clivage qui seraient lié à la courbure de la plaque de GaP, il paraît pour le moment hâtif d'écarter totalement ce collage de nos futurs développements. Nous avons donc effectué un autre collage de substrats GaAs / GaP dont la caractérisation en transmission proche infrarouge est présentée *Figure IV- 25* ci-dessous.



*Figure IV- 25 : Transmission proche infrarouge d'un collage GaAs / GaP*

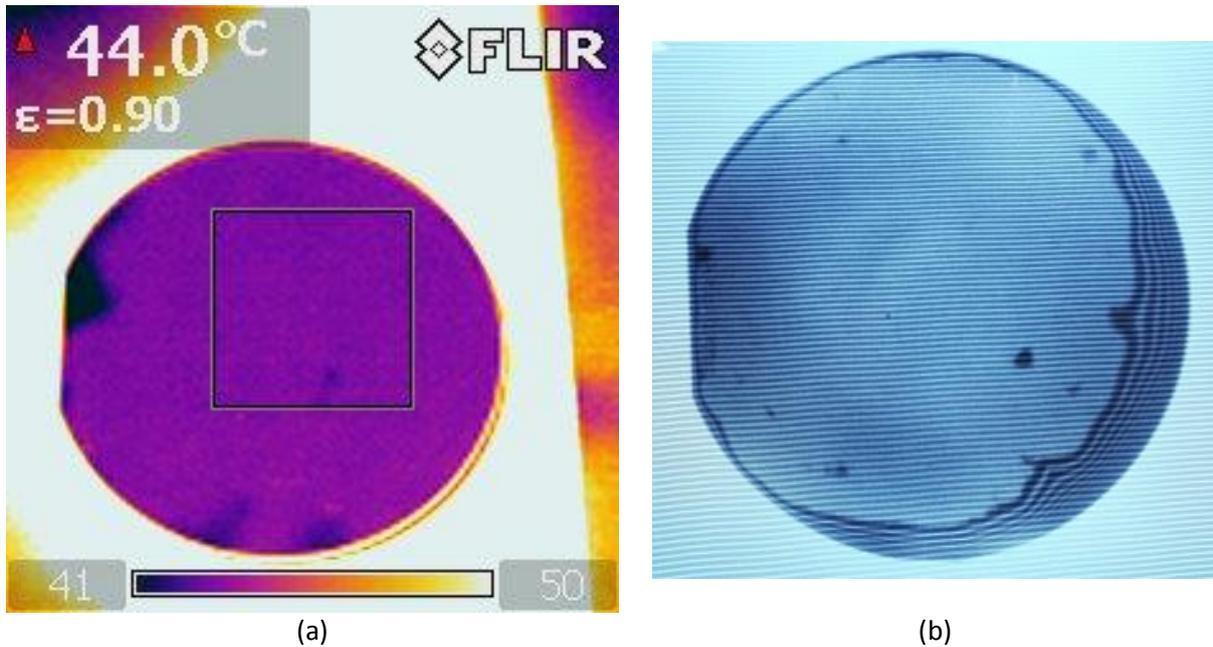
Le collage est bien meilleur que le précédent. Les bords restent décollés, mais mis à part quelques défauts au centre, le collage est beau et donc exploitable pour des développements technologiques.

La *Figure IV- 26* présente le collage NAsP / GaP en sortie de four. La plaque de GaP n'a pas du tout adhéré au NAsP et s'est clivée selon ses axes cristallins en de multiples endroits. Cela doit venir de la contrainte subie par le GaP : sur substrat NAsP, il est en compression, sur substrat GaP il ne subit aucune contrainte. Les mailles du GaP n'ont donc pas la même taille de part et d'autre de l'interface de "collage".



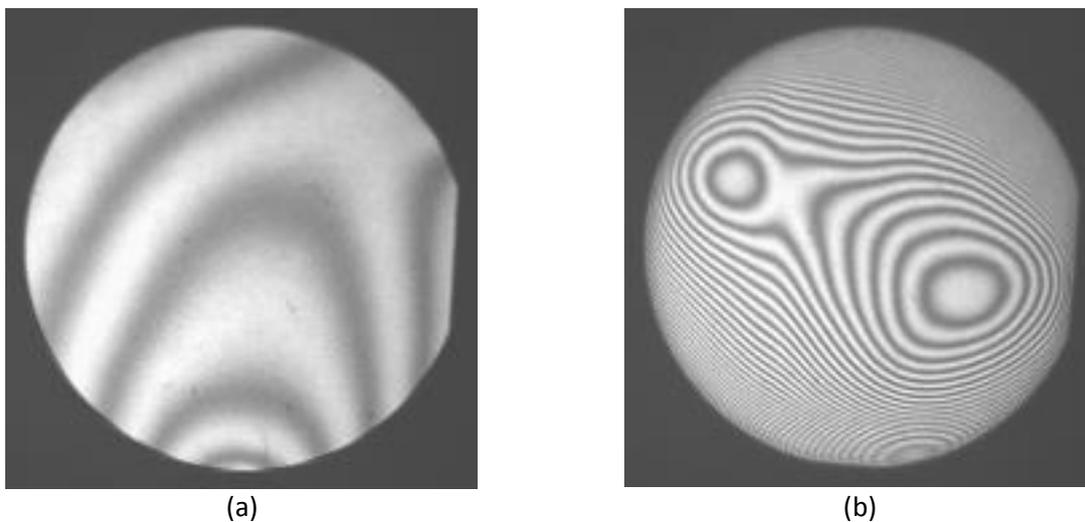
*Figure IV- 26 : Photo du collage sur substrats NAsP / GaP*

Les deux dernières photos montrent des collages "homo-substrat". Le collage NAsP / NAsP visible *Figure IV- 27 (a)* a très bien fonctionné, même les bords ont adhéré. Le collage GaAs / GaAs présenté *Figure IV- 27 (b)* est plutôt beau malgré les bords décollés, le centre ne présente pas beaucoup de défauts. Cette paire semble prometteuse pour l'obtention de collages GaP de qualité.



*Figure IV- 27 : Observation à la caméra thermique du collage NAsP / NAsP (a), et en transmission proche infrarouge d'un collage GaAs / GaAs (b)*

La différence d'adhésion aux bords provient de planéité des plaques. L'observation à l'interféromètre des substrats utilisés pour les collages de la *Figure IV- 27* est présentée ci-dessous.



*Figure IV- 28 : Franges d'interférences sur un substrat NAsP (a) et sur un substrat GaAs (b)*

On voit très nettement que le substrat NAsP est meilleur en termes de planéité. En plus de la figure d'interférence, les acquisitions nous donnent également une valeur « peak to valley » qui représente l'écart entre le point le plus haut et le point le plus bas sur la plaque analysée. Les mesures

effectuées montrent une valeur peak to valley moyenne de 2,5  $\mu\text{m}$  pour le NAsP contre 10  $\mu\text{m}$  pour le GaAs. Un résumé des résultats de collage est compilé dans le tableau suivant.

Tableau IV- 7 : Résultats des premiers tests de collage GaP sur GaP

| Contre-wafer | Germe | Collage  |
|--------------|-------|----------|
| GaAs         | GaAs  | Bon      |
| GaAs         | GaP   | Bon      |
| NAsP         | GaP   | Échec    |
| NAsP         | NAsP  | Très bon |

Les résultats ont permis de retenir les solutions de collages GaAs / GaAs ainsi que GaAs / GaP. Les substrats GaP utilisés par la suite proviennent de deux fournisseurs différents. Théoriquement, ils ont la même densité de défauts ( $5 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ ) mais une observation des premiers au TEM (Transmission Electron Microscope) montre des résidus nanométriques d'oxydes enterrés. La qualité de l'AlGaP épitaxié est nettement meilleure sur les seconds substrats qui en sont exempts et qu'on qualifiera de "bons" substrats, par opposition aux "mauvais" substrats.

La piste du NAsP a dû être mise de côté. En effet, afin de reprendre une croissance GaP sur le substrat, il est nécessaire de désoxyder sa surface à haute température. La relaxation qui s'ensuit fait apparaître des défauts et génère de la rugosité, ce qui perturbe la croissance de l'AlGaP.

## ii. Du substrat-germe au guide d'onde

Après avoir décidé des substrats à utiliser pour les collages, plusieurs plaques ont été préparées et collées selon le même procédé que celui utilisé pour la première campagne. L'épitaxie de la gaine a été effectuée avant l'adhésion. Plusieurs températures ont été essayées sans que l'on ne note de différences significatives sur le résultat des collages. Pour l'étape suivante, le retrait du substrat, les premiers collages ont été repris pour tester différentes solutions de gravure, détaillées dans une première partie. La solution retenue a été appliquée aux nouveaux collages qui ont ensuite pu être préparés par différentes étapes technologiques, exposées dans une seconde partie, pour former des guides d'onde OP-GaP. En dernier lieu, on montrera les premiers résultats obtenus en parallèle sur la croissance de GaP sur substrat OP-GaAs.

### a. Retrait du substrat

Après le collage, on obtient un empilement de couches représenté Figure IV- 29. Une première étape consiste à enlever le substrat GaAs du dessus (contre-wafer). Un amincissement mécanique est effectué pour ne laisser qu'environ 50  $\mu\text{m}$  sur le substrat.

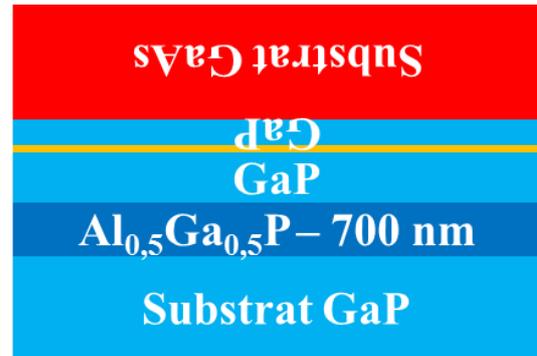
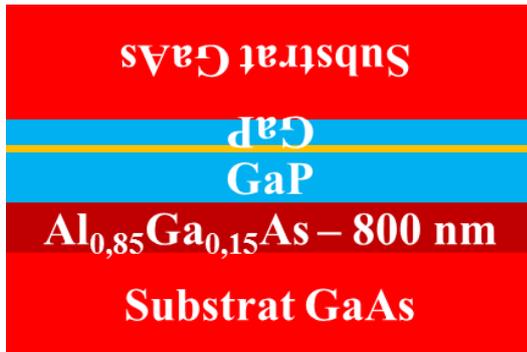


Figure IV- 29 : Résultat du collage moléculaire avant amincissement du substrat

Il s'agit ensuite d'éliminer cette couche restante de GaAs. La gravure est faite chimiquement.

La solution utilisée attaque le GaAs. Pour protéger la face arrière, qui est également composée de GaAs dans le cas de gauche de la Figure IV- 29 et qu'on souhaite préserver de la gravure chimique, on la recouvre de résine ou on la colle sur un galet. Le travail s'effectue en salle blanche. Les plaques sont placées sur un support en plastique avec une poignée (Figure IV- 30) et plongées dans un bécher éventuellement posé sur une plaque chauffante. On effectue une agitation manuelle, ou avec un barreau magnétique pour certains collages. A la fin de la manipulation, la plaque est rincée à l'eau désionisée pour stopper la gravure, puis séchée avec une soufflette.



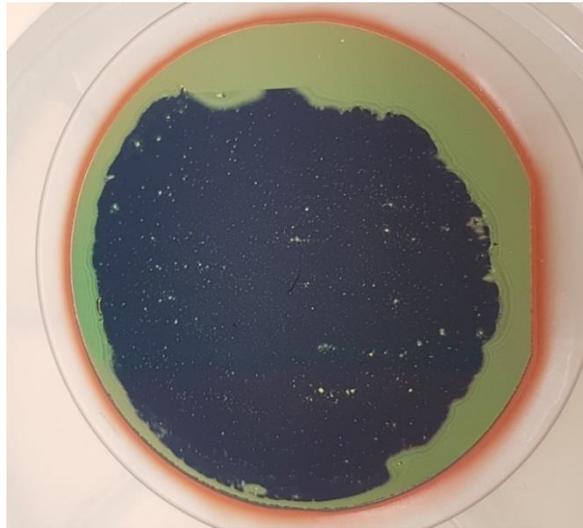
Figure IV- 30 : Dispositif de gravure de contre-wafers en GaAs

Pour le retrait du substrat en GaAs, nous avons besoin d'une solution sélective pour le GaAs par rapport au GaP. Trois solutions chimiques répondant à ce critère ont été testées, à base de  $H_2SO_4$ , de  $NH_4OH$  et d'acide citrique. Les résultats sont présentés ci-dessous.

- $H_2SO_4 : H_2O_2 : H_2O$ , (1 : 8 : 20)

Le collage est plongé dans le bécher pendant 25 minutes. Au fur et à mesure de la gravure, on voit disparaître le GaAs gris pour une couche miroir bleu nuit au centre de la plaque et vert doré aux

bords, là où les plaques n'ont pas adhéré lors du collage. A la fin, le GaAs a totalement été retiré sur l'ensemble de la plaque (Figure IV- 31). On replonge la moitié de la plaque dans le bécher pour s'assurer qu'il n'y a plus d'évolution.



*Figure IV- 31 : Photo du collage après retrait du substrat avec  $H_2SO_4$*

La couronne verte correspond à la partie décollée des deux plaques composant le collage.

-  $NH_4OH$

Une partie du collage s'est décollé pendant l'amincissement mécanique (morceau du bas sur la Figure IV- 32), elle n'a pas été trempée dans la solution de gravure.

Ce collage a été trempé pendant plus d'une heure, la réaction a été lente. On voit apparaître les mêmes couleurs que sur le retrait de substrat précédent, bleu nuit au centre, vert sur les bords, mais le GaAs n'a pas pu être entièrement retiré, la gravure semble bloquée.



*Figure IV- 32 : Photo du collage après retrait substrat  $NH_4OH$*

On distingue plusieurs zones sur cette plaque. Sur le bas de la photo, il y a une partie « miroir » qui est en fait l'endroit où la plaque du dessus s'est décollée lors de l'amincissement mécanique. On voit ensuite une bande au milieu qui présente les mêmes couleurs que le collage précédent. Enfin, la majorité de la plaque reste grise sur sa surface, il s'agit du substrat GaAs qui n'est pas retiré.

Une plaque similaire au germe utilisé pour le collage de la Figure IV- 32 a été observée au microscope électronique en transmission à balayage (STEM pour Scanning Transmission Electron Microscope). L'image révèle que l'interface entre le GaAs et le GaP n'est pas nette. La croissance de GaP a lissé les défauts par la suite, mais quand on grave le substrat de GaAs, on découvre cette interface qui bloque la gravure.

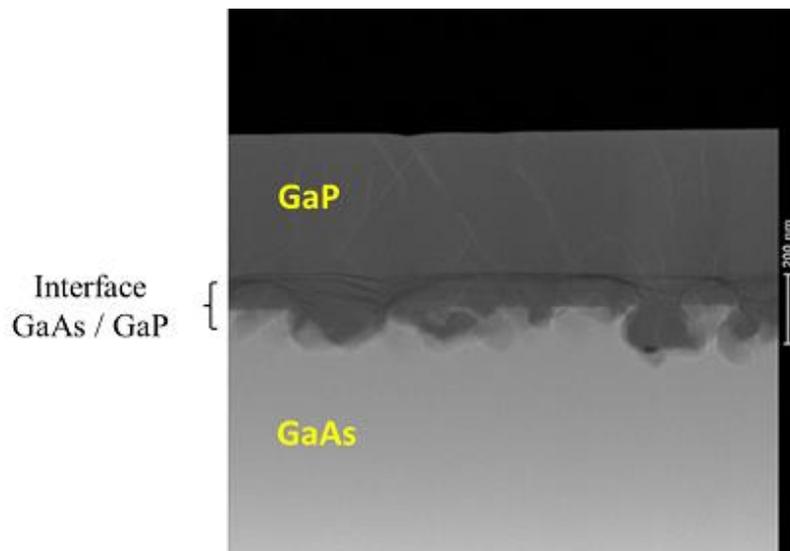


Figure IV- 33 : Observation du collage au STEM

La rugosité de la surface où le substrat GaAs n'a pas été totalement retiré sur la Figure IV- 32 a été observée et mesurée à l'AFM :

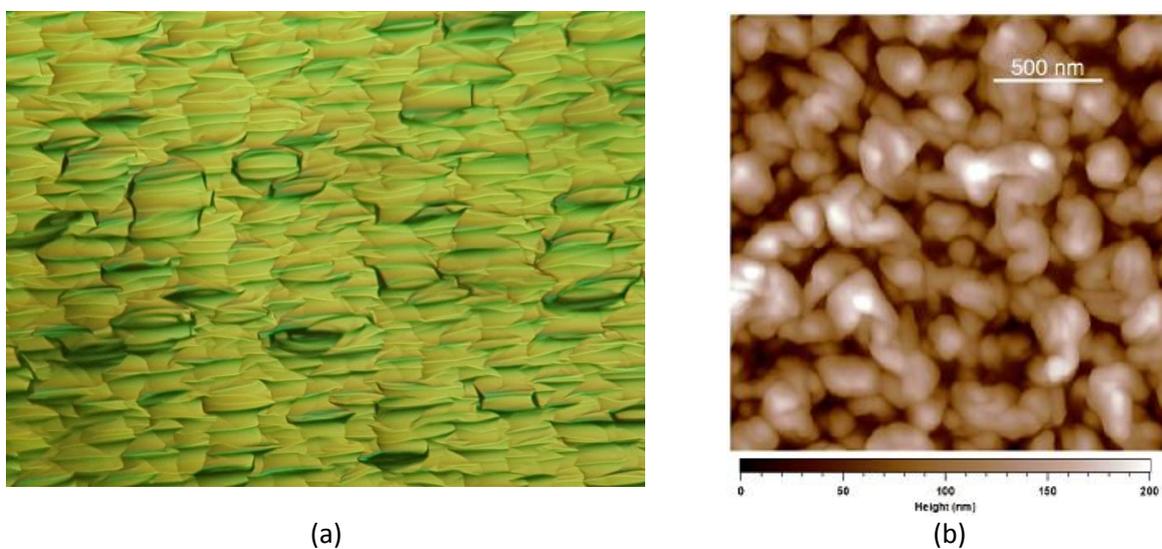


Figure IV- 34 : Observation du substrat GaAs non retiré au microscope binoculaire (a) et à l'AFM (b)

On retrouve cette rugosité observée au STEM (40 nm). Le passage du GaAs au GaP a donné lieu à une désorption d'arsenic qui cause cette rugosité. Sur les autres plaques présentées, la procédure de dépôt employée permet l'obtention d'une interface plus lisse, c'est pourquoi le retrait substrat s'est bien passé. La gravure au  $\text{NH}_4\text{OH}$  fonctionne donc mais n'a pas pu aboutir pour des raisons de rugosité d'interface entre les deux matériaux.

- Acide citrique ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) :  $\text{H}_2\text{O}$  (1 : 1)

Pour cette réaction, on a utilisé une plaque chauffante réglée sur  $50^\circ\text{C}$  et un agitateur magnétique. Au bout de 25 minutes, on commence à voir la couronne verte sur de petites zones. Après un peu plus d'une heure, la solution saturée a dû être remplacée. Le GaAs a été entièrement gravé au bout d'une heure vingt-cinq.

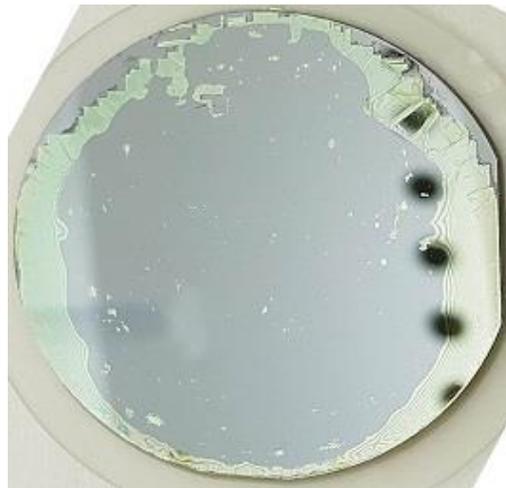


Figure IV- 35 : Photo du collage après un retrait du substrat à l'acide citrique

Les trois solutions ont fonctionné, mais pour la suite on choisira de faire tous nos retraits de substrats avec le  $\text{H}_2\text{SO}_4$  avec lequel la gravure a été la plus rapide. Sur la Figure IV- 36 ci-dessous, on peut voir les résultats obtenus sur les plaques utilisées pour la fabrication des guides OP-GaP.

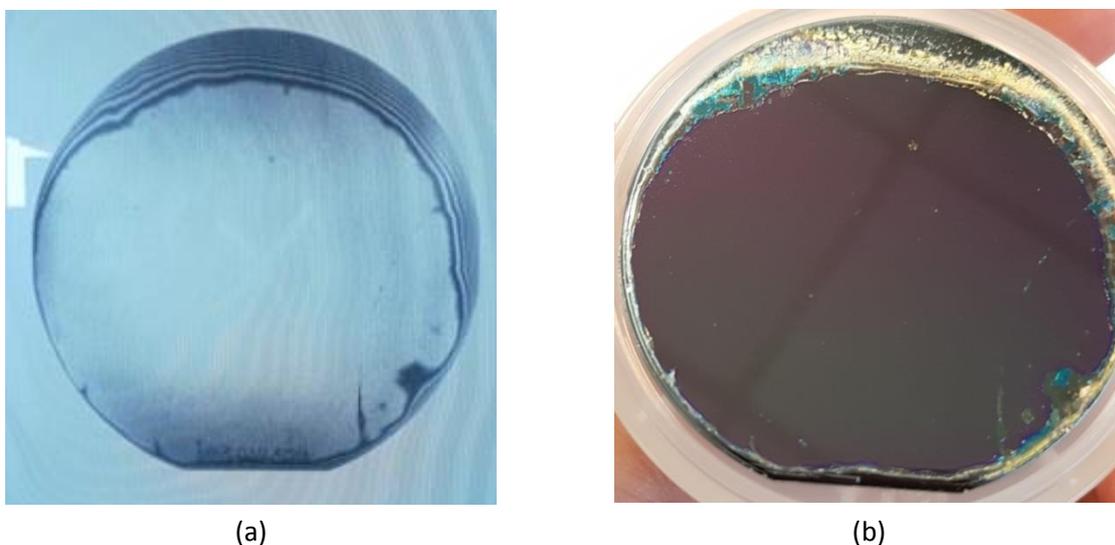


Figure IV- 36 : Transmission proche-infrarouge (a) et photo (b) après retrait du substrat sur collage avec germe GaAs

Les proportions ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  :  $\text{H}_2\text{O}_2$  :  $\text{H}_2\text{O}$ ) ont été modifiées à (1 : 8 : 10) pour accélérer la réaction. Une solution sert à 3 ou 4 gravures. La durée de la première gravure est inférieure à 10 minutes puis le temps s’allonge avec la consommation des réactifs. On renouvelle la solution quand ce temps double. Le procédé est reproductible.

Sur les dernières images, Figure IV- 37, on voit le résultat d’un collage GaP / GaAs avant et après le retrait de substrat (la plaque s’est clivée en deux lors de l’amincissement mécanique). Le résultat du collage est satisfaisant. Ici, il n’est pas besoin de transmission infrarouge ou de caméra thermique pour observer les zones décollées qui se trouvent principalement aux bords. La solution utilisée pour le retrait du substrat est celle composée de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , qui donne également de bons résultats dans ce cas.

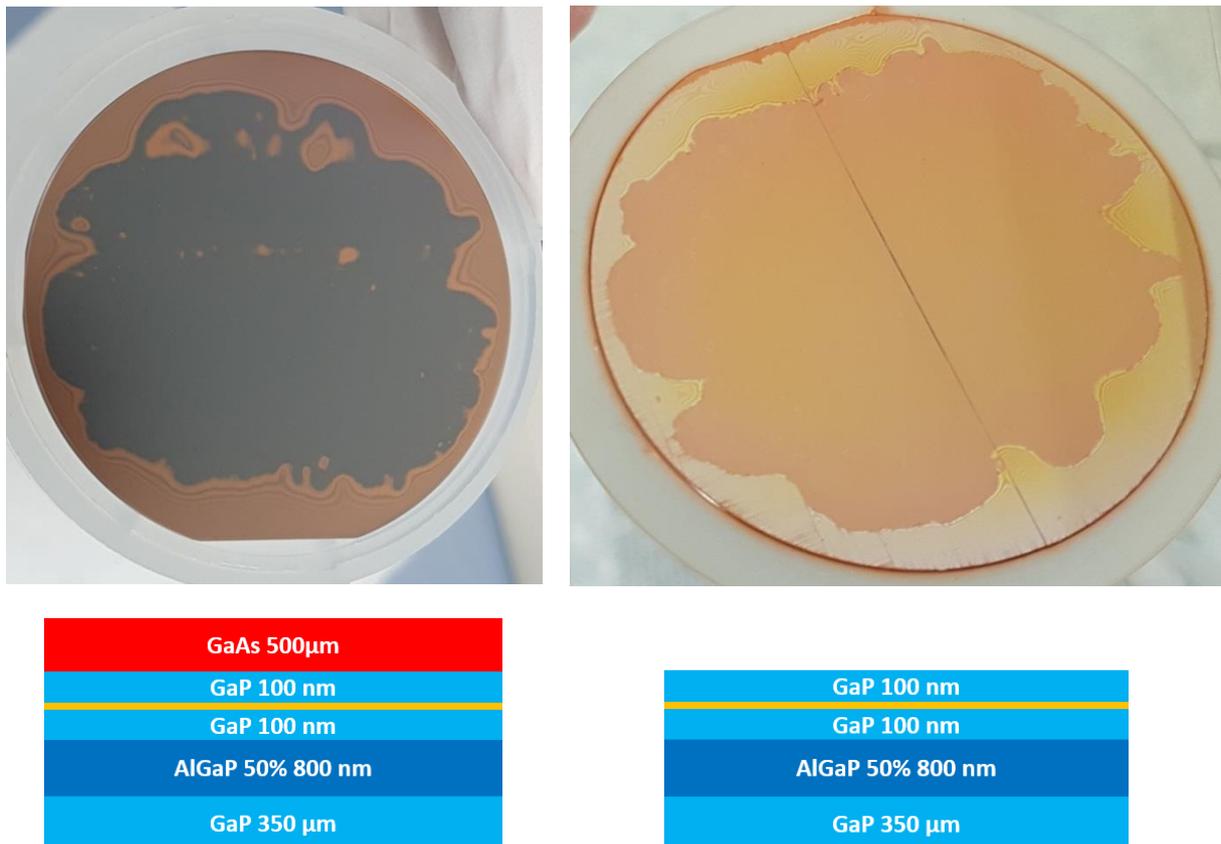


Figure IV- 37 : Retrait du substrat sur collage avec germe GaP (haut) et représentation de l’empilement de couches correspondant (bas)

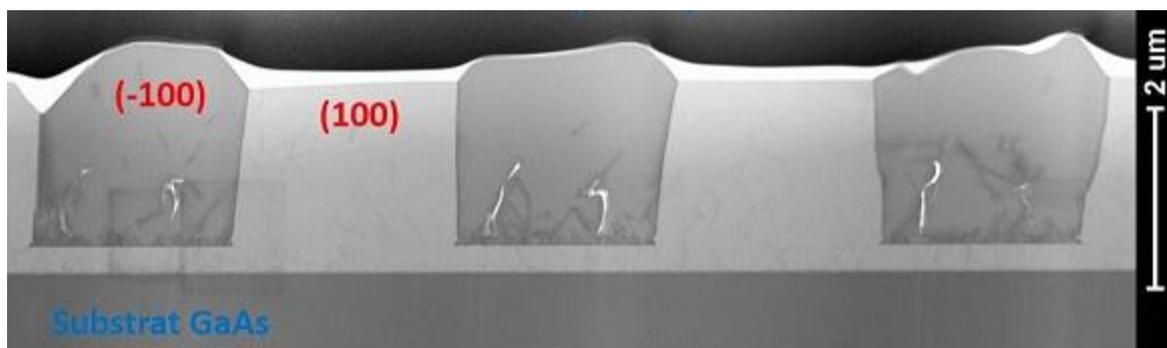
### b. Lithographie et gravure

La photolithographie est effectuée au C2N. On utilise la résine réversible AZ5214 en mode positif (une résine réversible a la propriété de changer de polarité à la suite d’une étape de recuit dit d’inversion). On enduit la plaque de résine par centrifugation (spin-coating) ce qui permet, en contrôlant bien les différents paramètres (vitesse, temps de rotation), d’obtenir une couche de résine plane et homogène. Ainsi, le contact avec le masque sera uniforme. Vient ensuite l’étape de recuit pour laquelle on place les plaques sur une plaque chauffante pendant environ une minute. Cette étape permet entre autres de densifier la résine et d’améliorer son adhésion. Pour l’insolation, le masque est appliqué sur la plaque par « hard contact », les plaques sont mises en contact et on

applique une pression dessus. Il est également possible d'effectuer cette mise en contact sans pression, par « soft contact », ou sous vide, on parle alors de « vacuum contact ». Le type de contact peut avoir une influence sur la résolution des motifs, en les déformant par diffusion par exemple si le masque n'est pas bien appliqué sur la plaque. C'est pourquoi nous avons choisi le hard contact. Un essai a aussi été fait par vacuum contact. L'observation des plaques au microscope à l'issue du développement de la résine ne montre pas de différence flagrante quant à la qualité des motifs définis.

La gravure du substrat-germe a été effectuée à l'IEMN.

A l'issue de la reprise d'épitaxie sur substrat-germe OP-GaP et avant la gravure des guides, les échantillons ont été observés au microscope électronique en transmission (TEM pour Transmission Electron Microscope en anglais). Cette étape est nécessaire pour vérifier que la gravure a été assez profonde et que de fait les deux orientations cristallines sont bien présentes. L'observation a montré que tel était le cas.



*Figure IV- 38 : Photo TEM de la reprise d'épitaxie sur substrat-germe OP-GaP obtenu par adhésion moléculaire*

Le résultat est très prometteur, les parois de domaine sont pratiquement parallèles, les deux orientations sont bien visibles, la gravure a fonctionné. Seule une contamination par le retrait résine pénalise l'épitaxie. La fabrication a donc pu se poursuivre. Les étapes de photolithographie des guides se sont déroulées au C2N sur un quart de plaque. Les différentes étapes sont celles décrites plus haut, à la différence que le masque utilisé sert à définir les rubans des guides et non plus les périodes de QAP. A l'issue de la gravure et du retrait de la résine, les premiers guides rubans OP-GaP obtenus par adhésion moléculaire ont vu le jour.



Figure IV- 39 : Photo des premières plaques de guides OP-GaP fabriquées au C2N avant gravure des guides

La fabrication des guides de référence est plus simple, elle a été faite en parallèle. L'inversion d'orientation n'étant pas nécessaire, les différentes couches guidantes sont directement épitaxiées sur un substrat en GaP. Puis les rubans sont gravés par le même processus que pour les guides d'onde OP.

**c. Une croissance MOCVD sur substrat-germe OP-GaAs**

Parallèlement aux collages, un essai de croissance sur substrat-germe OP-GaAs a été effectué au C2N. Il se distingue de la littérature par la méthode d'épitaxie choisie, la MOCVD. Une couche de 500 nm GaP a été épitaxiée sur l'OP-GaAs. Une image MEB est montrée Figure IV- 40 ainsi qu'un schéma représentant la coupe observée. On distingue l'interface de collage, la frontière entre le GaAs et le GaP et les matériaux des deux orientations.

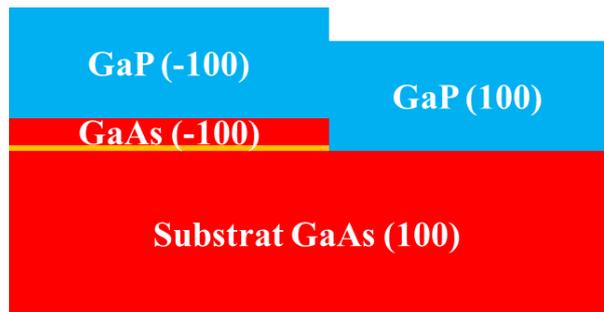
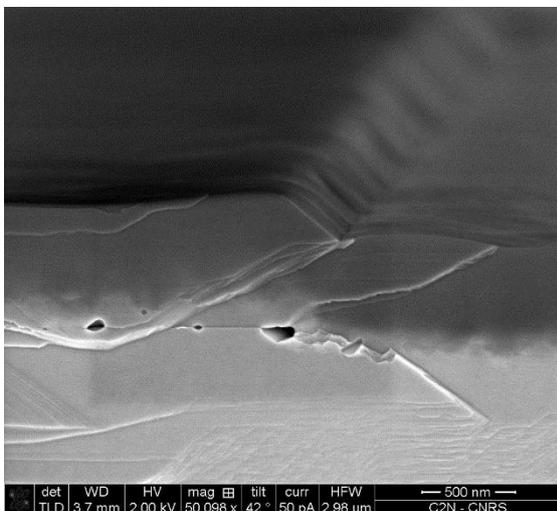


Figure IV- 40 : Croissance par MOCVD de GaP sur substrat-germe OP-GaAs

La croissance du GaP recouvre de manière conforme la marche du substrat-germe en GaAs. Une observation au TEM présentée sur la Figure IV- 41 permet de confirmer que la paroi entre les deux domaines (-100) et (100) est parfaitement droite.

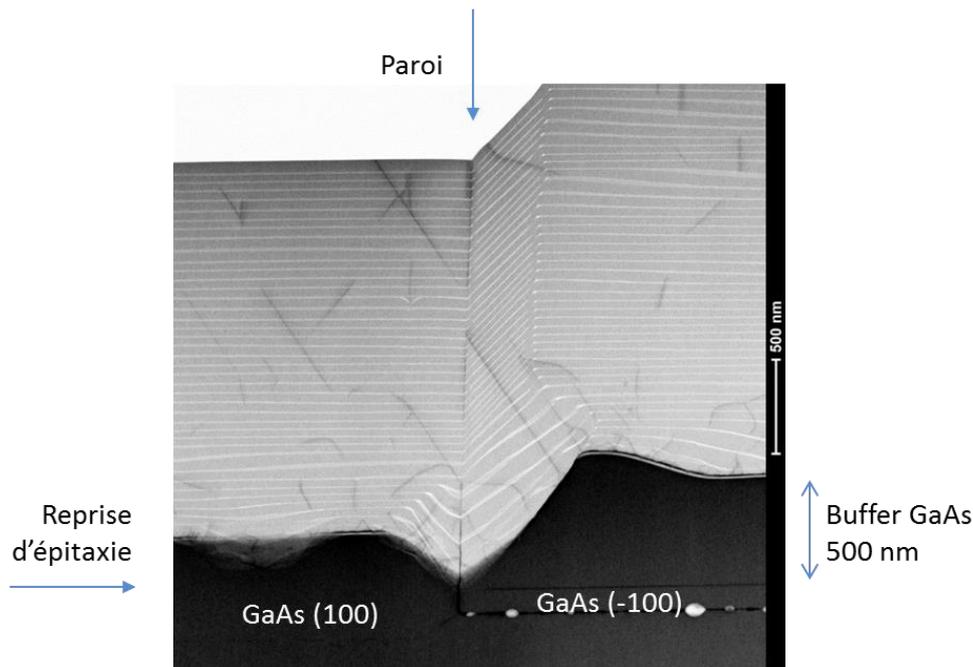


Figure IV- 41 : Image TEM centrée sur la paroi entre les deux domaines d'une reprise de GaP sur substrat-germe OP-GaAs

### iii. Premières caractérisations

Les différentes plaques de guides de référence sont amincies jusqu'à  $\sim 200 \mu\text{m}$  pour le clivage : l'échantillon est placé sous une binoculaire, une amorce est faite avec une pointe en diamant le long de l'axe cristallin du matériau parallèle à la face souhaitée, puis propagée en exerçant une pression modérée avec la pointe d'un scalpel.

#### a. Injection dans les guides de référence

Les premières expériences sont menées avec un laser continu accordable entre 1510 et 1630 nm. La sortie fibrée du laser est montée sur un porte-fibre avec un collimateur Thorlabs F280 FC-1550. Le faisceau collimaté est injecté dans l'échantillon par un objectif de microscope de grossissement x40. L'échantillon est collé sur une barrette fixée au porte-échantillon. A sa sortie, un autre objectif de microscope de grossissement x40 collecte le signal. Un autre collimateur Thorlabs F280 APC-1550 relié au détecteur est aligné à l'axe optique. Les deux objectifs sont montés sur des platines motorisées réglables en x, y et z, par des moteurs piézoélectriques. Le porte-échantillon est également sur platine motorisée ajustable en y et z (voir les axes sur la Figure IV- 42). Au-dessus de l'échantillon, un objectif de microscope de grossissement x20 permet d'imager l'injection dans les guides sur une caméra proche-infrarouge Photonic Science.

Entre l'objectif de microscope de sortie et le détecteur, un miroir sur monture rabattable permet de diriger le faisceau d'un laser He-Ne à 633 nm vers le système d'injection / collection composé des

deux objectifs de microscope et du porte-échantillon. Ce laser He-Ne est aligné à l'axe optique de ce montage et permet un pré-alignement des composants de l'expérience.

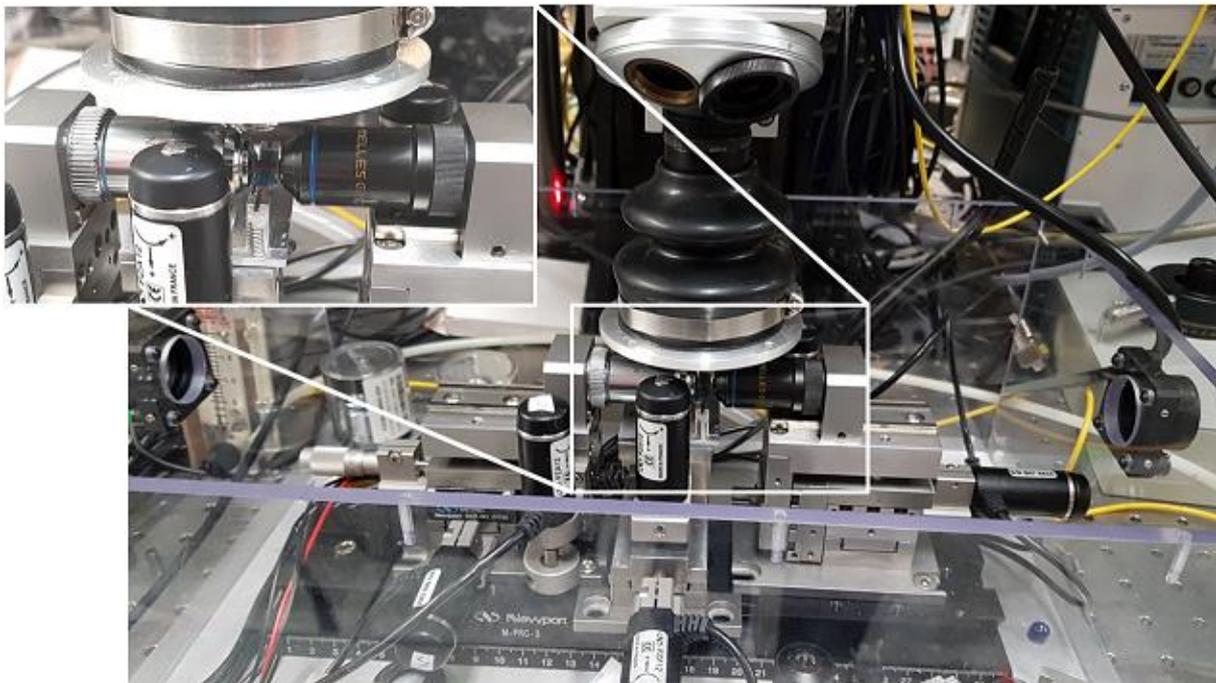
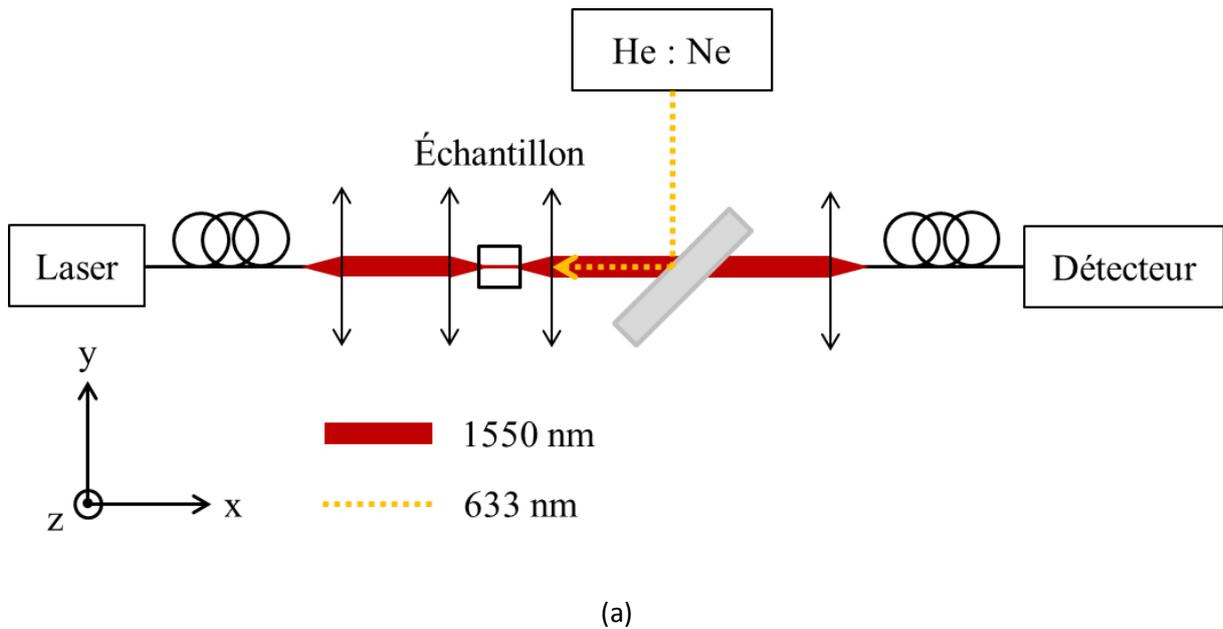


Figure IV- 42 : Schéma (a) et photo (b) du montage de caractérisation des guides GaP à 1,5  $\mu\text{m}$

On aligne dans un premier temps les deux objectifs de microscope au faisceau visible, en le focalisant sur le centre du porte-fibre de la sortie du laser à 1,5  $\mu\text{m}$ . On ajoute ensuite l'échantillon. Comme le GaP reste transparent à cette longueur d'onde, on peut voir le faisceau de l'He-Ne passer à travers et ainsi régler grossièrement la hauteur de l'échantillon. Une fois ces premiers réglages effectués, on

rabat le miroir et on allume le laser à  $1,5 \mu\text{m}$ . A l'aide de la caméra SWIR, on ajuste la distance de travail de l'objectif d'injection et la hauteur de l'échantillon pour que le faisceau soit focalisé sur la facette d'entrée de l'échantillon. On observe alors un spot très lumineux à la caméra. On ajuste finement les réglages précédents en regardant la facette de sortie de l'échantillon pour observer une tache la plus lumineuse possible en sortie de guide.

On injecte ensuite le laser par le collimateur du détecteur pour que la lumière arrive dans l'échantillon par l'objectif de collection. Sans toucher aux réglages du porte-échantillon, on ajuste la distance de travail de l'objectif de collection ainsi que sa hauteur, et sa position latérale si nécessaire, pour focaliser correctement sur le même guide que précédemment. On complète la procédure d'alignement en regardant à nouveau la sortie de guide pour aligner finement l'objectif de collection. On peut à présent ré-injecter par le collimateur d'entrée. On utilise la puissance reçue par le détecteur pour optimiser au mieux le signal reçu en sortie de guide pour un dernier alignement fin. On joue tour à tour sur chaque axe des éléments du système d'injection / collection en boucle, jusqu'à obtenir un signal maximum. Une fois ces réglages effectués, on ne touchera plus qu'à l'échantillon. Pour passer d'un guide à l'autre, on translatera l'échantillon devant l'objectif d'injection et on ajustera sa hauteur, l'échantillon n'étant pas toujours collé totalement droit sur la barrette ou n'étant pas aminci de façon parfaitement parallépipédique.

Les deux premiers échantillons caractérisés sont des guides de référence épitaxiés sur substrat GaP, un "mauvais" substrat (éch. 1) et un "bon" substrat (éch. 2). Ils mesurent tous les deux 5 mm de long.

La lumière se propage bien dans le guide, on voit une tache lumineuse en sortie du guide à la caméra et on reçoit du signal au détecteur. Les puissances relevées montrent a priori un niveau de pertes assez élevé. Pour une puissance en sortie de laser de 2 mW, on détecte  $150 \mu\text{W}$  par transmission des objectifs seuls. En injectant dans l'échantillon, on trouve des puissances de sortie de l'ordre du  $\mu\text{W}$ . On n'observe pas de rayonnements qui proviendraient de défauts de fabrication (rugosité des flancs), les pertes semblent principalement venir de l'atténuation à la propagation liée au faible confinement du mode, la gravure étant peu profonde. Si l'on prend en compte les pertes de Fresnel sur les facettes d'entrée et de sortie de l'échantillon ( $\sim 26\%$  par facette) et qu'on estime qu'on couple 20% de la puissance incidente dans le guide, une première estimation très grossière des pertes se situe autour de 15 et 25 dB/cm pour l'échantillon 2 et 1 respectivement. On note au passage que la puissance en sortie de l'éch. 2 est 2,5 fois plus élevée que celle de l'éch. 1. La qualité du substrat utilisé aurait donc une influence sur les performances linéaires des guides. Des mesures supplémentaires sur d'autres guides pourraient confirmer ou infirmer cette tendance.

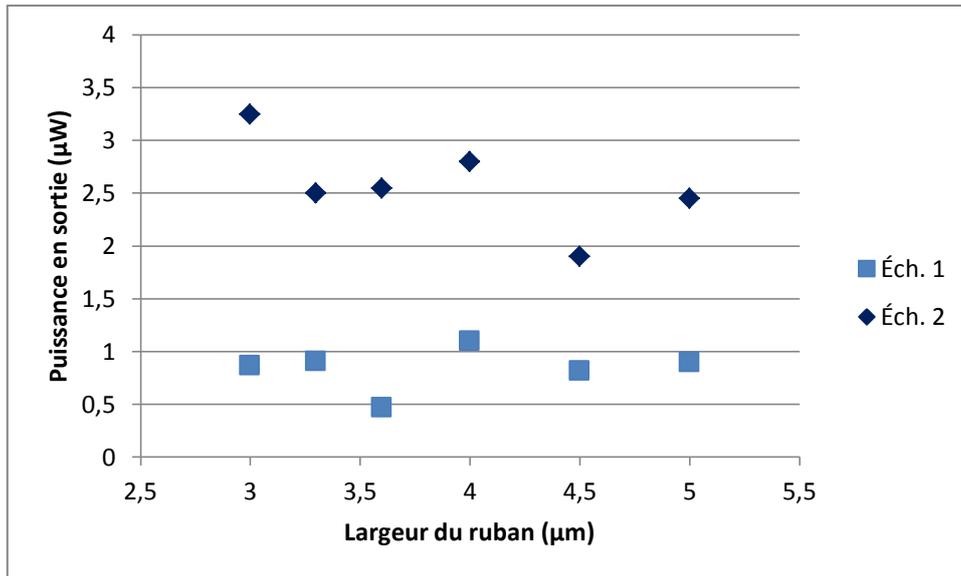


Figure IV- 43 : Tracé de la puissance relevée en sortie de guides pour échantillons 1 et 2 qui correspondent respectivement au mauvais et au bon substrat de GaP

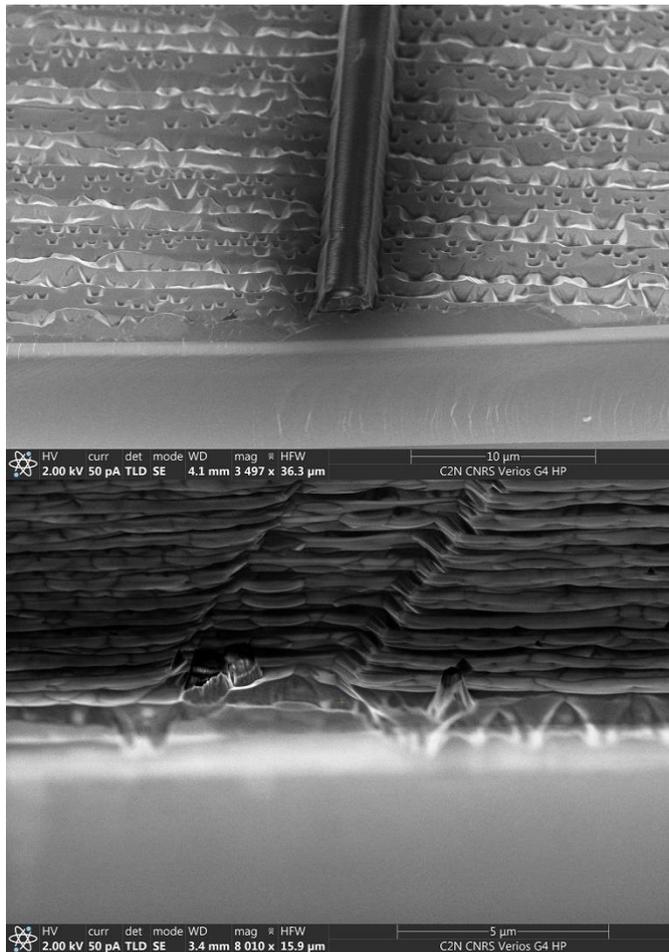
Les mesures de puissance sont reproductibles. La barre d'erreur sur les mesures est de 3%.

Ces premières expériences montrent que la géométrie choisie pour nos guides permet le guidage de la lumière autour de  $1,5 \mu\text{m}$ . Les pertes n'ont pas pu être quantifiées mais elles ne semblent pas négligeables ; les causes probables de pertes proviennent de la gravure du guide, qui n'est peut-être pas assez profonde pour maintenir un confinement correct le long du guide, ou de fuites dans le substrat causées par une épaisseur de gaine AlGaP insuffisante.

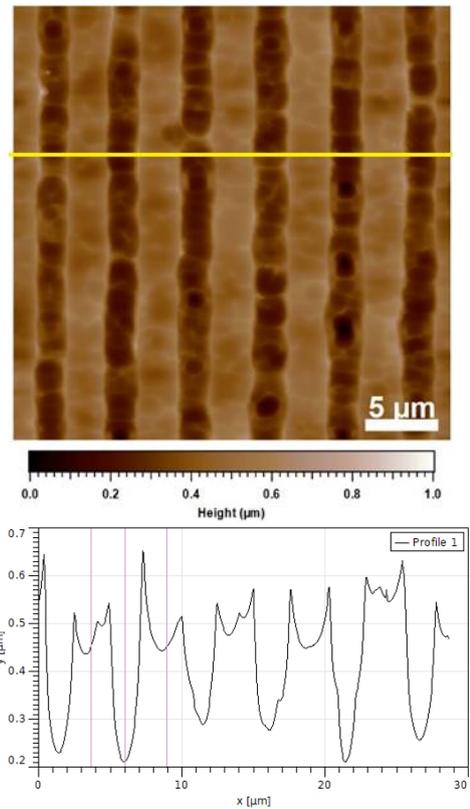
#### b. Analyse des guides d'onde OP-GaP

Plusieurs tentatives d'injection infructueuses ont été faites sur nos premiers guides d'onde OP-GaP sur le banc présenté Figure IV- 42, à  $1,5 \mu\text{m}$  et  $633 \text{ nm}$ . La caméra placée au-dessus de l'échantillon permet en temps normal de visualiser la propagation du faisceau dans le guide. Dans ce cas de figure, on voit un mode plan en sortie d'échantillon mais la lumière n'est pas confinée dans le guide.

Des observations au MEB ont révélé une rugosité de surface importante, confirmée par l'AFM. Le relief présenté Figure IV- 44 (b) a été mesuré au niveau du trait jaune, perpendiculairement aux réseaux. Les résultats montrent des crevasses entre les deux orientations cristallines pouvant atteindre jusqu'à  $400 \text{ nm}$ . La rugosité, supérieure à  $\lambda/10$ , est à l'origine d'une diffusion importante de la lumière. On constate de plus que les réseaux ne sont pas parfaitement verticaux.



(a)



(b)

Figure IV- 44 : Photo MEB d'un guide OP-GaP (a) et AFM sur les réseaux

L'image MEB du guide d'onde en (a) montre que l'état des facettes n'est pas optimal. Le clivage a été réalisé sans amincissement de la plaque, ce qui peut expliquer cet état. D'autre part, le clivage de guides OP est plus délicat que celui de guides de référence car ils sont issus d'un collage. Les deux plaques mises en jeu peuvent présenter un léger angle qui entraîne une tension au niveau de la jointure des deux plaques. Comme le clivage se fait selon l'axe cristallin, les facettes clivées sont susceptibles d'être abîmées.

Pour améliorer l'état de surface de nos échantillons, l'autre quart de plaque, sur lequel les guides n'avaient pas encore été gravés, a été envoyé à l'Institut Foton pour polissage. La technique récente y a été mise au point et est mentionnée dans [81]. Des contrôles de l'échantillon ont été effectués avant polissage et après deux heures de polissage, les photos MEB sont visibles Figure IV- 45. On voit une très nette amélioration de la rugosité. La marche qu'il y avait entre les deux polarités a disparu, la surface est plane. Il subsiste des cavités présentes sur l'orientation (-100) du GaP. Lors de la gravure des réseaux, l'ICP a surchauffé la résine qui a donc été très difficile à retirer. Des résidus ont pollué la recroissance sur l'orientation (-100), qui était protégée par la résine, et ont engendré ces défauts carrés visibles sur toutes nos observations MEB. La Figure IV- 45 révèle également que le rapport cyclique, initialement de 50/50, n'est pas respecté. Cela peut poser problème car le rapport cyclique a une influence sur l'efficacité de conversion et peut donc dégrader le rendement.

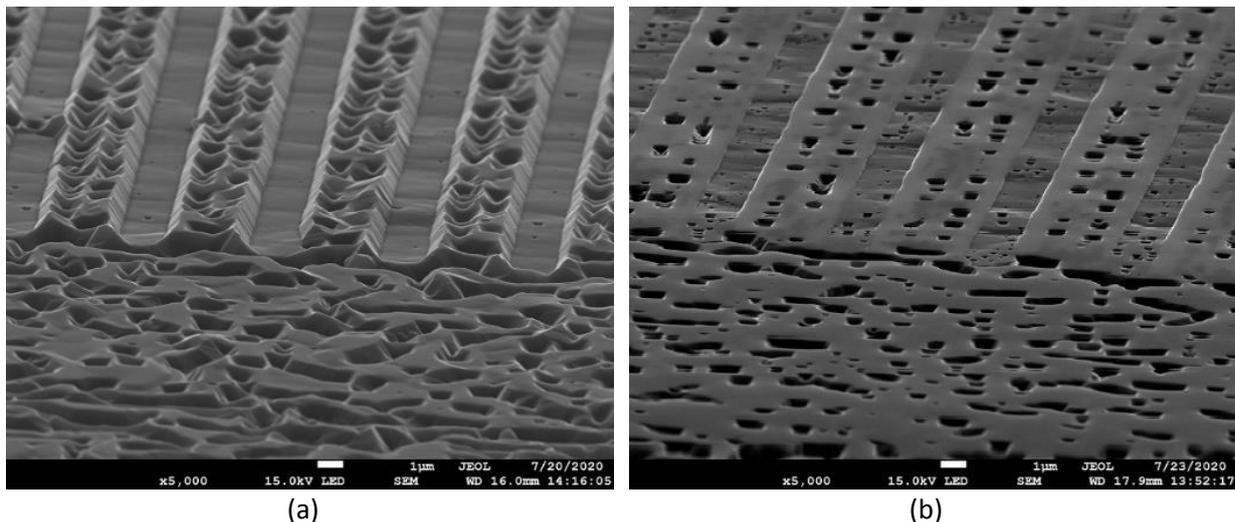


Figure IV- 45 : Photos MEB de l'échantillon OP-GaP avant (a) et après deux heures de polissage (b)

La plaque a été polie pendant deux heures supplémentaires, soit quatre heures au total. Après polissage, les guides ont été gravés sur cet échantillon. Le quart de plaque a également été aminci pour faciliter le clivage. Les essais d'injection ont cette fois conduit à une propagation du faisceau sur une centaine de microns le long des guides. Cela ne permet toujours pas de récolter du signal en sortie de guide, même sur un échantillon très court. Un laser à  $1,3 \mu\text{m}$  a également été utilisé pour écarter l'hypothèse d'une longueur d'onde de coupure trop basse tout en évitant d'être trop multimode.

Nous avons fait une nouvelle observation au TEM pour observer les frontières entre les deux orientations du GaP et vérifier l'état de surface des guides. Deux lames TEM ont été réalisées parallèlement aux guides, elles sont représentées sur la Figure IV- 46. La première (numérotée 1) est réalisée le long d'un guide, la seconde entre deux guides (n°2). Les observations correspondantes sont reportées sur la Figure IV- 47. Avant la découpe, une couche de platine a été déposée pour ne pas dégrader l'échantillon. On voit également le masque SiN qui n'a pas encore été retiré sur l'image de gauche. Sur le haut, on voit les différentes orientations cristallines à la surface de l'échantillon identifiées (100) et (-100). Des cavités se situent dans le prolongement des réseaux, elles se répètent à chaque longueur de QAP. Ces cavités sont néfastes pour la propagation de la lumière. On peut tout de même noter que la surface du guide est plane et lisse sur la photo de gauche, le polissage est propre et efficace. Par contre, entre les guides, la gravure semble avoir facetté le GaP. Ce dernier point n'est néanmoins pas particulièrement gênant pour la propagation dans le guide car le mode ne voit pas ou peu cette interface (cf Tableau IV- 3).

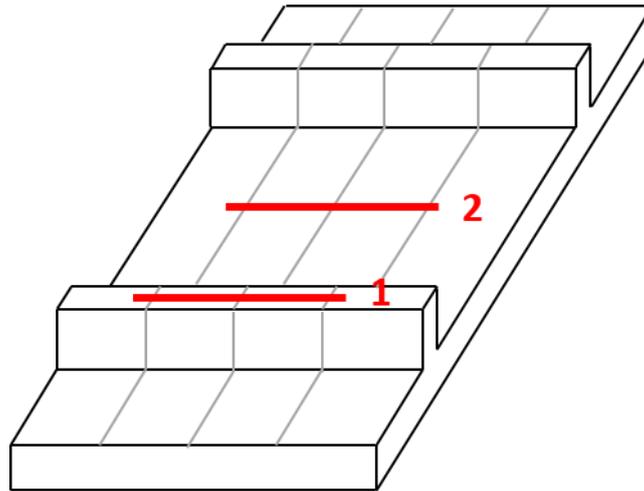


Figure IV- 46 : Schémas de l'emplacement des lames TEM

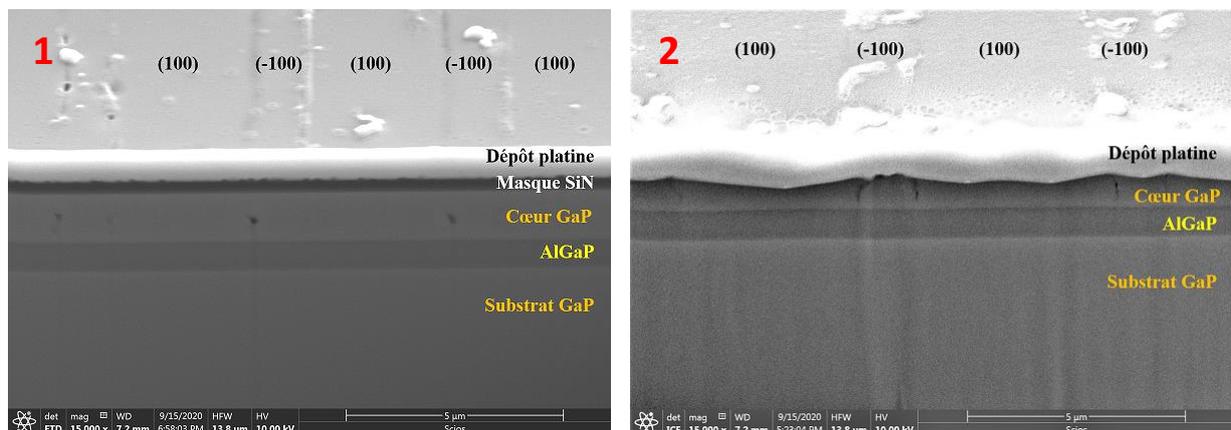


Figure IV- 47 : Observation TEM d'un guide d'onde le long de son axe de propagation

Après le retrait du masque en résine, nous avons réalisé de nouvelles observations MEB pour voir l'état de surface des guides, mesurer l'épaisseur des différentes couches et observer les facettes pour juger de la qualité du clivage. Une image de guide est visible Figure IV- 48. Il y a des résidus de résine au sommet du guide, ceci est lié à la composition non stœchiométrique du SiN (qui a été déposé juste avant qu'il n'y ait plus d'ammoniac dans la ligne). La facette est plutôt propre et la gravure des flancs du guide est bien nette et perpendiculaire à la surface de l'échantillon.

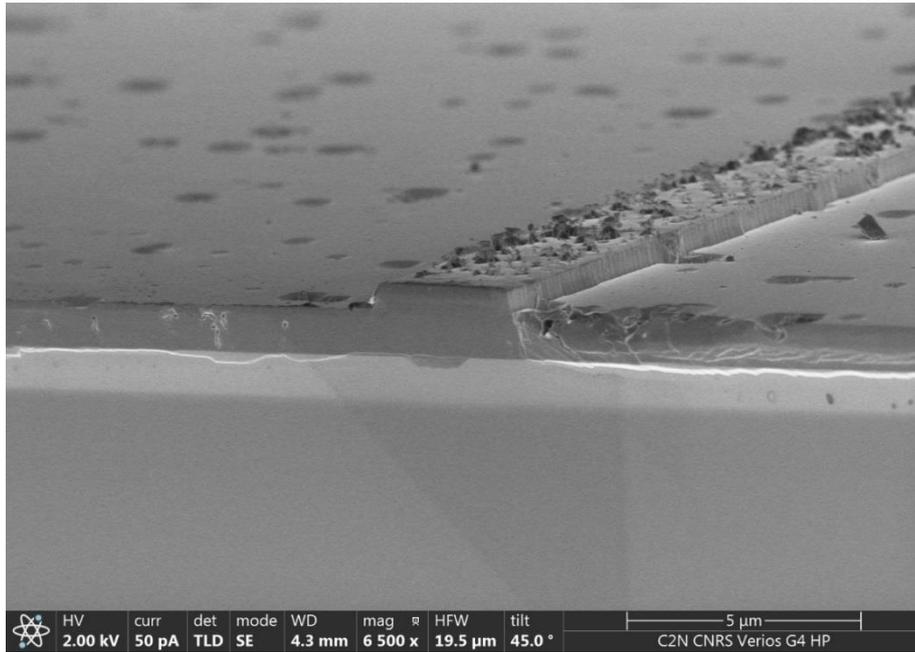


Figure IV- 48 : Photo MEB d'un guide OP-GaP gravé après polissage

Des mesures d'ellipsométrie ont été faites pour déterminer la précision des indices utilisés pour l'AlGaP. En effet, la différence entre les indices du cœur (GaP) et de la gaine (AlGaP) joue un rôle important sur les pertes à la propagation, comme le montrent les simulations effectuées par la méthode Fallahkhair [82] par S. Combré. Ces simulations ont été effectuées pour les paramètres théoriques des guides d'onde et pour des indices GaP / AlGaP de 3,07 et 2,89 respectivement.

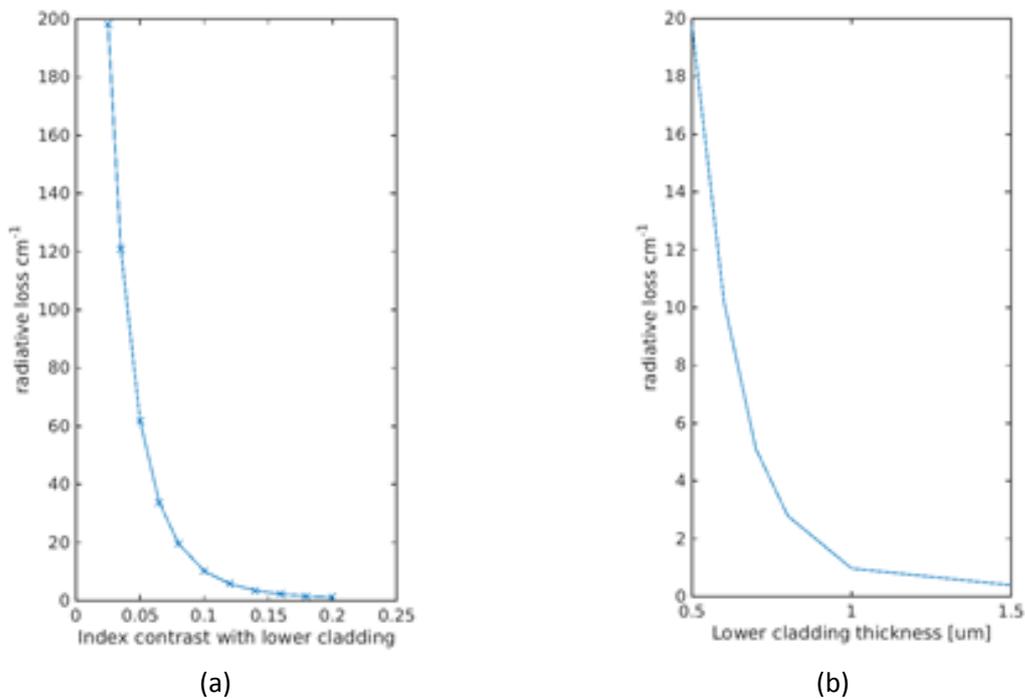


Figure IV- 49 : Évolution des pertes à la propagation en fonction du contraste d'indice entre le cœur et la gaine (a) et de l'épaisseur de la gaine inférieure (b)

Ces simulations nous permettent de voir les tendances d'évolution en termes de pertes par fuite dans le substrat. Ainsi, une erreur sur l'indice de l'AlGaP qui diminuerait le contraste d'indice entre cœur et gaine ferait très rapidement augmenter les pertes. De même, pour une épaisseur de gaine inférieure à  $1\ \mu\text{m}$ , les pertes deviennent rapidement importantes.

L'ellipsométrie a été effectuée sur de l'AlGaP massif épitaxié sur substrat GaP et recouvert d'une fine couche de GaP. Les résultats montrent une bonne concordance entre les indices calculés et ceux obtenus expérimentalement. Néanmoins, la mesure fait apparaître une partie imaginaire à l'indice de l'AlGaP. En tenant compte, les pertes passent de  $2,9\ \text{cm}^{-1}$  à  $8,4\ \text{cm}^{-1}$ , soit de 12 à 36 dB/cm environ. La combinaison de ces différentes pertes explique l'absence de signal en sortie de guide.

Afin de limiter les pertes, nous avons décidé de sous-graver la gaine en AlGaP. Cette étape consiste à définir des trous de part et d'autre du guide. Une fois gravés, on utilise une gravure chimique pour retirer la gaine sous-jacente au cœur qui fait donc place à de l'air. Cette méthode permet d'augmenter le contraste d'indice entre la gaine et le cœur et donc de mieux confiner le mode dans le cœur du guide. Les schémas de la Figure IV- 50 montrent une coupe transversale et une vue du dessus de guides suspendus ainsi obtenus.

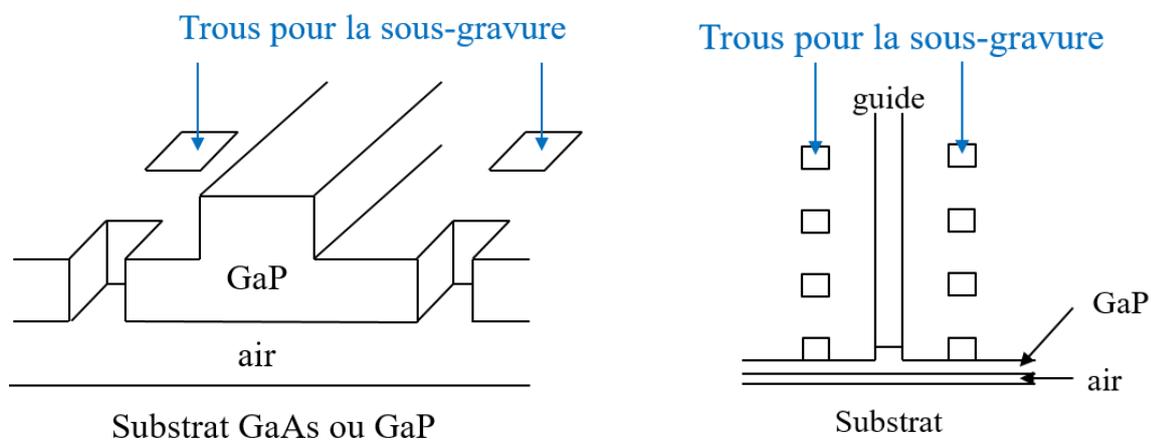


Figure IV- 50 : Schéma des guides sous-gravés, coupe transversale à gauche, vue du dessus à droite

Un nouveau masque a été défini par lithographie à faisceau d'électrons, ou e-beam, avec des guides plus fins (entre 1 et  $3\ \mu\text{m}$ ) et gravés plus profondément, afin de mieux confiner la lumière et de rendre le mode plus symétrique. Les premiers essais de guides de référence en GaP suspendus sont présentés Figure IV- 51. Il y a un problème de raccordement de champ sur les guides qui pourra générer des pertes par la suite. Mais la gravure est belle, les guides sont bien définis.

## Trous pour la sous-gravure

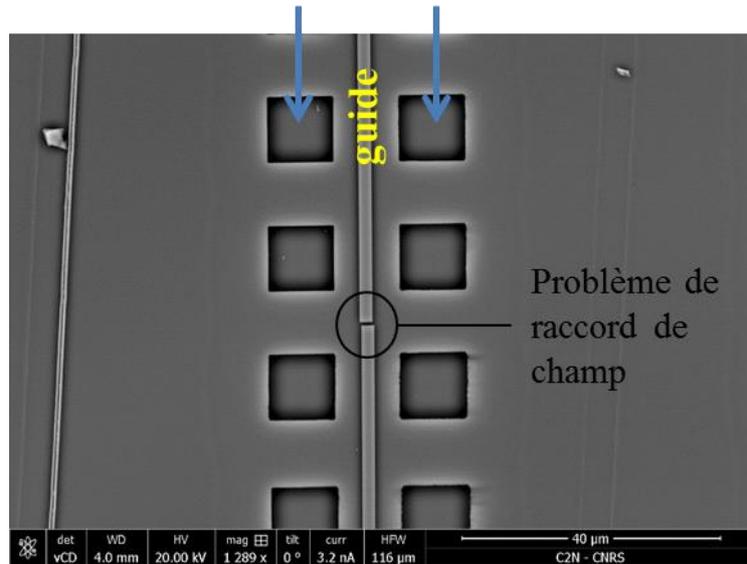


Figure IV- 51 : Photo MEB des guides en GaP suspendus vue du dessus

Pour la sous-gravure, plusieurs concentrations de HF ont été testées. Le résultat, visible sur la facette du cristal après clivage, Figure IV- 52, montre que la gravure de l'AlGaP n'a pas été parfaitement lisse, les flancs ont été dentelés et la face inférieure du GaP n'est pas tout à fait plane.

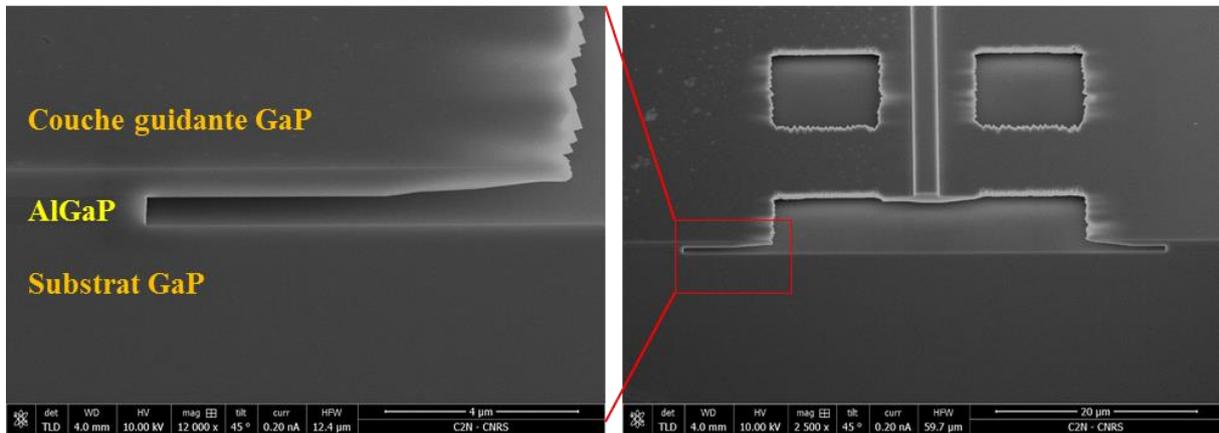


Figure IV- 52 : Images MEB de la facette du guide suspendu sous-gravé au HF

Deux autres essais de sous-gravure au fluorure d'ammonium (AF) ont montré de bien meilleurs résultats (Figure IV- 53). Les bords des carrés utilisés pour la sous-gravure sont rugueux mais la gravure sous le guide est lisse. En injectant 150 μW dans un échantillon de 1 mm issu de chaque plaque, on trouve dix à vingt fois plus de signal dans les guides sous-gravés à l'AF par rapport aux guides sous-gravés au HF, ce qui laisse présager des pertes inférieures à 10 dB/cm pour les meilleurs guides.

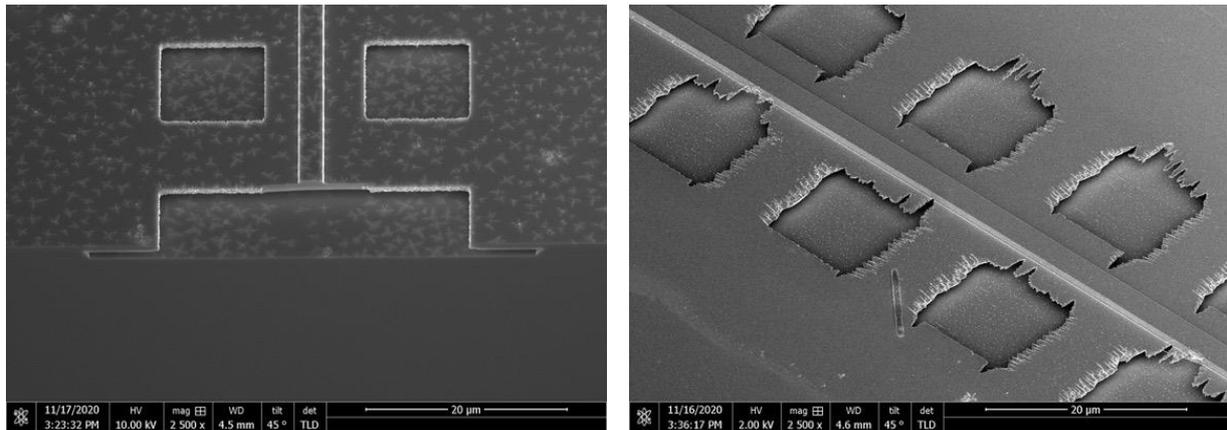


Figure IV- 53 : Images MEB des guides suspendus sous-gravés à l'AF

Des guides de référence en GaP sur substrat GaAs avec gaine AlGaAs ont aussi été fabriqués. Ces derniers ont été sous-gravés dans HCl pur et le résultat est très propre.

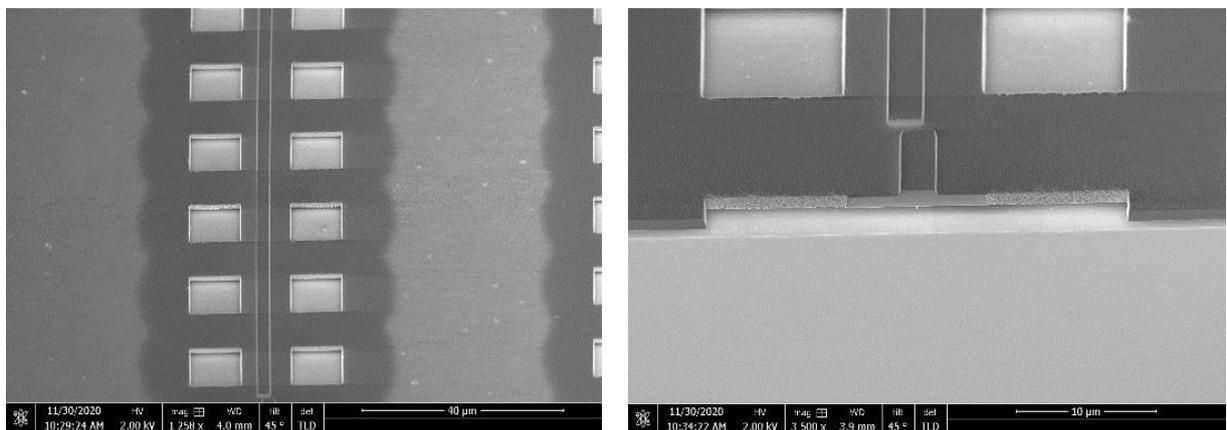


Figure IV- 54 : Images MEB des guides suspendus sur substrat GaAs

En termes de transmission optique, ces guides offrent des performances comparables à ceux présentés précédemment, sur substrat GaP.

Cette étape de sous-gravure reste à mettre en place pour les structures à orientation périodique. Comme la gaine en AlGaP ou en AlGaAs est intégrée avant collage, l'interface GaP / air issu de la sous-gravure sera plane, ce qui est propice à la réduction des pertes à la propagation.

### c. Caractérisations non-linéaires

Les précédents guides d'onde ayant montré de bonnes transmissions, nous avons mis en place une expérience de SHG pompée par un laser (Optisiv) délivrant des impulsions de l'ordre de 100 fs autour de 1,55  $\mu\text{m}$  avec un taux de répétition de 36 MHz. Le laser est constitué d'un résonateur à verrouillage passif (soliton) et d'une section d'amplification en sortie (EDFA) dont on peut faire varier le courant entre 40 et 500 mA. Le guide sur substrat GaAs de la Figure IV- 54 est installé sur le banc de manipulation présenté sur la Figure IV- 42.

Le guide est d'abord aligné avec le laser continu accordable autour de 1,55  $\mu\text{m}$  qui a servi aux premières caractérisations. On injecte dans un guide de 3  $\mu\text{m}$  de large. La sortie fibrée du laser pulsé est ensuite placée sur le collimateur servant à l'injection. La longueur de fibre est courte ( $\sim 1$  m) afin

d'éviter l'élargissement de l'impulsion par effet non-linéaire. Le signal est récupéré par une fibre monomode reliée à un analyseur de spectre (Yokogawa) couvrant la plage spectrale 600 nm – 1700 nm. On optimise d'abord la réception du signal à la longueur d'onde fondamentale avant de chercher le signal de second harmonique. Ce dernier doit à son tour être optimisé en adaptant la position de l'objectif de microscope de collection car sa focale n'est pas la même pour les deux longueurs d'onde mises en jeu (achromatisme de l'objectif de microscope). Après ce réglage, on lance les acquisitions pour plusieurs points sur la plage de fonctionnement du laser, à chaque fois pour le signal de SHG et pour la longueur d'onde de pompe correspondante. Les graphiques ci-dessous présentent les données brutes affichées par l'OSA.

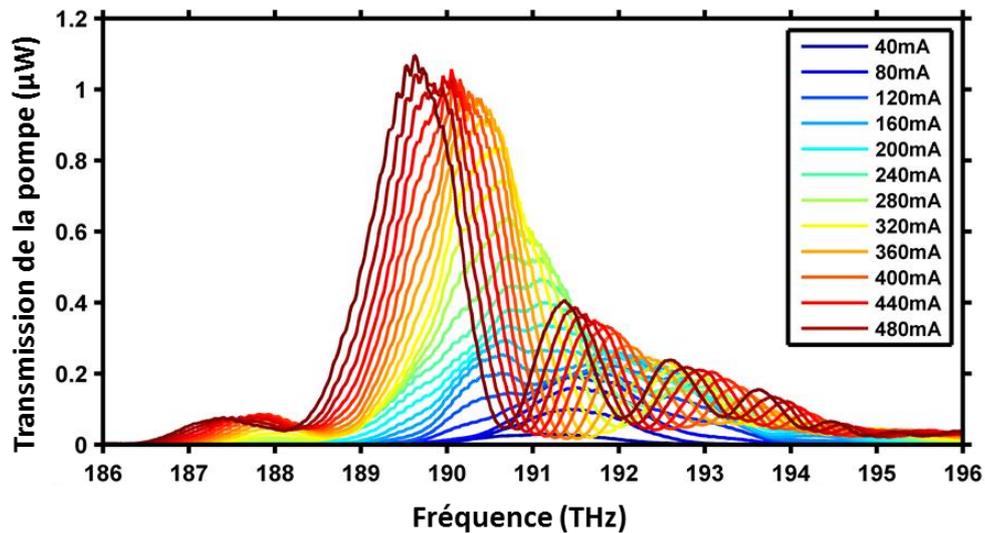


Figure IV- 55 : Signal de pompe reçu par l'OSA en fonction du courant de l'amplificateur optique intégré au laser

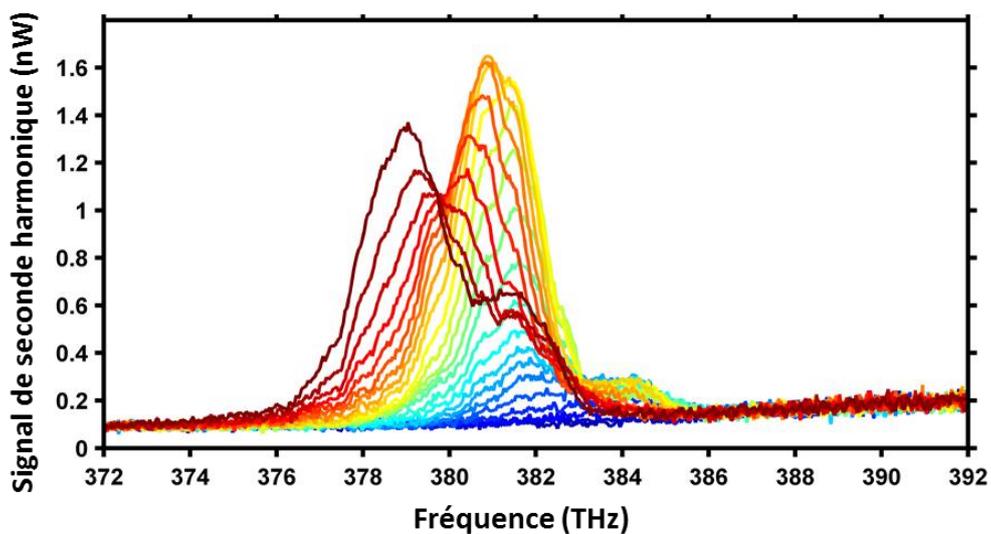


Figure IV- 56 : Signal de SHG reçu par l'OSA en fonction du courant

Le laser émet un spectre large entre 1,57 et 1,59  $\mu\text{m}$  (191 et 189 THz respectivement). Le signal de SHG détecté se situe entre 785 et 790 nm (soit 382 et 378 THz), ce qui correspond bien à la moitié de la longueur d'onde de pompe. On voit que le niveau croît rapidement avant de saturer et de se

décaler spectralement. Ce décalage spectral provient en grande partie de la modification du spectre d'entrée de la pompe mais aussi d'effets non-linéaires induits dans le guide (Soliton Self Frequency Shift). Les acquisitions étaient optimisées pour la longueur d'onde de SHG, le niveau du signal de pompe sur la Figure IV- 55 est donc sous-estimé. Nous avons représenté le signal de SHG normalisé par la pompe en entrée pour avoir une idée du rendement de conversion.

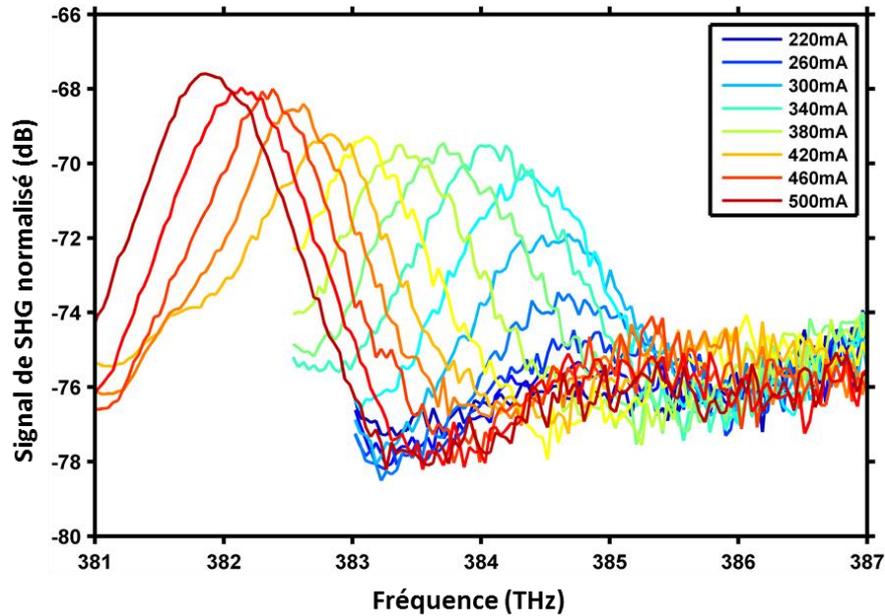


Figure IV- 57 : Signal de SHG normalisé par la pompe en fonction du courant

On peut constater que cette conversion a un rendement très faible, mais elle démontre le potentiel de nos guides.

Les tout derniers résultats de la thèse ont permis l'observation de SHG accordée en phase dans des échantillons à orientation périodique. La fabrication de ces derniers a été améliorée, on a réussi à s'affranchir des cavités observées précédemment (Figure IV- 47). La nouvelle plaque a été observée au MEB et une image est présentée Figure IV- 58.

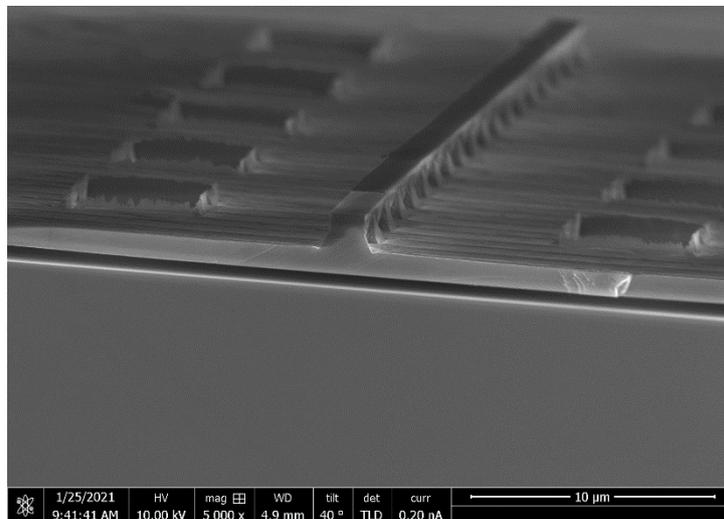
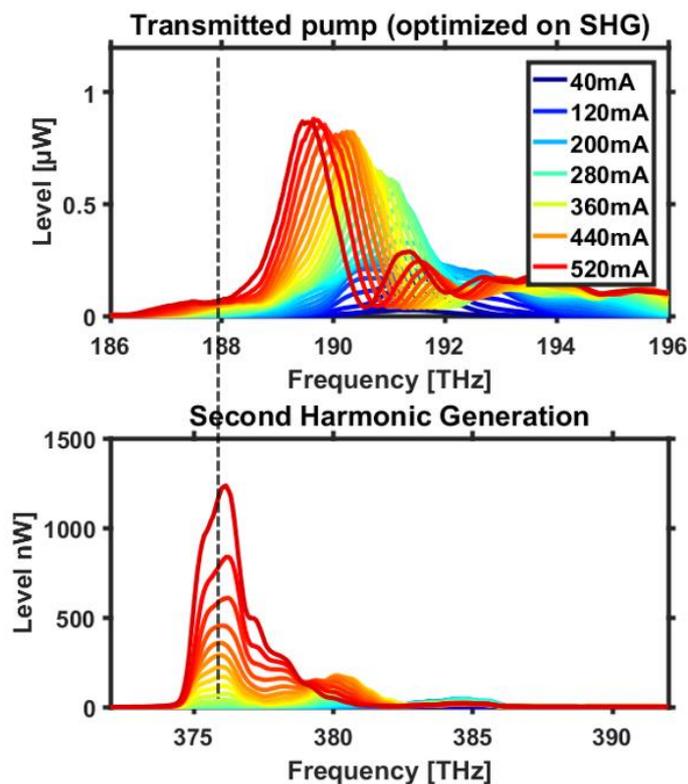


Figure IV- 58 : Guide d'onde OP-GaP suspendu utilisé pour l'observation de la SHG

Pour cette expérience, nous avons clivé un échantillon de 1 mm de long. Le guide d'onde utilisé est différent de la structure présentée *Figure IV- 20* : il fait 3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, 4,5  $\mu\text{m}$  de large et est gravé sur 1,8  $\mu\text{m}$ . La gaine en AlGaAs est totalement sous-gravée. Sa période de QAP est de 5,5  $\mu\text{m}$ . Les performances linéaires de ces guides sont comparables à celles des guides de référence précédemment étudiés, la fabrication a été grandement améliorée et a permis de réduire significativement les pertes à la propagation dans les échantillons OP.

Nous avons utilisé le même laser impulsif que pour l'expérience précédente. Nous avons réglé la polarisation de façon à optimiser le signal de second harmonique collecté en sortie de guide. Nous avons fait des acquisitions similaires à celles montrées précédemment *Figure IV- 55* et *Figure IV- 56* : nous avons relevé en sortie de guide la pompe transmise ainsi que le signal de SHG. Pour des mêmes conditions expérimentales, on a 1000 fois plus de signal en sortie du guide à orientation périodique.



*Figure IV- 59 : Spectres en sortie de guide de la pompe transmise et du signal de SHG*

On voit que le signal de second harmonique (courbes du bas sur la *Figure IV- 59*) est maximal autour de 376 THz ( $\sim 798$  nm, trait noir pointillé) et ce quelle que soit la longueur d'onde centrale de la pompe. Cela montre bien que la SHG est accordée en phase. De plus, la fréquence fondamentale correspondant au 376 THz observé est de 188 THz ( $\sim 1,596$   $\mu\text{m}$ ), on voit sur les courbes du haut de la *Figure IV- 59* que cela ne correspond même pas au pic de la pompe, seule une puissance réduite participe à la SHG accordée en phase. De futures mesures viendront compléter ces résultats notamment pour chiffrer le rendement de conversion qu'on estime ici être de l'ordre du pourcent. Ce rendement peut paraître faible mais il faut garder à l'esprit qu'on travaille ici avec des échantillons très courts (1 mm). Si les pertes à la propagation le permettent, on pourra facilement

travailler avec des échantillons de longueur supérieure à 10 mm, ce qui permettra d'augmenter ce rendement de conversion.

Nous avons ensuite tracé l'évolution des puissances fondamentales et du second harmonique en sortie de guide Figure IV- 60. Ces courbes nous permettent de nous assurer de l'évolution quadratique de la puissance du second harmonique en fonction de la puissance fondamentale injectée.

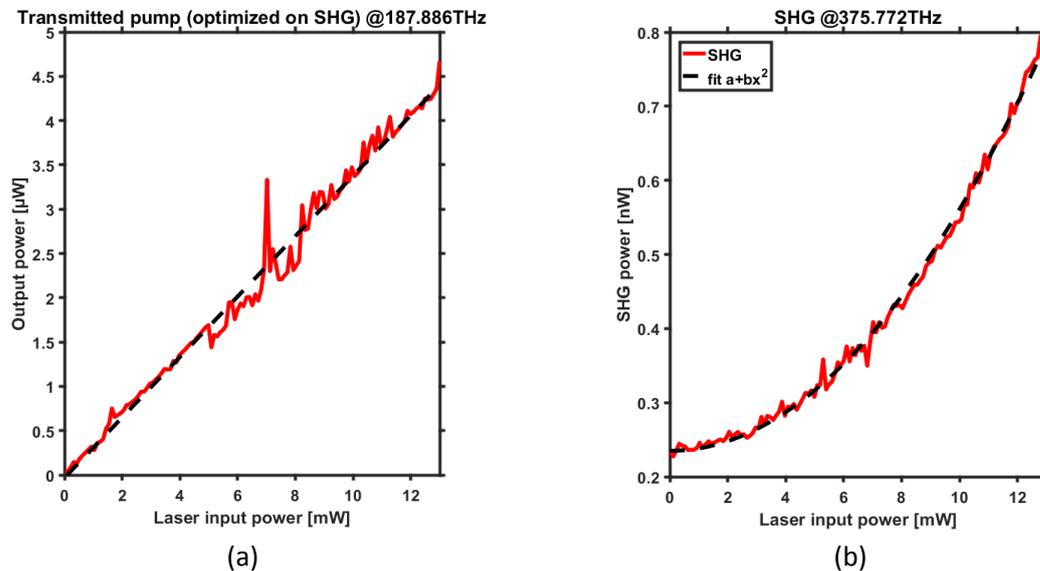


Figure IV- 60 : Evolution de la puissance du fondamental (a) et de la puissance du second harmonique (b) en sortie de guide

Les courbes ci-dessus montrent bien l'évolution de la puissance de SHG avec le carré de la puissance injectée, ce qui vient encore une fois valider que nous observons bien une SHG accordée en phase.

Nous avons ensuite étudié le comportement spectral de la SHG en faisant varier la longueur d'onde du laser de pompe. Le résultat est visible Figure IV- 61 ainsi que l'ajustement théorique de cette courbe en  $\text{sinc}^2$ . La courbe en pointillés a été obtenue en ajustant la période de QAP à 5,6  $\mu\text{m}$  puis la longueur d'échantillon à 850  $\mu\text{m}$ , ce qui est très proche de nos paramètres expérimentaux. La différence sur la période de QAP peut s'expliquer par un écart entre les indices utilisés pour le calcul et les indices réels. Quant à l'écart entre longueur d'interaction théorique et expérimental, il peut venir d'une part de l'imprécision de la mesure de la longueur de notre échantillon et d'autre part, de défauts sur le réseau de QAP.

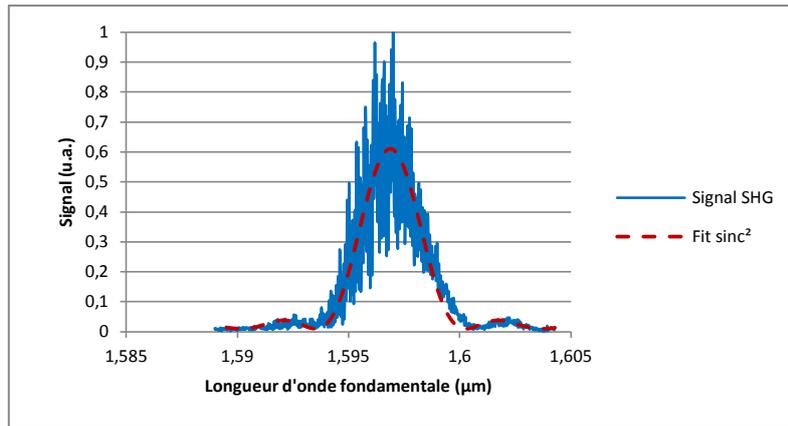


Figure IV- 61 : Comportement spectral de la SHG pour une longueur d'onde de pompe centrée à 1,597  $\mu\text{m}$  et ajustement de la courbe en  $\text{sinc}^2$

Nous avons ainsi effectué la première démonstration de SHG dans nos guides OP-GaP qui révèle des résultats très prometteurs pour la suite. Les prochaines expériences auront pour but d'étudier la dépendance de la SHG en polarisation et de quantifier le rendement de conversion, pour ce guide mais également pour d'autres échantillons avec des largeurs de guides et des périodes de QAP différentes.

#### Conclusion du chapitre IV

L'objectif recherché de ce chapitre était la fabrication de guides d'onde en OP-GaP et la démonstration de doublage de fréquence à 1,5  $\mu\text{m}$  dans les structures obtenues. L'OP-GaP est un matériau relativement nouveau en optique non-linéaire, il a donc fallu établir toutes les étapes de fabrication en fonction des outils que nous avons à notre disposition. Le substrat-germe a ainsi été obtenu par adhésion moléculaire. Ensuite, différentes solutions ont été identifiées pour l'obtention des structures à orientation périodique. Nous en avons développé une en particulier, qui intègre la gaine en AlGaP ou AlGaAs avant collage. Si les premières caractérisations des guides de référence ont montré que la géométrie choisie permettait de guider la lumière à 1,5  $\mu\text{m}$ , l'injection dans les premiers guides en OP-GaP s'est avérée décevante. Il a fallu faire évoluer la fabrication pour s'approcher d'une structure permettant de guider la lumière avec moins de pertes. Les guides de référence en GaP suspendus obtenus associés à une nouvelle géométrie paraissent ainsi de meilleurs candidats. Une structure de référence a récemment permis une première observation de génération de second harmonique. La fabrication de guides OP-GaP a connu une récente amélioration qui a permis la démonstration de doublage de fréquence à 1,59  $\mu\text{m}$  bien plus efficace que dans les guides de référence.



## Conclusion générale

Le but de cette thèse était de développer en parallèle deux structures de guide d'onde à orientation périodique, l'une en GaAs pour la conversion de fréquence vers le moyen-infrarouge, l'autre en GaP pour la conversion de longueurs d'onde de la bande télécom vers le visible.

L'OP-GaAs est un matériau utilisé depuis une quinzaine d'années en optique non-linéaire, du fait de sa plage de transparence étendue et de son coefficient non-linéaire élevé. La génération de spectres larges a déjà pu être observée en configuration massive [17]. Les guides d'onde en OP-GaAs ont pour le moment été les sujets de plus rares démonstrations de génération de second harmonique autour de  $2\ \mu\text{m}$  et d'une réalisation d'OPO pompé à  $2\ \mu\text{m}$  en régime quasi-continu [48]. La mise en place d'un procédé de fabrication maîtrisé par le III-V Lab et TRT lors d'une précédente thèse a permis la fabrication de guides d'onde rubans, enterrés ou non, montrant un niveau de pertes prometteur [36]. Nous avons pu envisager d'adapter ces structures, prévues pour de la génération paramétrique dans la gamme  $3\text{-}5\ \mu\text{m}$ , à notre application de génération sur toute la gamme moyen-infrarouge. Nous avons donc conçu des guides d'onde OP-GaAs adaptés à un pompage fibré autour de  $3\ \mu\text{m}$  en adaptant leur géométrie, en particulier pour qu'ils restent monomodes sur la plage spectrale d'utilisation. Les premières caractérisations ont montré un niveau de pertes moyen de l'ordre de  $3\ \text{dB/cm}$  conformes à nos attentes. Le calcul des périodes de QAP a été comparé aux résultats expérimentaux obtenus sur ces guides pour du doublage de fréquence autour de  $10\ \mu\text{m}$ . Un ajustement des périodes calculées à partir des indices de la littérature a été rendu possible par ces mesures. La fabrication de nouveaux composants intégrant ces modifications est en cours. Ces guides sont destinés à être pompés avec des lasers développés par XLIM [83] et au CORIA. Ce sont des lasers accordables autour de  $3\ \mu\text{m}$  délivrant des impulsions de l'ordre de  $100$  femtosecondes à  $50\ \text{MHz}$ . Au CORIA, de la génération paramétrique a pu être observée pour la première fois dans la première génération d'échantillons. Ces expériences ont confirmé nos corrections d'indice et de périodes de QAP, soulignant par la même occasion le potentiel de génération de spectres larges de nos futurs guides. Dès qu'ils seront disponibles, des expériences de génération paramétrique seront mises en place. Si les résultats sont probants, de potentielles évolutions des guides peuvent être envisagées : le dépôt d'une couche d'enterrement au-dessus de la structure permettrait de réduire les pertes. Dans le même esprit, des traitements antireflets pour la longueur d'onde de pompe pourraient être déposés sur les facettes d'entrée des échantillons afin de minimiser les pertes par réflexion à l'injection.

L'OP-GaP, au cœur du second volet de cette thèse, est un matériau relativement nouveau en optique non-linéaire. Bien que l'obtention de substrats commerciaux de qualité reste encore difficile aujourd'hui, ses propriétés ont motivé le développement de cristaux à orientation périodique massifs qui ont donné lieu à des démonstrations de conversion de fréquence, en OPO, DFG, SCG. En revanche, la configuration guidée de l'OP-GaP est très peu exploitée, on ne trouve qu'un seul article rapportant de la fluorescence paramétrique dans de guides [74], dont les pertes s'élèvent à  $30\ \text{dB/cm}$  à  $1,55\ \mu\text{m}$ . Pour la fabrication de nos structures, la première étape consiste à choisir le mode d'obtention du substrat-germe. Nous avons choisi l'adhésion moléculaire pour des raisons de disponibilités matérielles et également pour profiter du savoir-faire acquis sur le collage de GaAs au III-V Lab. Le problème majeur de cette technique est l'absence de couche d'arrêt valable qui

permette de contrôler l'épaisseur de la couche d'orientation inverse reportée sur le substrat. Nous avons pu contourner ce verrou en utilisant des substrats en GaAs, pour lesquels la couche d'arrêt est connue et identifiée, sur lesquels sont épitaxiées les couches de GaP. La gaine a également été épitaxiée sur le substrat avant collage. Des guides de référence ont été fabriqués en parallèle aux guides à orientation périodique, ils ont servi aux premières caractérisations. Celles-ci ont laissé entrevoir des pertes de l'ordre de la dizaine de dB par cm. Les premières injections dans les guides en OP-GaP n'ayant rien donné, des modifications ont été apportées à la méthode de fabrication. Des guides d'onde de référence suspendus sont en cours de caractérisation et de nouveaux collages sont prévus pour des tests sur des guides OP. Très récemment, nous avons pu observer les premiers effets non-linéaires dans les guides de référence en détectant le doublage d'un laser femtoseconde à 1,55  $\mu\text{m}$ . Les tout derniers résultats obtenus dans les derniers jours de la thèse ont abouti à une première démonstration de nos structures à orientation périodique pour le doublage de fréquence autour de 1,5  $\mu\text{m}$  qui montre une efficacité bien supérieure à celle de la conversion dans les guides de référence. Les caractérisations se poursuivront sur d'autres guides, de période de QAP et de largeur différentes. Elles auront pour but d'étudier le comportement de la SHG en fonction de la polarisation. Une mesure propre de pertes à la propagation devra également être effectuée pour juger de la qualité réelle de nos guides, mais on peut déjà noter que ces pertes ont été réduites de manière spectaculaire sur les échantillons à orientation périodique depuis le début de nos travaux.

## Publications et communications

### Publications dans des revues internationales à comité de lecture

A. Strömberg, G. Omanakuttan, T. Mu, P. V. Natesan, T. S. Tofa, M. Bailly, A. Grisard, B. Gérard, H. Jang, V. Pasiskevicius, F. Laurell, S. Lourduoss, Y. Sun, « Development of orientation-patterned GaP growth on GaAs for nonlinear frequency conversion », *Physica Status Solidi A*, vol. 217, p. 1900627, 2019

K. Pantzas, G. Beaudoin, M. Bailly, A. Martin, A. Grisard, D. Dolfi, O. Mauguin, L. Largeau, I. Sagnes, G. Patriarche, « Relaxation mechanism of GaP grown on 001 Si substrates: influence of defects on the growth of AlGaP layers on GaP/Si templates », soumis à *Philosophical Magazine*

### Communications dans des conférences

A. Grisard, M. Bailly, E. Lallier, B. Gérard, « Large mode area low-loss orientation-patterned GaAs waveguides for frequency conversion to the mid-infrared », Papier #MT2.C3, *OSA Mid-Infrared Coherent Sources 2018*, Strasbourg (France)

M. Bailly, A. Grisard, E. Lallier, C. Théveneau, B. Gérard, « Guides d'onde OP-GaAs pour la conversion de fréquence vers l'infrarouge lointain », Poster n°142, *Journées Nationales de l'Optique Guidée (JNOG'38)*, 2018, Toulouse (France)

M. Bailly, A. Grisard, F. Guty, E. Lallier, B. Gérard, C. Théveneau, « Caractérisation de guides d'onde en semi-conducteurs à orientation périodique dans le moyen infrarouge », Poster n°27, *Journées Nationales de l'Optique Guidée (JNOG'39)*, 2019, Paris-Saclay (France)

M. Bailly, R. Becheker, S. Idhacen, T. Godin, B. Gérard, H. Delahaye, S. Février, A. Grisard, E. Lallier, A. Hideur, « Mid-infrared parametric generation in OP-GaAs waveguides pumped by a femtosecond erbium-doped fluoride fiber laser », accepté en présentation orale à *Photonics West 2021*

## Bibliographie

- [1] A. Godard, «Infrared (2–12  $\mu\text{m}$ ) solid-state laser sources: a review», *Comptes Rendus Physique*, vol. 8, n° 110, pp. 1100-1128, 2007.
- [2] J. M. Dudley, G. Genty et S. Coen, «Supercontinuum generation in photonic crystal fiber», *Reviews of Modern Physics*, vol. 78, pp. 1135-1184, 2006.
- [3] H. Guo, B. Zhou, M. Steinert, F. Setzpfandt, T. Pertsch, H.-p. Chung, Y.-H. Chen et M. Bache, «Supercontinuum generation in quadratic nonlinear waveguides without quasi-phase matching», *Opt. Lett.*, vol. 40, pp. 629-632, 2015.
- [4] L. Huot, P. M. Moselund, P. Tidemand-Lichtenberg, L. Leick et C. Pedersen, «Upconversion imaging using an all-fiber supercontinuum source», *Opt. Lett.*, vol. 41, n° 111, pp. 2466-2469, 2016.
- [5] K. E. Jahromi, Q. Pan, L. Høgstedt, S. M. M. Friis, A. Khodabakhsh, P. M. Moselund et F. J. M. Harren, «Mid-infrared supercontinuum-based upconversion detection for trace gas sensing», *Opt. Express*, vol. 27, n° 117, pp. 24469-24480, 2019.
- [6] C. R. Petersen, N. Prtljaga, M. Farries, J. Ward, B. Napier, G. R. Lloyd, J. Nallala, N. Stone et O. Bang, «Mid-infrared multispectral tissue imaging using a chalcogenide fiber supercontinuum source», *Opt. Lett.*, vol. 43, n° 15, pp. 999-1002, 2018.
- [7] P. B. Corkum, P. P. Ho, R. R. Alfano et J. T. Manassah, «Generation of infrared supercontinuum covering 3 -14  $\mu\text{m}$  in dielectrics and semiconductors», *Opt. Lett.*, vol. 10, pp. 624-626, 1985.
- [8] B. Kuyken, X. Liu, R. M. Osgood, R. Baets, G. Roelkens et W. M. J. Green, «Mid-infrared to telecom-band supercontinuum generation in highly nonlinear silicon-on-insulator wire waveguides», *Opt. Express*, vol. 19, pp. 20172-20181, 2011.
- [9] R. K. W. Lau, M. R. E. Lamont, A. G. Griffith, Y. Okawachi, M. Lipson et A. L. Gaeta, «Octave-spanning mid-infrared supercontinuum generation in silicon nanowaveguides», *Opt. Lett.*, vol. 39, pp. 4518-4521, 2014.
- [10] T. S. Saini, U. K. Tiwari et R. K. Sinha, «Design and Analysis of Dispersion Engineered Rib Waveguides for On-Chip Mid-Infrared Supercontinuum», *Journal of Lightwave Technology*, vol. 36, n° 110, pp. 1993-1999, 2018.
- [11] J. Yuan, Z. Kang, F. Li, X. Zhang, X. Sang, Q. Wu, B. Yan, K. Wang, X. Zhou, K. Zhong, G. Zhou, C. Yu, C. Lu, H. Y. Tam et P. K. A. Wai, «Mid-Infrared Octave-Spanning Supercontinuum and Frequency Comb Generation in a Suspended Germanium-Membrane Ridge Waveguide», *Journal*

*of Lightwave Technology*, vol. 35, pp. 2994-3002, 2017.

- [12] M. Sinobad, C. Monat, B. Luther-davies, P. Ma, S. Madden, D. J. Moss, A. Mitchell, D. Allieux, R. Orobtchouk, S. Boutami, J.-M. Hartmann, J.-M. Fedeli et C. Grillet, «Mid-infrared octave spanning supercontinuum generation to 8.5  $\mu\text{m}$  in silicon-germanium waveguides», *Optica*, vol. 5, pp. 360-366, 2018.
- [13] Y. Yu, X. Gai, P. Ma, K. Vu, Z. Yang, R. Wang, D.-Y. Choi, S. Madden et B. Luther-Davies, «Experimental demonstration of linearly polarized 2  $\mu\text{m}$  supercontinuum generation in a chalcogenide rib waveguide», *Opt. Lett.*, vol. 41, pp. 958-961, 2016.
- [14] C. Langrock, M. M. Fejer, I. Hartl et M. E. Fermann, «Generation of octave-spanning spectra inside reverse-proton-exchanged periodically poled lithium niobate waveguides», *Opt. Lett.*, vol. 32, pp. 2478-2480, 2007.
- [15] C. R. Phillips, C. Langrock, J. S. Pelc, M. M. Fejer, J. Jiang, M. E. Fermann et I. Hartl, «Supercontinuum generation in quasi-phase-matched LiNbO<sub>3</sub> waveguide pumped by a Tm-doped fiber laser system», *Opt. Lett.*, vol. 36, pp. 3912-3914, 2011.
- [16] J. J. Pigeon, S. Y. Tochitsky, C. Gong et C. Joshi, «Supercontinuum generation from 2 to 20  $\mu\text{m}$  in GaAs pumped by picosecond CO<sub>2</sub> laser pulses», *Opt. Lett.*, vol. 39, n° 111, pp. 3246-3249, 2014.
- [17] P. S. Kuo, K. L. Vodopyanov, M. M. Fejer, D. M. Simanovskii, X. Yu, J. S. Harris, D. Bliss et D. Weyburne, «Optical parametric generation of a mid-infrared continuum in orientation-patterned GaAs», *Opt. Lett.*, vol. 31, n° 11, pp. 71-73, 2006.
- [18] J. E. Midwinter et J. Warner, «Up-Conversion of Near Infrared to Visible Radiation in Lithium-meta-Niobate», *Journal of Applied Physics*, vol. 38, n° 12, pp. 519-523, 1967.
- [19] M. A. Albota et F. N. C. Wong, «Efficient single-photon counting at 1.55  $\mu\text{m}$  by means of frequency upconversion», *Opt. Lett.*, vol. 29, pp. 1449-1451, 2004.
- [20] H. Kamada, M. Asobe, T. Honjo, H. Takesue, Y. Tokura, Y. Nishida, O. Tadanaga et H. Miyazawa, «Efficient and low-noise single-photon detection in 1550 nm communication band by frequency upconversion in periodically poled LiNbO<sub>3</sub> waveguides», *Optics Letters*, vol. 33, p. 639, 2008.
- [21] H. Xia, M. Shangguan, C. Wang, G. Shentu, J. Qiu, Q. Zhang, X. Dou et J. Pan, «Micro-pulse upconversion Doppler lidar for wind and visibility detection in the atmospheric boundary layer», *Opt. Lett.*, vol. 41, pp. 5218-5221, 2016.
- [22] R. Demur, A. Grisard, L. Morvan, E. Lallier, N. Treps et C. Fabre, «High sensitivity narrowband wavelength mid-infrared detection at room temperature», *Opt. Lett.*, vol. 42, n° 110, pp. 2006-2009, 2017.
- [23] R. Demur, «Apport de l'optique non linéaire à l'imagerie infrarouge pour la détection de cibles à longue distance», Thèse de Sorbonne Université, 2018.

- [24] D. E. Thompson, J. D. McMullen et D. B. Anderson, «Second-harmonic generation in GaAs "stack of plates" using high-power CO<sub>2</sub> laser radiation», *Applied Physics Letters*, vol. 29, n° 12, pp. 113-115, 1976.
- [25] E. Lallier, M. Brevignon et J. Lehoux, «Efficient second-harmonic generation of a CO<sub>2</sub> laser with a quasi-phase-matched GaAs crystal», *Opt. Lett.*, vol. 23, n° 119, pp. 1511-1513, 1998.
- [26] S. Koh, T. Kondo, M. Ebihara, T. Ishiwada, H. Sawada, H. Ichinose, I. Shoji et R. Ito, «GaAs/Ge/GaAs Sublattice Reversal Epitaxy on GaAs (100) and (111) Substrates for Nonlinear Optical Devices», *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 38, n° 1Part 2, No. 5A, pp. L508--L511, 1999.
- [27] C. B. Ebert, L. A. Eyres, M. M. Fejer et J. S. Harris, «MBE growth of antiphase GaAs films using GaAs/Ge/GaAs heteroepitaxy», *Journal of Crystal Growth*, vol. 201, pp. 187-193, 1999.
- [28] D. Faye, «GaAs à orientation périodique pour la réalisation de sources accordables dans l'infrarouge», Thèse de l'Université Blaise Pascal - Clermont II, 2007.
- [29] P. G. Schunemann, K. T. Zawilski, L. A. Pomeranz, D. J. Creeden et P. A. Budni, «Advances in nonlinear optical crystals for mid-infrared coherent sources», *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 33, n° 111, pp. D36--D43, 2016.
- [30] J. D. Bierlein et H. Vanherzeele, «Potassium titanyl phosphate: properties and new applications», *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 6, n° 14, pp. 622-633, 1989.
- [31] M. V. Pack, D. J. Armstrong et A. V. Smith, «Measurement of the  $\chi(2)$  tensors of KTiOPO<sub>4</sub>, KTiOAsO<sub>4</sub>, RbTiOPO<sub>4</sub>, and RbTiOAsO<sub>4</sub> crystals», *Appl. Opt.*, vol. 43, pp. 3319-3323, 2004.
- [32] G. Boyd, H. Kasper, J. McFee et F. Storz, «Linear and nonlinear optical properties of some ternary selenides», *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 8, pp. 900-908, 1972.
- [33] J. D. Beasley, «Thermal conductivities of some novel nonlinear optical materials», *Appl. Opt.*, vol. 33, pp. 1000-1003, 1994.
- [34] T. Fujita, T. Hasegawa, M. Haraguchi, T. Okamoto, M. Fukui et S. Nakamura, «Determination of Second-Order Nonlinear Optical Susceptibility of GaN Films on Sapphire», *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 39, n° 1Part 1, No. 5A, pp. 2610-2613, 2000.
- [35] R. B. Simon, J. Anaya et M. Kuball, «Thermal conductivity of bulk GaN—Effects of oxygen, magnesium doping, and strain field compensation», *Applied Physics Letters*, vol. 105, n° 120, p. 202105, 2014.
- [36] S. Roux, «Conversion de fréquence vers les grandes longueurs d'onde dans des guides d'onde en semi-conducteurs à orientation périodique», Thèse de l'Université de Montpellier, 2016.
- [37] I. Shoji, T. Kondo, A. Kitamoto, M. Shirane et R. Ito, «Absolute scale of second-order nonlinear-

- optical coefficients», *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 14, n° 19, pp. 2268-2294, 1997.
- [38] T. Skauli, K. L. Vodopyanov, T. J. Pinguet, A. Schober, O. Levi, L. A. Eyres, M. M. Fejer, J. S. Harris, B. Gerard, L. Becouarn, E. Lallier et G. Arisholm, «Measurement of the nonlinear coefficient of orientation-patterned GaAs and demonstration of highly efficient second-harmonic generation», *Opt. Lett.*, vol. 27, pp. 628-630, 2002.
- [39] K. L. Vodopyanov, O. Levi, P. S. Kuo, T. J. Pinguet, J. S. Harris, M. M. Fejer, B. Gerard, L. Becouarn et E. Lallier, «Optical parametric oscillation in quasi-phase-matched GaAs», *Opt. Lett.*, vol. 29, n° 116, pp. 1912-1914, 2004.
- [40] C. Kieleck, M. Eichhorn, A. Hirth, D. Faye et E. Lallier, «High-efficiency 20--50 kHz mid-infrared orientation-patterned GaAs optical parametric oscillator pumped by a 2  $\mu\text{m}$  holmium laser», *Opt. Lett.*, vol. 34, n° 13, pp. 262-264, 2009.
- [41] G. Bloom, A. Grisard, E. Lallier, C. Larat, M. Carras ans X. Marcadet, «Optical Parametric Amplification of a Distributed Feedback Quantum Cascade Laser in Orientation-Patterned GaAs», *Opt. Lett.*, vol. 35, n° 4, pp. 505-507, 2010.
- [42] A. Ferguson, A. Kuver, J. Heaton, Y. Zhou, C. Snowden et S. Iezekiel, «Low-loss, single-mode GaAs/AlGaAs waveguides with large core thickness», *IEE Proc.-Optoelectron* 153 (2): 51-56., 2006.
- [43] K. A. Fedorova, A. D. McRobbie, G. S. Sokolovskii, P. G. Schunemann et E. U. Rafailov, «Second harmonic generation in a low-loss orientation-patterned GaAs waveguide», *Opt. Express*, vol. 21, n° 114, pp. 16424-16430, 2013.
- [44] H. Inoue, K. Hiruma, K. Ishida, T. Asai et H. Matsumura, «Low loss GaAs optical waveguides», *Journal of Lightwave Technology*, vol. 3, n° 16, pp. 1270-1276, 1985.
- [45] M. B. Oron, S. Shusterman et P. Blau, «Periodically oriented GaAs templates and waveguide structures for frequency conversion», *SPIE Digital Library* 6875: 68750F - 68750F-12, 2008.
- [46] S. J. B. Yoo, C. Caneau, R. Bhat, M. A. Koza, A. Rajhel et N. Antoniadis, «Wavelength conversion by difference frequency generation in AlGaAs waveguides with periodic domain inversion achieved by wafer bonding», *Applied Physics Letters*, vol. 68, n° 119, pp. 2609-2611, 1996.
- [47] H. Tachibana, T. Matsushita, K. Ara et T. Kondo, «Quasi-phase-matched parametric fluorescence in periodically inverted GaAs waveguides», *Conference on Lasers and Electro-Optics, Paper# CMA6*, 2003.
- [48] M. B. Oron, P. Blau, S. Pearl et M. Katz, «Optical parametric oscillation in orientation patterned GaAs waveguides», *Nonlinear Frequency Generation and Conversion: Materials, Devices, and Applications XI*, 2012.
- [49] T. Skauli, P. S. Kuo, K. L. Vodopyanov, T. J. Pinguet, O. Levi, L. A. Eyres, J. S. Harris, M. M. Fejer, B. Gerard, L. Becouarn et E. Lallier, «Improved dispersion relations for GaAs and applications to

- nonlinear optics», *Journal of Applied Physics*, vol. 94, n° 110, pp. 6447-6455, 2003.
- [50] S. Gehrsitz, F. K. Reinhart, C. Gourgon, N. Herres, A. Vonlanthen et H. Sigg, «The refractive index of Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As below the band gap: Accurate determination and empirical modeling», *Journal of Applied Physics*, vol. 87, n° 111, pp. 7825-7837, 2000.
- [51] R. A. Soref, J. Schmidtchen et K. Petermann, «Large single-mode rib waveguides in GeSi-Si and Si-on-SiO<sub>2</sub>», *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 27, n° 18, pp. 1971-1974, 1991.
- [52] C. W. Carr, H. B. Radousky et S. G. Demos, «Wavelength dependence of laser-induced damage: determining the damage initiation mechanisms», *Physical review letters*, vol. 91, n° 112, p. 127402, 2003.
- [53] R. a. S. W. Regener, «Loss in low-finesse Ti:LiNbO<sub>3</sub> optical waveguide resonators», *Applied Physics B*, vol. 36, n° 13, pp. 143-147, 1985.
- [54] A. D. Rossi, V. Ortiz, M. Calligaro, L. Lanco, S. Ducci, V. Berger et I. Sagnes, «Measuring propagation loss in a multimode semiconductor waveguide», *Journal of Applied Physics*, vol. 97, n° 17, p. 073105, 2005.
- [55] M. Fejer, G. Magel, D. Jundt et R. Byer, «Quasi-phase-matched second harmonic generation: tuning and tolerances», *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 28, n° 111, pp. 2631-2654, 1992.
- [56] F. Gutty, A. Grisard, C. Larat, D. Papillon, M. Schwarz, B. Gerard, R. Ostendorf, M. Rattunde, J. Wagner et E. Lallier, «140 W peak power laser system tunable in the LWIR», *Opt. Express*, vol. 25, n° 116, pp. 18897-18906, 2017.
- [57] R. Regener et W. Sohler, «Efficient second-harmonic generation in Ti:LiNbO<sub>3</sub> channel waveguide resonators», *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 5, pp. 267-277, 1988.
- [58] M. B. Oron, S. Pearl, P. Blau et S. Shusterman, «Efficient second-harmonic generation and modal dispersion effects in orientation-patterned GaAs waveguides», *Opt. Lett.*, vol. 35, n° 116, pp. 2678-2680, 2010.
- [59] D. P. Lake, M. Mitchell, H. Jayakumar, L. F. dos Santos, D. Curic et P. E. Barclay, «Efficient telecom to visible wavelength conversion in doubly resonant gallium phosphide microdisks», *Applied Physics Letters*, vol. 108, n° 13, p. 031109, 2016.
- [60] M. Mitchell, A. C. Hryciw et P. E. Barclay, «Cavity optomechanics in gallium phosphide microdisks», *Applied Physics Letters*, vol. 104, n° 114, p. 141104, 2014.
- [61] K. Rivoire, Z. Lin, F. Hatami, W. T. Masselink et J. Vučković, «Second harmonic generation in gallium phosphide photonic crystal nanocavities with ultralow continuous wave pump power», *Opt. Express*, vol. 17, n° 125, pp. 22609-22615, 2009.

- [62] K. Rivoire, S. Buckley, F. Hatami et J. Vučković, «Second harmonic generation in GaP photonic crystal waveguides», *Applied Physics Letters*, vol. 98, n° 126, p. 263113, 2011.
- [63] R. Tremblay, «Propriétés structurales, optiques et électriques de nanostructures et alliages à base de GaP pour la photonique intégrée sur silicium», Thèse de l'Université Bretagne Loire, 2018.
- [64] M. Bahri, «Caractérisation structurale des hétérostructures à base de GaSb et de GaP épitaxiées sur silicium (001)», Thèse de l'Université Paris Saclay, 2016.
- [65] P. Guillemé, «Génération de seconde harmonique dans les microdisques de phosphure de gallium intégrés sur silicium», Thèse de l'Université Bretagne Loire, 2016.
- [66] V. L. Tassev, S. R. Vangala, R. D. Peterson, M. M. Kimani, M. Snure, R. W. Stites, S. Guha, J. E. Slagle, T. R. Ensley, A. A. Syed et I. V. Markov, «Heteroepitaxial growth of OPGaP on OPGaAs for frequency conversion in the IR and THz», *Opt. Mater. Express*, vol. 6, n° 15, pp. 1724-1737, 2016.
- [67] N. Thomas, R. J. Barbour, Y. Song, M. L. Lee et K.-M. C. Fu, «Waveguide-integrated single-crystalline GaP resonators on diamond», *Opt. Express*, vol. 22, n° 111, pp. 13555-13564, 2014.
- [68] K. Termkoa, S. Vangala, W. Goodhue, R. Peterson, R. Bedford, V. Tassev, C. Lynch et D. Bliss, «Production of orientation-patterned GaP templates using wafer fusion techniques», *Optical Materials*, vol. 34, n° 11, pp. 30-35, 2011.
- [69] K. Schneider, P. Welter, Y. Baumgartner, H. Hahn, L. Czornomaz et P. Seidler, «Gallium Phosphide-on-Silicon Dioxide Photonic Devices», *J. Lightwave Technol.*, vol. 36, n° 114, pp. 2994-3002, 2018.
- [70] A. Martin, «Nonlinear Photonic Nanostructures based on Wide Gap Semiconductor Compounds», Thèse de l'Université Paris Saclay, 2016.
- [71] L. Maidment, P. G. Schunemann et D. T. Reid, «Molecular fingerprint-region spectroscopy from 5 to 12  $\mu\text{m}$  using an orientation-patterned gallium phosphide optical parametric oscillator», *Opt. Lett.*, vol. 41, n° 118, pp. 4261-4264, 2016.
- [72] M. Rutkauskas, A. Srivastava et D. T. Reid, «Supercontinuum generation in orientation-patterned gallium phosphide», *Optica*, vol. 7, n° 12, pp. 172-175, 2020.
- [73] S. Guha, J. O. Barnes et P. G. Schunemann, «Mid-wave infrared generation by difference frequency mixing of continuous wave lasers in orientation-patterned Gallium Phosphide», *Opt. Mater. Express*, vol. 5, n° 112, pp. 2911-2923, 2015.
- [74] T. Matsushita, I. Ohta et T. Kondo, «Quasi-Phase-Matched Parametric Fluorescence in a Periodically Inverted GaP Waveguide», *Applied Physics Express*, vol. 2, n° 16, p. 061101, 2009.
- [75] C. Downs et T. Vandervelde, «Progress in Infrared Photodetectors Since 2000», *Sensors (Basel)*,

Switzerland), vol. 13, pp. 5054-5098, 2013.

- [76] J. Wei, J. M. Murray, J. O. Barnes, D. M. Krein, P. G. Schunemann et S. Guha, «Temperature dependent Sellmeier equation for the refractive index of GaP», *Opt. Mater. Express*, vol. 8, n° 12, pp. 485-490, 2018.
- [77] J. S. Blakemore, «Semiconducting and other major properties of gallium arsenide», *Journal of Applied Physics*, vol. 53, n° 110, pp. R123-R181, 1982.
- [78] Y. Okada et Y. Tokumaru, «Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K», *Journal of Applied Physics*, vol. 56, n° 12, pp. 314-320, 1984.
- [79] I. Kudman et R. J. Paff, «Thermal expansion of  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{P}$  alloys», *Journal of Applied Physics*, vol. 43, n° 19, pp. 3760-3762, 1972.
- [80] G. A. Slack et S. F. Bartram, «Thermal expansion of some diamondlike crystals», *Journal of Applied Physics*, vol. 46, n° 11, pp. 89-98, 1975.
- [81] R. Saleem-Urothodi, J. L. Pouliquen, T. Rohel, R. Bernard, C. Pareige, A. Lorenzo-Ruiz, A. Beck, A. Létoublon, O. D. Sagazan, C. Cornet, Y. Dumeige et Y. Léger, «Loss assessment in random crystal polarity gallium phosphide microdisks grown on silicon», *Opt. Lett.*, vol. 45, n° 116, pp. 4646-4649, 2020.
- [82] A. Fallahkhair, K. S. Li et T. E. Murphy, «Vector Finite Difference Modesolver for Anisotropic Dielectric Waveguides», *J. Lightwave Technol.*, vol. 26, pp. 1423-1431, 2008.
- [83] H. Delahaye, G. Granger, J.-T. Gomes, L. Lavoute, D. Gaponov, N. Ducros et S. Fevrier, «Generation of 35 kW peak power 80 fs pulses at 2.9  $\mu\text{m}$  from a fully fusion-spliced fiber laser», *Opt. Lett.*, vol. 44, n° 19, pp. 2318-2321, 2019.

## Tables des illustrations

|   |    |
|---|----|
| Figure I- 1 : Raies d'absorption des principaux gaz à effet de serre .....  | 11 |
| Figure I- 2 : Couverture spectrale de sources infrarouges [1].....  | 12 |
| Figure I- 3 : Courbe de QAP dans du GaAs massif pompé à 3,25 $\mu\text{m}$ .....  | 14 |
| Figure I- 4 : Spectre en sortie du cristal d'OP-GaAs dans [17] .....  | 15 |
| Figure I- 5 : (a) Schémas de SFG, SHG et OPG et (b) diagrammes des niveaux d'énergie correspondants .....   | 18 |
| Figure I- 6 : Puissance harmonique générée dans l'exemple de la SHG le long d'un cristal dans les cas de désaccord de phase (courbe rouge), de quasi-accord de phase d'ordre 1 (courbe verte) et d'accord de phase parfait (courbe bleue) ..... | 19 |
| Figure I- 7 : Empilement de lames à orientation alternée sous incidence de Brewster selon [24] .....  | 20 |
| Figure I- 8 : Obtention épitaxiale de l'inversion cristallographique .....  | 20 |
| Figure I- 9 : Obtention de l'inversion périodique du signe du coefficient non-linéaire d'ordre 2 : après gravure des réseaux de QAP (a) et après reprise de croissance (b).....   | 21 |
| Figure I- 10 : Obtention de l'inversion d'orientation par adhésion moléculaire.....   | 21 |
| Figure I- 11 : Tracé de la fonction sinus cardinal au carré .....   | 23 |
| Figure II- 1 : Schéma d'un guide plan avec le cœur (indice $n_1$ ), la gaine inférieure (indice $n_2$ ) et la gaine supérieure (indice $n_3$ ) .....  | 27 |
| Figure II- 2 : Guides d'onde ruban et ruban enterré d'après [36].....   | 29 |
| Figure II- 3 : Courbes de QAP pour la génération paramétrique dans du GaAs massif.....  | 30 |
| Figure II- 4 : Orientation des polarisations TE et TM dans un guide d'onde ruban.....   | 31 |
| Figure II- 5 : Section transversale d'un guide ruban .....  | 31 |
| Figure II- 6 : Largeur limite d'un guide ruban pour être monomode en fonction de la profondeur de gravure, calculé d'après le critère de Soref, $x=0,3$ .....   | 33 |
| Figure II- 7 : Evolution des largeurs et hauteurs du mode à $1/e^2$ en fonction de la largeur du ruban pour différentes profondeurs de gravures, $x=0,3$ .....  | 33 |
| Figure II- 8 : Caractère monomode des guides à 3 $\mu\text{m}$ pour $r=0,5$ et $x=0,3$ .....  | 34 |
| Figure II- 9 : Caractère monomode des guides à 3 $\mu\text{m}$ pour $r=0,4$ et $x=0,3$ .....  | 34 |
| Figure II- 10 : Caractère monomode des guides à 10 $\mu\text{m}$ pour $r=0,5$ et $x=0,3$ .....  | 35 |
| Figure II- 11 : Courbes de QAP pour différentes longueurs d'onde de pompe autour de 3 $\mu\text{m}$ .....   | 37 |
| Figure II- 12 : Périodes de QAP pour des guides GaAs de différentes largeurs, $x=0,3$ , $\lambda_p=2,8$ $\mu\text{m}$ .....   | 38 |
| Figure II- 13 : Récapitulatif des paramètres choisis pour nos guides OP-GaAs.....   | 38 |

|   |    |
|---|----|
| Figure II- 14 : Différence de vitesse de groupe en fonction de la longueur d'onde de pompe pour de l'OPG à la dégénérescence dans du GaAs .....   | 39 |
| Figure II- 15 : Seuils d'OPG et de dommage selon la taille de l'échantillon pour des impulsions de 1 ps .....   | 41 |
| Figure II- 16 : Seuils d'OPG et de dommage selon la taille de l'échantillon pour des impulsions de 100fs.....   | 41 |
| Figure II- 17 : Evolution de la puissance d'entrée nécessaire pour observer de la génération paramétrique en fonction du régime temporel pour différentes longueurs d'échantillon ..... | 42 |
| Figure III- 1 : Etapes de fabrication de guides OP en semiconducteur .....  | 45 |
| Figure III- 2 : Schéma du four de collage (gauche) et photo (droite) .....  | 46 |
| Figure III- 3 : Photos du dispositif d'assemblage pour le collage des deux substrats.....   | 47 |
| Figure III- 4 : Les différentes étapes de lithographie et gravure .....   | 48 |
| Figure III- 5 : Vue du dessus des guides de référence (à gauche) et OP (à droite).....  | 49 |
| Figure III- 6 : Schéma du montage des mesures de pertes à 8 $\mu\text{m}$ et photo de l'injection dans l'échantillon.....   | 52 |
| Figure III- 7 : Pertes dans les guides GaAs de référence à 8 $\mu\text{m}$ , $x=0,3$ .....  | 53 |
| Figure III- 8 : Pertes dans les guides OP-GaAs à 8 $\mu\text{m}$ , $x=0,3$ .....  | 53 |
| Figure III- 9 : Schéma du montage des mesures de pertes à 2 $\mu\text{m}$ et photo de l'injection dans l'échantillon.....   | 54 |
| Figure III- 10 : Pertes dans des guides GaAs de référence à 2 $\mu\text{m}$ , $x=0,3$ .....   | 54 |
| Figure III- 11 : Périodes de QAP nécessaires pour la SHG en fonction de la longueur d'onde fondamentale pour différentes largeurs de guides OP-GaAs, $x=0,3$ .....                      | 56 |
| Figure III- 12 : Acceptance spectrale pour un guide ruban de largeur 12 $\mu\text{m}$ .....   | 57 |
| Figure III- 13 : Schéma du montage expérimental .....   | 58 |
| Figure III- 14 : Exemple d'évolution du signal de SHG avec la puissance injectée .....  | 58 |
| Figure III- 15 : Evolution du signal SHG avec la longueur d'onde pour les échantillons 1, 2 et 3 .....  | 60 |
| Figure III- 16 : Périodes de QAP corrigées pour une longueur d'onde de pompe de 2,8 $\mu\text{m}$ , $x=0,3$ .....   | 62 |
| Figure III- 17 : Courbes de QAP pour une période de 85 $\mu\text{m}$ , $x=0,3$ .....  | 63 |
| Figure III- 18 : Exemple de spectre observé en sortie d'échantillon .....   | 64 |
| Figure III- 19 : Superposition des points expérimentaux obtenus aux courbes théoriques .....  | 64 |
| Figure III- 20 : Résultats de simulation de génération paramétrique dans un guide de 11 $\mu\text{m}$ de large pour une pompe de 3 $\mu\text{m}$ .....                                  | 65 |
| Figure III- 21 : Evolution du gain paramétrique avec la puissance incidente .....   | 66 |
| Figure IV- 1 : Substrat-germe OP-GaP obtenu par collage moléculaire dans la référence [68] .....  | 69 |
| Figure IV- 2 : Inversion d'orientation épitaxiale telle que décrite dans [29].....  | 70 |

|   |    |
|---|----|
| Figure IV- 3 : Cristal OP-GaP obtenu par croissance sur substrat-germe OP-GaAs dans [66] .....  | 71 |
| Figure IV- 4 : Schéma des guides d'ondes plan à confinement rubans OP-GaP fabriqués et utilisés dans [74] pour la génération de fluorescence paramétrique .....                         | 71 |
| Figure IV- 5 : Energie du gap et paramètre de maille des semiconducteurs III-V [75] .....   | 73 |
| Figure IV- 6 : Comparaison des indices de $Al_xGa_{1-x}As$ et GaP à 750 nm (a) et à 1,5 $\mu m$ (b) pour $0 \leq x \leq 1$ .....  | 74 |
| Figure IV- 7 : Les trois structures de guides GaP.....  | 75 |
| Figure IV- 8 : Comparaison de l'indice de l'AlGaAs donné dans [50] (noir, trait plein) à celui calculé en combinant AlAs et GaAs (rouge, pointillés) .....                              | 76 |
| Figure IV- 9 : Epaisseur du cœur du guide nécessaire à $\lambda=1,5 \mu m$ en fonction de la proportion d'aluminium dans la gaine AlGaP et AlGaAs.....                                  | 77 |
| Figure IV- 10 : Critère monomode sur la largeur de ruban en fonction de r pour une gaine AlGaP (H=1,5 $\mu m$ ) et AlGaAs (H=1,8 $\mu m$ ) .....  | 77 |
| Figure IV- 11 : Comparaison des indices du mode TE fondamental et du mode plan correspondant, w=0,9 $\mu m$ , gaine AlGaP .....   | 78 |
| Figure IV- 12 : Evolution de la taille du mode avec la largeur de ruban pour un guide avec une gaine AlGaP (a) et AlGaAs (b).....   | 78 |
| Figure IV- 13 : Position verticale du mode pour différentes épaisseurs de gaine, largeur de guide 3 $\mu m$ , comparée au double du rayon du mode pour des gaines AlGaP et AlGaAs ..... | 79 |
| Figure IV- 14 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant, gaine AlGaP .....  | 79 |
| Figure IV- 15 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant, gaine AlGaAs .....   | 80 |
| Figure IV- 16 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant à 750 nm, gaine AlGaP .....   | 80 |
| Figure IV- 17 : Comparaison des indices effectifs des premiers modes TE avec les indices du mode plan correspondant à 750 nm, gaine AlGaAs .....  | 81 |
| Figure IV- 18 : Schéma du substrat-germe OP-GaP avec épitaxie de la gaine avant collage .....   | 82 |
| Figure IV- 19 : Schéma des substrats-germe avec épitaxie de la gaine après collage .....  | 83 |
| Figure IV- 20 : Récapitulatif des paramètres choisis pour nos guides OP-GaP .....   | 84 |
| Figure IV- 21 : Comparaison des coefficients de dilatation thermique du GaAs, GaP et Si.....  | 85 |
| Figure IV- 22 : Montage de visualisation des collages en transmission proche-infrarouge .....   | 86 |
| Figure IV- 23 : Photos en transmission proche infrarouge (gauche) et à la caméra thermique (droite) d'un collage de substrats GaAs / GaP .....  | 87 |
| Figure IV- 24: Franges d'interférences des substrats GaP (a) et GaAs (b) prises avant collage .....   | 87 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure IV- 25 : Transmission proche infrarouge d'un collage GaAs / GaP .....   | 88  |
| Figure IV- 26 : Photo du collage sur substrats NAsP / GaP .....  | 88  |
| Figure IV- 27 : Observation à la caméra thermique du collage NAsP / NAsP (a), et en transmission proche infrarouge d'un collage GaAs / GaAs (b) .....                    | 89  |
| Figure IV- 28 : Franges d'interférences sur un substrat NAsP (a) et sur un substrat GaAs (b) .....   | 89  |
| Figure IV- 29 : Résultat du collage moléculaire avant amincissement du substrat.....   | 91  |
| Figure IV- 30 : Dispositif de gravure de contre-wafers en GaAs .....   | 91  |
| Figure IV- 31 : Photo du collage après retrait du substrat avec H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....   | 92  |
| Figure IV- 32 : Photo du collage après retrait substrat NH <sub>4</sub> OH .....   | 92  |
| Figure IV- 33 : Observation du collage au STEM .....   | 93  |
| Figure IV- 34 : Observation du substrat GaAs non retiré au microscope binoculaire (a) et à l'AFM (b).....  | 93  |
| Figure IV- 35 : Photo du collage après un retrait du substrat à l'acide citrique .....   | 94  |
| Figure IV- 36 : Transmission proche-infrarouge (a) et photo (b) après retrait du substrat sur collage avec germe GaAs.....   | 94  |
| Figure IV- 37 : Retrait du substrat sur collage avec germe GaP (haut) et représentation de l'empilement de couches correspondant (bas) .....                             | 95  |
| Figure IV- 38 : Photo TEM de la reprise d'épitaxie sur substrat-germe OP-GaP obtenu par adhésion moléculaire .....   | 96  |
| Figure IV- 39 : Photo des premières plaques de guides OP-GaP fabriquées au C2N avant gravure des guides.....   | 97  |
| Figure IV- 40 : Croissance par MOCVD de GaP sur substrat-germe OP-GaAs .....   | 97  |
| Figure IV- 41 : Image TEM centrée sur la paroi entre les deux domaines d'une reprise de GaP sur substrat-germe OP-GaAs.....  | 98  |
| Figure IV- 42 : Schéma (a) et photo (b) du montage de caractérisation des guides GaP à 1,5 µm .....  | 99  |
| Figure IV- 43 : Tracé de la puissance relevée en sortie de guides pour échantillons 1 et 2 qui correspondent respectivement au mauvais et au bon substrat de GaP.....    | 101 |
| Figure IV- 44 : Photo MEB d'un guide OP-GaP (a) et AFM sur les réseaux .....   | 102 |
| Figure IV- 45 : Photos MEB de l'échantillon OP-GaP avant (a) et après deux heures de polissage (b) .....   | 103 |
| Figure IV- 46 : Schémas de l'emplacement des lames TEM.....  | 104 |
| Figure IV- 47 : Observation TEM d'un guide d'onde le long de son axe de propagation .....  | 104 |
| Figure IV- 48 : Photo MEB d'un guide OP-GaP gravé après polissage.....   | 105 |
| Figure IV- 49 : Évolution des pertes à la propagation en fonction du contraste d'indice entre le cœur et la gaine (a) et de l'épaisseur de la gaine inférieure (b) ..... | 105 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure IV- 50 : Schéma des guides sous-gravés, coupe transversale à gauche, vue du dessus à droite .....  | 106 |
| Figure IV- 51 : Photo MEB des guides en GaP suspendus vue du dessus.....  | 107 |
| Figure IV- 52 : Images MEB de la facette du guide suspendu sous-gravé au HF.....  | 107 |
| Figure IV- 53 : Images MEB des guides suspendus sous-gravés à l'AF.....   | 108 |
| Figure IV- 54 : Images MEB des guides suspendus sur substrat GaAs .....   | 108 |
| Figure IV- 55 : Signal de pompe reçu par l'OSA en fonction du courant de l'amplificateur optique intégré au laser .....   | 109 |
| Figure IV- 56 : Signal de SHG reçu par l'OSA en fonction du courant .....   | 109 |
| Figure IV- 57 : Signal de SHG normalisé par la pompe en fonction du courant .....   | 110 |
| Figure IV- 58 : Guide d'onde OP-GaP suspendu utilisé pour l'observation de la SHG.....  | 110 |
| Figure IV- 59 : Spectres en sortie de guide de la pompe transmise et du signal de SHG .....   | 111 |
| Figure IV- 60 : Evolution de la puissance du fondamental (a) et de la puissance du second harmonique (b) en sortie de guide .....                                   | 112 |
| Figure IV- 61 : Comportement spectral de la SHG pour une longueur d'onde de pompe centrée à 1,597 $\mu\text{m}$ et ajustement de la courbe en $\text{sinc}^2$ ..... | 113 |

## Table des tableaux

|  |    |
|--|----|
| Tableau II- 1 : Les différents types de structures rencontrées pour les guides d'onde GaAs .....   | 28 |
| Tableau II- 2 : Profil de l'intensité du mode TE fondamental à 3 $\mu\text{m}$ et 10 $\mu\text{m}$ pour plusieurs largeurs de rubans, $r=0,5$ et $x=0,3$ ..... | 36 |
| Tableau II- 3 : Durées d'impulsion « critiques » associées aux longueurs d'échantillon.....  | 42 |
| Tableau IV- 1 : Particularités des différentes méthodes d'obtention de substrats-germe OP-GaP .....  | 72 |
| Tableau IV- 2 : Couleurs associées aux différents matériaux pour les représentations des guides du chapitre IV .....   | 75 |
| Tableau IV- 3 : Profil du mode TE fondamental simulé avec Fimmwave, $w=3,6 \mu\text{m}$ .....  | 81 |
| Tableau IV- 4 : Périodes de QAP théoriques des guides d'onde OP-GaP .....  | 83 |
| Tableau IV- 5 : Paramètre de maille de Si, GaP et GaAs à 300 K.....  | 84 |
| Tableau IV- 6 : Les différentes paires de matériaux composant le substrat utilisées pour les essais de collage GaP sur GaP.....                                | 85 |
| Tableau IV- 7 : Résultats des premiers tests de collage GaP sur GaP .....  | 90 |



**Titre :** Guides d'onde en semi-conducteurs pour la conversion de fréquence dans l'infrarouge

**Mots clés :** guides d'onde ; conversion de fréquence ; infrarouge

**Résumé :** L'infrarouge moyen est une zone du spectre électromagnétique indispensable à de nombreuses applications, notamment dans le domaine de la sécurité et de la défense. Néanmoins, la plupart des sources matures ne couvrent pas tous les besoins en termes d'efficacité, de compacité ou de plage de longueurs d'onde. La détection dans cette même gamme du spectre électromagnétique est également limitée par les performances des détecteurs qui sont plus bruités ou coûteux que leurs équivalents visibles. Ces deux thématiques peuvent s'appuyer sur l'optique non-linéaire et ses capacités de transposition de longueurs d'onde. En exploitant en particulier les phénomènes non-linéaires du second ordre ainsi que les propriétés de certains matériaux semiconducteurs pour recourir à la conversion de fréquence en configuration guidée, ce travail prépare l'intégration de futurs composants pour le moyen-infrarouge. Le premier volet de la thèse est axé sur la conception et la caractérisation de guides d'onde à orientation périodique en arséniure de gallium (OP-GaAs) pour la génération de spectres larges dans le moyen-infrarouge, adaptés à un couplage fibré autour de 3  $\mu\text{m}$  et présentant de faibles pertes. Le second vise la conception et la fabrication de guides d'onde à orientation périodique en phosphure de gallium (OP-GaP) pour la conversion de signaux infrarouges vers le visible et plus particulièrement le doublage de fréquence à 1,5  $\mu\text{m}$ . Pour ces nouveaux composants, notre premier objectif est de trouver des géométries de guides compatibles avec ces applications et avec les contraintes technologiques de fabrication. Les travaux présentés dans ce manuscrit ont mené à la fabrication de guides d'onde OP-GaAs montrant un niveau de pertes dans le moyen-infrarouge à l'état de l'art ainsi qu'un potentiel de génération de spectres larges, dans lesquels de la génération paramétrique a pu être observée. Ces premières caractérisations ont permis la conception de nouveaux composants mieux adaptés à nos conditions expérimentales. D'autre part, diverses pistes ont été explorées pour mettre au point les étapes de fabrication de guides d'onde OP-GaP. Celles-ci ont permis de lever plusieurs verrous liés à la fabrication de structures guidantes à orientation périodique dans ce matériau et ont abouti au développement de différents composants dans lesquels de la génération de second harmonique accordée en phase a pu être observée.

**Title:** Semiconductor waveguides for frequency conversion in the infrared

**Keywords:** waveguides; frequency conversion; infrared

**Abstract:** The mid-infrared region of the electromagnetic spectrum is very attractive for various applications, including safety and defence. However, most of the mature sources do not meet every need regarding efficiency, compactness and wavelength range. The detection of these wavelengths is also limited by the performances of the detectors, which are noisier than visible sensors. Both of these topics can benefit from nonlinear optics and its wavelength conversion potential. By exploiting in particular second-order nonlinear interactions as well as the properties of some semiconductor materials for guided frequency conversion, this work paves the way to the integration of future components in the mid-infrared. The first part of this thesis focuses on the design and characterisation of orientation-patterned gallium arsenide (OP-GaAs) waveguides for broadband mid-infrared generation. These structures should be adapted to fiber coupling around 3  $\mu\text{m}$  and have low losses. The second part aims at designing and fabricating orientation-patterned gallium phosphide (OP-GaP) waveguides to convert infrared light towards visible wavelengths, and more specifically for frequency doubling at 1.5  $\mu\text{m}$ . Our main goal with these new components is to find a design suitable to these applications and compatible with the technological restrictions linked to fabrication. The work has led to the fabrication of OP-GaAs waveguides demonstrating a state-of-the-art level of losses in the mid-infrared as well as a potential for broadband generation. They also allowed the observation of parametric generation. These first characterisations resulted in the design of new components that are better adapted to our experimental requirements. On the other hand, various options have been explored to develop the fabrication steps of OP-GaP waveguides. Several technological barriers related to the fabrication of orientation-patterned guiding structures in this material have been lifted, thus leading to the development of different devices in which we observed phase-matched second harmonic generation.