



**HAL**  
open science

# Matériaux fonctionnels et procédés technologiques pour la réalisation de composants optiques actifs transparents

Anatole Héliot

## ► To cite this version:

Anatole Héliot. Matériaux fonctionnels et procédés technologiques pour la réalisation de composants optiques actifs transparents. Optique [physics.optics]. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2018. Français. NNT : 2018TOU30112 . tel-03270926

**HAL Id: tel-03270926**

**<https://theses.hal.science/tel-03270926>**

Submitted on 25 Jun 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.



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

---

**Présentée et soutenue par :**

**Anatole HÉLIOT**

le vendredi 1 juin 2018

**Titre :**

Matériaux fonctionnels et procédés technologiques pour la réalisation de  
composants optiques actifs transparents

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED GEET : Photonique et Systèmes Optoélectroniques

**Unité de recherche :**

LAAS-CNRS et PMC-Polytechnique

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

Henri CAMON, Directeur de recherche, LAAS-CNRS Toulouse  
Thierry GACOIN, Directeur de recherche, PMC-Polytechnique Saclay

**Jury :**

Rapporteurs

Frédérique DE FORNEL, Directrice de recherche, ICB Dijon

Pascal ETIENNE, Professeur d'Université, L2C Montpellier

Examineurs

Yves JOURLIN, Professeur d'Université, LHC Saint-Etienne

Gabor MOLNAR, Directeur de recherche, LCC Toulouse

Invitée

Claudine BIVER, Ingénieur de recherche, ESSILOR Toulouse







# Remerciements

Ce travail de thèse s'est déroulé entre trois structures distinctes : le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS), le laboratoire de Physique de la Matière Condensée (PMC) et la société Essilor. Aussi, ai-je de nombreuses personnes à remercier, exercice que je vais aborder en m'évertuant à n'en oublier aucune.

Je souhaite tout d'abord remercier les membres de mon jury de thèse. Pour commencer Madame Frédérique DE FORNEL et Monsieur Pascal ETIENNE qui ont accepté de rapporter mon travail, ainsi que Monsieur Yves JOURLIN qui y a participé en tant qu'examineur. Je tiens également à remercier Monsieur Gabor MOLNAR d'avoir accepté de présider mon jury. Je vous remercie pour la lecture attentive de mon manuscrit et les retours pertinents qui en ont découlé. Merci pour l'intérêt que vous avez porté à mon travail et pour vos questions qui ont permis d'envisager ce projet avec un regard extérieur et de nouvelles perspectives.

À présent, je tiens à remercier l'ensemble des membres de l'équipe de recherche d'Essilor à Labège. Tout d'abord, un grand merci à Jean Paul CANO pour avoir permis le financement de cette thèse et avoir cru en moi pour mener à bien ce projet après mon stage de fin d'étude.

Je remercie chaleureusement Claudine BIVER, officiellement invitée lors de ma soutenance de thèse, mais officieusement une de mes encadrantes. Merci pour ton soutien permanent pendant ces trois années et tes conseils précieux, que ce soit techniquement ou pour m'aider à faire le lien entre les objectifs d'Essilor et les attentes des deux laboratoires.

Un très grand merci également à Aude BOUCHIER et Samuel ARCHAMBEAU pour leurs apports techniques dans divers domaines qui ont largement contribué à développer ma maîtrise du sujet de manière globale ; des conseils opportuns sur l'optique et la réalité augmentée pour l'une, sur les cristaux liquides et l'approche tactique du futsal pour l'autre.

Je souhaite enfin remercier l'ensemble de l'équipe pour leur accueil très chaleureux, leur bienveillance et leur soutien technique dès que nécessaire : Jérôme BALLETT, Sylvie VINSONNEAU, David ESCAICH, Willy CHAUDAT, Fabien BERIT-DEBAT, Stéphane PERROT, Jean-Jacques LUSSAGNET, Marjorie AUDION et Aude WILKIN. Merci également à Alex, Colombe, Jessica et aux Marion's, exilés au LAAS, pour leur bonne humeur sans faille.

En parlant du LAAS, je tiens à remercier le groupe PHOTONIQUE et plus particulièrement Olivier GAUTHIER-LAFAYE et Henri CAMON pour leur encadrement. Je remercie Henri pour sa rigueur scientifique et sémantique, très utile que ce soit pour la réflexion, la réalisation ou la communication de mon travail. Merci à Olivier pour son apport technique, notamment en optique guidée, domaine dans lequel je n'avais aucune expérience avant de commencer cette thèse. Merci à tous les deux pour votre disponibilité et les nombreuses discussions que vous m'avez accordées, desquelles ont émané des idées fourmillantes, toujours dans le plaisir et la bonne humeur.

Merci également à Antoine MONTMAYRANT qui, s'il n'a pas officiellement fait partie de mon encadrement, a participé activement (et c'est peu dire) à ces discussions.

Enfin, je remercie affectueusement l'ensemble des permanents du groupe (Guilhem, Stéphane, Chantale, Phillippe, Françoise) ainsi que les stagiaires, doctorants, post-doctorants ou ex-doctorants (et donc docteurs) pour avoir permis de rendre ce travail bien plus agréable : Léopold, Sylvain, Clara, Clément, Ksénia, Kévin, Brice, Gaël, Ludo, Inès, Marianne, Roman, Scott, Benjamin, Jonathan, Oleksandr...

Je remercie particulièrement Romain LABERDESQUE pour son apport technique lors de ma première année de thèse alors qu'il finissait la sienne, Alexia LO-YING-PING pour la réalisation de certaines manipulations optiques avec beaucoup d'application au cours de son stage pendant ma deuxième année et Sylvain PELLOQUIN pour son soutien précieux durant ma troisième année de thèse et la réalisation de multiples échantillons.

Outre le groupe PHOTONIQUE, j'ai effectué de nombreuses rencontres au LAAS lors de mes travaux en salle blanche, pendant les pauses ou encore au cours des matchs de football et volley-ball entre midi et deux. Je ne m'aventurerai cependant pas à mentionner l'ensemble des personnes du LAAS que j'ai côtoyé par peur d'en oublier. Je remercie tout de même les membres du personnel TEAM opérant en salle blanche pour leur accompagnement dans mes projets, d'autant que je les sollicitais régulièrement pour des procédés « originaux » sans expliquer la finalité de mon travail par souci de confidentialité. Je remercie donc Laurent MAZENC pour son expertise en photolithographie, Benjamin REIG pour ses formations suivies d'un soutien régulier sur tout type de caractérisation, Jean-Baptiste DOUCET pour l'élaboration de la résine NILUV et Aurélie LECESTRE pour m'avoir accompagné dans des procédés de gravure sur substrats transparents (avec les contraintes que cela impose...).

Je souhaite à présent remercier chaleureusement l'ensemble des membres du PMC, que ce soit les permanents (Isabelle, Eric, Mélanie, Sébastien, Rabei, Jong, Hervé, Jacques, Alistair...) ou les doctorants (Brendan, Elodie, Adeline, Sylvain, Barbara, Alexy, Yannis, Alexy...) pour leur accueil au sein du laboratoire, voire, dans leurs bureaux. À chacun de mes déplacements au PMC, quelques heures à votre contact suffisaient à me sentir bien à ma place dans ce laboratoire.

Je remercie tout particulièrement Thierry GACOIN, évidemment, pour m'avoir accompagné dans mon travail à distance et lors de mes passages au laboratoire. Merci pour ton apport scientifique qui fut pour moi complémentaire à celui du LAAS et qui m'a permis d'aborder ce travail pluridisciplinaire de la meilleure des manières.

De plus, je remercie affectueusement Khalid LAHLIL qui m'a également accompagné tout le long de cette thèse. Ton expérience en chimie a été d'une aide précieuse pour mettre en place rapidement diverses synthèses organiques ou sol-gels et plusieurs grosses journées autour des paillasses ont permis de réaliser chacun des produits nécessaires dans la bonne humeur.

Un immense merci à Lucio MARTINELLI pour sa capacité à mettre en place des manipulations cruciales depuis son bureau. Ta faculté à résoudre tous les problèmes techniques, quelles que soient leurs natures, ont permis de mettre en place divers bancs de caractérisation optique adaptés à chacun de mes échantillons en peu de temps et avec le sourire.

Je remercie l'ensemble des amis avec qui je garde contact depuis Montpellier, Paris, les Vosges ou Montréal et qui sont tous venus me rendre visite à Toulouse. Votre présence dans ma vie était nécessaire pour réussir ce travail.

Merci également à Lucie pour avoir partagé ma vie lors de la rédaction, pour son soutien infaillible et sa capacité à me rendre confiant. Sans toi, je ne peux imaginer une fin aussi heureuse pour cette thèse.

Je remercie finalement toute ma famille également dispersée un peu partout dans le monde pour leur soutien inconditionnel malgré la distance. Je remercie tout particulièrement mes parents qui se sont déplacés pour ma soutenance. J'espère vous avoir rendu fiers ce jour-là, à l'image de la fierté que vous m'inspirez.



# Table des matières

<b>Remerciements.....</b>	<b>3</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>11</b>
<b>Chapitre 1 Contexte et objectifs .....</b>	<b>13</b>
<b>I Lunettes à réalité augmentée.....</b>	<b>13</b>
I-A Histoire et généralités.....	13
I-B Réponse actuelle des principaux acteurs.....	14
I-C Bilan.....	17
<b>II Matrices actives et transparence.....</b>	<b>17</b>
II-A Principe d'un pixel dans les écrans LCD et OLED .....	18
II-B Principe d'une matrice active .....	20
II-C Exemples d'écrans transparents .....	22
II-D Bilan .....	23
<b>III Un adressage dans le verre de lunette .....</b>	<b>24</b>
III-A État de l'art .....	24
III-B Analogie entre adressage électrique et optique.....	26
III-C Critères.....	29
<b>IV Conclusion.....</b>	<b>31</b>
<b>Chapitre 2 Démarche et état de l'art.....</b>	<b>33</b>
<b>I Décomposition du système.....</b>	<b>33</b>
I-A Guidage d'une onde lumineuse .....	34
I-B Extraction d'un guide d'onde .....	37
I-C Contrôle de l'extraction .....	43
<b>II Cristaux liquides et diffraction : état de l'art.....</b>	<b>47</b>
II-A Réseau de diffraction formé par les cristaux liquides.....	47
II-B Modulation des propriétés d'un réseau figé .....	53
<b>III Réseau figé imprégné de cristaux liquides .....</b>	<b>56</b>
<b>Chapitre 3 Caractérisation de la diffraction transmise par un réseau imprégné de cristaux liquides.....</b>	<b>57</b>
<b>I Simulation de la diffraction d'un réseau imprégné de cristaux liquides .....</b>	<b>59</b>

## Table des matières

I-A Etude de la diffraction sans couches d'ancrage.....	59
I-B Effet de la couche d'ancrage sur la diffraction .....	61
I-C Bilan.....	66
<b>II Développement de réseaux micrométriques par photolithographie.....</b>	<b>68</b>
II-A Choix des matériaux et des structures à réaliser.....	68
II-B Développement du procédé de réalisation (hd=850nm).....	70
II-C Adaptation du procédé pour réduire la hauteur de dent (hd=130nm) .....	80
<b>III Développement de réseaux sub-micrométriques par nano-impression .....</b>	<b>81</b>
<b>IV Réalisation et observation de cellules .....</b>	<b>82</b>
IV-A Réalisation de cellules à cristaux liquides.....	82
IV-B Caractérisation entre polariseurs croisés .....	84
<b>V Caractérisation monochromatique.....</b>	<b>89</b>
V-A Etude de la diffraction des cellules sans tension.....	92
V-B Etude de la polarisation S en tension .....	96
V-C Etude de la polarisation P en tension .....	102
<b>VI Caractérisation des cellules en lumière blanche.....</b>	<b>105</b>
VI-A Caractérisation sans tension.....	106
VI-B Mise sous tension .....	107
VI-C Comparaison avec des simulations RCWA.....	108
VI-D Bilan .....	109
<b>VII Conclusion.....</b>	<b>110</b>
<b>Chapitre 4 Étude de l'extraction d'une lumière guidée par un GMRF imprégné de cristaux liquides.....</b>	<b>113</b>
<b>I Calculs préliminaires pour dimensionnement.....</b>	<b>114</b>
I-A Calcul de l'épaisseur du guide d'onde selon son indice .....	115
I-B Calcul de l'épaisseur de gaine pour isolation de l'ITO .....	117
<b>II Réalisation de guides d'onde par voie sol-gel .....</b>	<b>119</b>
II-A Principe du procédé Sol-Gel.....	119
II-B Comparaison de deux matériaux : TiO <sub>2</sub> et ZrO <sub>2</sub> .....	121
II-C Réalisation d'un guide avec espèces luminescentes .....	126
II-D Bilan .....	129
<b>III Procédé de réalisation de GMRF imprégnés de cristaux liquides .....</b>	<b>130</b>
III-A Lift-off pour dépôt partiel d'or.....	131

## Table des matières

III-B Dépôt de la gaine en SiO <sub>2</sub> .....	132
III-C Dépôt du guide d'onde .....	133
III-D Gravure .....	138
III-E Nano-impression des structures .....	140
III-F Amélioration.....	143
<b>IV Réalisation et observation de cellules .....</b>	<b>144</b>
IV-A Réalisation de cellules à cristaux liquides.....	144
IV-B Caractérisation entre polariseurs croisés .....	145
<b>V Caractérisation de l'extraction .....</b>	<b>146</b>
V-A Introduction .....	146
V-B Couplage évanescent par prisme.....	149
V-C Couplage par sources secondaires.....	155
V-D Couplage dans le substrat par la tranche .....	159
V-E Caractérisation du GMRF en transmission.....	161
<b>VI Conclusion.....</b>	<b>165</b>
<b>Chapitre 5 Dimensionnement et perspectives.....</b>	<b>167</b>
<b>I Dimensionnement du système .....</b>	<b>167</b>
I-A Définition des paramètres initiaux .....	168
I-B Extraction d'une intensité constante sur une ligne photonique .....	170
I-C Bilan.....	174
<b>II Vers du tout optique.....</b>	<b>174</b>
II-A Cristaux liquides photo-commutables .....	175
II-B Photo-modulation de la diffraction .....	177
II-C Bilan.....	183
<b>Conclusion .....</b>	<b>185</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>189</b>



# Introduction

Les années 1970 ont été marquées par une révolution dans le domaine de l'affichage, avec le développement des technologies à base de cristaux liquides (écrans LCD pour Liquid Crystal Display). Parallèlement, l'évolution des composants électroniques, dont notamment les transistors en couches minces (TFT pour Thin Film Transistor), a autorisé l'élaboration de matrices actives conduisant à des systèmes d'adressage performants et peu consommateurs en énergie. Ces deux éléments, couplés à une réduction des coûts de fabrication, ont permis l'essor et la diffusion des écrans tant dans le monde professionnel que dans la vie de tous les jours.

Aujourd'hui, le secteur de l'affichage s'étend plus largement avec l'émergence d'une nouvelle technologie : la réalité augmentée. En effet, la superposition d'images virtuelles à l'environnement réel semble être une fonction attrayante dans de nombreux secteurs, allant de l'immobilier au sport en passant par l'automobile et les loisirs. La course est donc lancée et le nombre d'acteurs du mouvement, de la petite start-up à la multinationale, voire aux GAFAM (Google, Apple, Facebook, Amazon, Microsoft), est en forte croissance.

La paire de lunettes étant un support de choix pour la réalité augmentée, Essilor, leader mondial des verres correcteurs, s'intéresse naturellement à cette problématique.

La société Essilor réalisant des verres de lunettes à port permanent, des spécifications propres à ce besoin s'imposent. L'exigence de la transparence, d'une part, avec le souhait que l'ajout de fonctions n'altère pas la vision réelle : une transmission supérieure à 90% et une diffusion inférieure à 1% sont les contraintes courantes dans ce domaine. La portabilité, d'autre part, avec la volonté que la fonction utilisée soit non encombrante et adaptable à n'importe quelle monture sur des verres courbes intégrant une prescription de la vue.

Ces contraintes nécessitent d'envisager des produits alternatifs aux prototypes actuels qui, pour la plupart, proposent de ramener vers l'œil l'image formée par un microprojecteur situé sur la monture. Afin de réduire l'encombrement de la monture imposé par ce projecteur, la question d'utiliser directement le verre de lunette pour former l'image se pose. Cependant, la matrice active qui permet l'adressage, et donc l'affichage, possède une transparence limitée par la présence des pistes métalliques nécessaires à l'adressage électrique des pixels.

De nombreux projets de recherche s'attachent à développer des matrices actives de plus en plus transparentes, en remplaçant les pistes métalliques par des oxydes, voire des polymères conducteurs. Une deuxième voie, plus ambitieuse, vise à changer en profondeur le système d'adressage en remplaçant la commande électrique par une commande optique. Cette dernière approche est en nette rupture avec l'existant.

Ces travaux de thèse sont donc une contribution au projet de réalisation de matrices actives photoniques. Ce projet collaboratif se déroule dans le cadre du laboratoire commun OPERA, entre ESSILOR et le LAAS-CNRS, et en collaboration avec le laboratoire PMC de l'école Polytechnique. Dans

## Introduction

ce contexte, mes travaux de doctorat concernent l'étude et la réalisation expérimentale de dispositifs incluant un guide d'onde et un système d'extraction activable. La sélection de matériaux et de procédés technologiques adaptés pour former des composants photoniques, et leur association avec des éléments actifs, doit permettre d'initier ou non l'extraction depuis un guide d'onde. Cette extraction est alors assimilée à l'activation d'un pixel, et son contrôle permettrait, à terme, de former une image par balayage matriciel.

Ce manuscrit comprendra cinq chapitres. Le premier présentera le contexte général avec un état de l'art des lunettes à réalité augmentée, mais également, au sens large, des afficheurs transparents. Ceci permettra d'explicitier le contexte de ce projet visant la réalisation d'une matrice active basée sur des composants photoniques et de définir les fonctions à réaliser ainsi que les critères visés.

Dans le deuxième chapitre, nous aborderons le sujet en nous focalisant sur les différentes étapes de cette thèse avec le développement de matériaux pour la réalisation de guides d'onde, l'extraction par diffraction d'une onde guidée et le contrôle de l'extraction via l'activation de cristaux liquides. Un état de l'art des différents systèmes diffractifs modulables utilisant des cristaux liquides sera alors établi afin de cerner la voie à étudier.

Le troisième chapitre présentera les premiers résultats expérimentaux ayant permis de valider le principe de modulation de la diffraction par des cristaux liquides. La mise en œuvre de réseaux de diffraction par photolithographie et nano-impression en salle blanche du LAAS sera largement développée. L'étude expérimentale et théorique de la transmission lumineuse à travers ces réseaux imprégnés de cristaux liquides permettra d'analyser le comportement et la mobilité des cristaux liquides dans une structure micrométrique afin d'en moduler les propriétés de diffraction.

Dans le quatrième chapitre, nous aborderons la mise en œuvre d'un dispositif plus complet, associant guide d'onde et réseaux de diffraction nanométriques imprégnés de cristaux liquides. Des simulations permettront de dimensionner l'ensemble du système et la voie sol-gel, développée au PMC, sera largement abordée pour la réalisation de guides optiques. L'injection de lumière dans le guide d'onde via diverses méthodes de couplage permettra alors de caractériser l'extraction d'une onde guidée par diffraction et sa modulation sous l'effet des cristaux liquides.

Finalement, le cinquième chapitre permettra de repositionner l'étude réalisée dans le contexte général afin d'étudier l'adaptation du principe aux dimensions exigées. Une étude prospective présentera les travaux préliminaires effectués avec des cristaux liquides photo-commutables, permettant d'envisager une matrice d'adressage tout-optique.

# **Chapitre 1**

## **Contexte et objectifs**

L'ajout d'informations virtuelles à l'environnement réel, communément appelé « réalité augmentée », fait actuellement l'objet de nombreuses convoitises. Des domaines d'activités très variés sont concernés comme l'automobile, l'aéronautique, la défense, le bâtiment ou encore le sport, la santé et les loisirs. Si l'objectif est commun à tous ces secteurs, les contraintes de réalisation varient selon l'utilisation et en particulier selon la taille de l'afficheur ainsi que sa position. Le domaine de l'optique ophtalmique, du fait de ses spécificités techniques, est un secteur d'activité plus spécialisé mais qui peut être également fortement touché par l'évolution des technologies d'affichage.

Dans ce premier chapitre, nous allons tout d'abord dresser un état de l'art des lunettes à réalité augmentée (I), avant d'évaluer les différentes voies technologiques développées pour la réalisation d'un afficheur transparent (II). Ceci nous permettra de mettre en avant les défauts des prototypes de lunettes à réalité augmentée actuels, ainsi que les éléments limitants la transparence d'un écran, afin de justifier et détailler la voie alternative et novatrice étudiée dans cette thèse (III).

### **I Lunettes à réalité augmentée**

Tout d'abord, nous allons définir les différents usages de la réalité augmentée (I-A) avant de se focaliser sur son développement via une paire de lunette. Une liste non exhaustive des prototypes existants sera alors dressée et permettra de dégager les technologies principales développées par les différents acteurs du domaine (I-B). Nous pourrons alors conclure sur les limites des produits actuels pour la réalisation de lunettes à réalité augmentée à port permanent (I-C).

#### **I-A Histoire et généralités**

La conception d'afficheurs à réalité augmentée est une volonté qui existe depuis longtemps. Le premier prototype a été développé en 1965 par Ivan Sutherland (figure 1-1) mais c'est depuis la fin des années 2000 que l'intérêt pour cette technologie a réellement pris de l'ampleur [1]. C'est en effet devenu un domaine de recherche très actif à l'origine de nombreuses conférences ou événements sur le sujet (International Symposium on Mixed and Augmented Reality (ISMAR), Inside AR, Tech Expo, Laval Virtual, etc..) et attirant différents acteurs économiques, de la start-up à la multinationale. Cependant, si de nombreuses compagnies et laboratoires développent leurs propres systèmes, aucun produit n'a encore atteint le grand public.

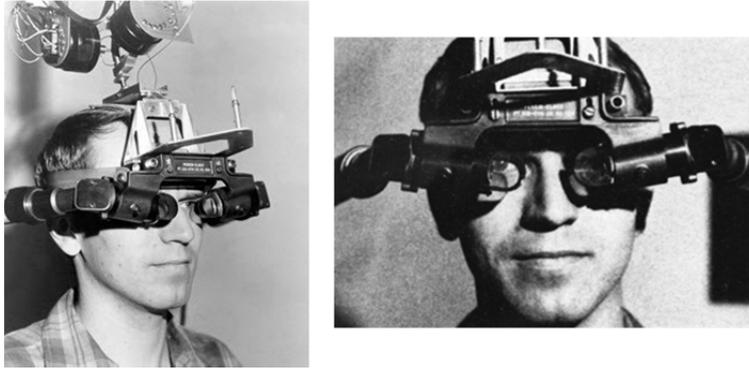


Figure 1-1 : Premier dispositif, baptisé *The Ultimate Display*, proposant de la réalité augmentée, réalisé par Ivan Sutherland en 1965. Muni de ce casque, fixé à un bras articulé accroché au plafond, l'utilisateur visualise un cube 3D flottant sur le décor de la pièce. S'il bouge la tête, l'image suit grâce à des capteurs calculant l'image et l'angle de vue en temps réel selon ses mouvements.

On distingue trois grandes catégories de systèmes à réalité augmentée [2] :

- les HMD (Head Mounted Display) pour un système d'affichage porté sur la tête [3].
- les HDD (Hand Held Display) pour des écrans tenus à la main type smartphone [4].
- la SAR (Réalité Augmentée Spatiale) pour laquelle le contenu virtuel est directement projeté sur les surfaces de l'environnement par des projecteurs extérieurs [5].

Dans le cadre de la réalisation de lunettes à réalité augmentée, nous nous focaliserons évidemment sur les systèmes HMD que l'on peut diviser en deux sous-catégories [6] [7] :

- Les VSTHMD (Video See-Through Head Mounted Display) pour lesquels l'utilisateur ne reçoit pas directement la lumière de l'environnement réel. Il regarde à travers un écran affichant la scène réelle capturée par une ou deux caméras. Si ce type de dispositif a l'avantage d'offrir une bonne luminosité et un bon contraste, il ne correspond manifestement pas à un usage à port permanent du fait de l'immersion totale.
- Les OSTHMD (Optical See-Through Head Mounted Display) laissent passer l'information lumineuse de la scène réelle directement vers les yeux de l'utilisateur. Les informations virtuelles doivent donc être superposées à l'environnement sans perturber la vision naturelle.

C'est cette dernière catégorie précise qui correspond, à terme, à l'objectif du projet et que nous désirons étudier.

## I-B Réponse actuelle des principaux acteurs

Les prototypes de lunettes à réalité augmentée présentés jusqu'alors sont, pour la plupart, constitués d'un microprojecteur situé sur une branche de lunette et d'un système optique permettant de focaliser l'image sur la rétine. C'est principalement dans la constitution de ce dernier que se différencie la plupart des modèles proposés actuellement et listés non exhaustivement ci-dessous. Les HMD proposés par Microsoft avec HoloLens [8] mais aussi par des entreprises comme Atheer [9], Laster [10], Canon [11], Kopin [12], Lenovo [13], Meta [14], Osterhout [15] ou encore Senth [16] ne seront volontairement pas exposés car ils s'éloignent, dans la forme, de lunettes à port permanent. En effet, les montures développées par ces sociétés ne sont pas réellement des lunettes à port permanent car très encombrantes (Figure 1-2). Leur acceptabilité est jugée comme faible et avec une esthétique trop marquée.

## Contexte et objectifs

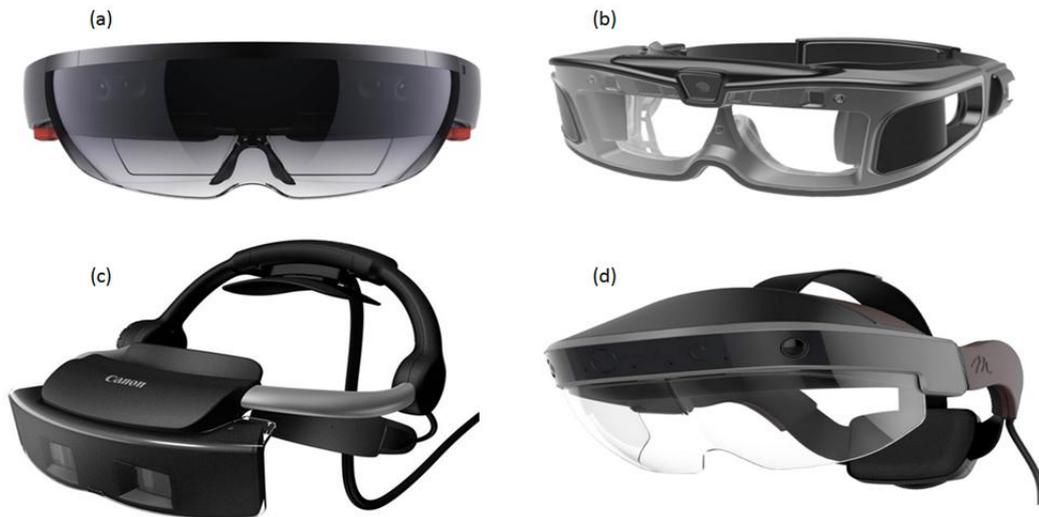


Figure 1-2: Prototypes de OSTHMD proposés par (a) HoloLens [8] (b) Atheer [9] (c) Canon [11] (d) Meta [14].

Le système présenté par Google avec les Google Glass est jusqu'à présent le plus connu du grand public car il a été mis sur le marché entre 2013 et 2015. Les lunettes proposées disposent d'un projecteur déporté sur le côté de la monture et recouvrant une partie du verre. L'image est déviée par un prisme pour être projetée sur la rétine (figure 1-3). Le verre de lunette n'a ici aucun rôle et n'est pas nécessaire même s'il peut permettre d'ajouter une prescription comme prévu dans une seconde version des Google Glass.



Figure 1-3 : Aspect des Google Glass et principe de fonctionnement [17].

Après la suspension du projet, Google prépare le coup suivant en investissant en octobre 2014 plusieurs centaines de millions de dollars dans la société Magic Leap. Cette start-up promet de mêler monde réel et virtuel, mais aussi d'interpréter différents gestes de l'utilisateur en ajoutant une dimension de traitement, voire d'intelligence [18].

Car en marge des grandes multinationales, la réalité augmentée a été rythmée par les start-up. En effet, de nombreux prototypes sont proposés par de jeunes entreprises innovantes créées dans les années 2000 comme la start-up française Optinvent [19], l'israélienne Lumus [20] ou encore l'américaine Vusix [21] qui concurrencent des enseignes plus ancrées comme les compagnies japonaises Seiko Epson [22] et Sony [23].

Contrairement à la technologie développée par Google qui utilise un combineur optique en espace libre, les prototypes que nous allons présenter se basent sur une technologie d'ondes guidées [24]. L'image générée par un ou deux micro-displays est projetée en bord du verre pour y être couplée,

guidée, puis extraite de celui-ci vers la rétine. Ceci permet d'éloigner le système de projection du verre et du champ de vision de l'utilisateur mais aussi de diminuer l'épaisseur du système de renvoi optique devant les yeux (figure 1-4). Les multiples systèmes proposés diffèrent dans la manière de se coupler et/ou de s'extraire du guide. Si les lunettes proposées par Optinvent, Seiko Epson et Lumus utilisent une combinaison de surfaces polarisées réfléchissantes pour extraire la lumière en direction de la rétine, d'autres systèmes optiques sont utilisés. La société Vuzix tire parti de microstructures diffractives quand Sony utilise des miroirs holographiques pour l'insertion et l'extraction dans le guide d'onde (figure 1-4).

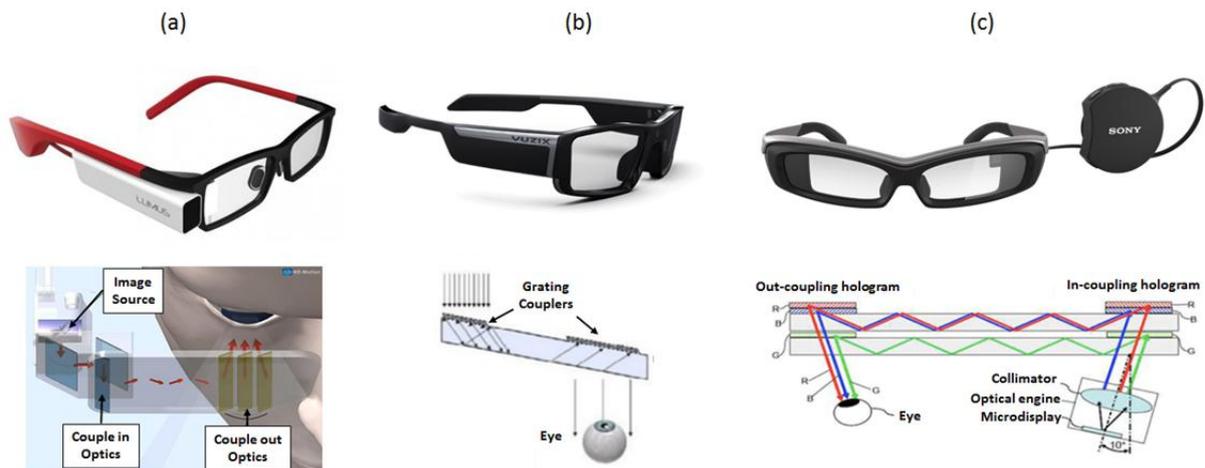


Figure 1-4 : Aspect des lunettes à réalité augmentée et schématisation du système alliant guide d'onde et coupleurs [25][26] proposées par (a) Lumus où l'extraction est assurée par des surfaces réfléchissantes [20], (b) Vuzix où la lumière est insérée et extraite par diffraction [21], (c) Sony utilisant des miroirs holographiques [23].

Afin d'ajouter une correction de la vue, la société Innovega propose, avec son système iOptik (récemment renommé emacula [27]), d'associer l'utilisation d'une paire de lunettes intelligentes avec des lentilles à double focalisation [28] [29]. La lentille est composée de deux filtres, l'un au centre et l'autre en périphérie. Le filtre périphérique focalise la lumière de l'environnement sur la rétine mais pas les informations envoyées par la paire de lunettes alors que le filtre central a le rôle inverse. Ainsi, le couple œil/cerveau étant capable de focaliser à deux distances, cela permet à l'utilisateur de voir à la fois la scène réelle et le contenu virtuel des lunettes. Cette association permet d'améliorer l'association du virtuel et du réel sans fatiguer l'œil mais aussi d'augmenter l'angle de vision et, surtout, de corriger la vue de l'utilisateur. Cependant, la nécessité de porter à la fois des lunettes et une paire de lentille de contact reste inconfortable dans le cas d'un port permanent (figure 1-5).

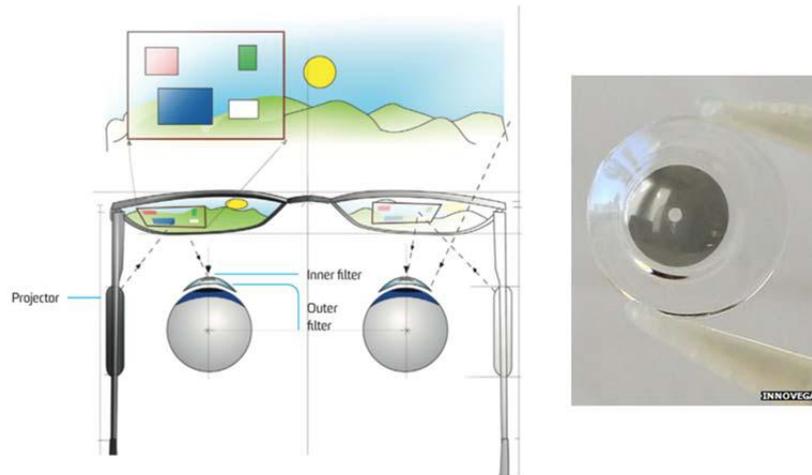


Figure 1-5 : Système proposé par la société Innovega associant lunettes intelligentes et lentilles à double foyer de focalisation.

## I-C Bilan

Les produits proposés par chacune de ces sociétés ne se valent pas et comportent chacun leurs lots d'avantages ou d'inconvénients selon la technologie utilisée [30]. Il est cependant possible de noter des inconvénients communs aux systèmes décrits pour une utilisation en tant que paire de lunettes à port permanent. D'une part, l'intégration d'un microprojecteur sur les branches de lunette est encombrante et implique l'utilisation d'une monture lourde et ostensible. D'autre part, l'image virtuelle est correctement visible lorsque la luminosité extérieure est faible et le confort visuel reste limité en plein jour. Le champ de vision est également limité à environ  $40^\circ$ , ce qui est loin de couvrir le champ de vision typique d'une paire de lunette ( $100-110^\circ$ ) [31]. Finalement, peu proposent d'incorporer une prescription, ce qui concerne tout de même plus de 50% de la population.

L'amélioration des systèmes optiques et la miniaturisation des micro-displays devraient permettre d'atténuer les défauts d'encombrements dans un futur proche, comme le promet déjà Laforge Optical [32], ou plus récemment Intel [33], avec des lunettes à réalité augmentée dont les montures s'apparentent aux formes classiques. Cependant, d'autres approches sont envisageables afin de s'affranchir de la présence de projecteurs sur les branches de la monture.

Il s'agirait, par exemple, de localiser l'information nécessaire à la formation d'une image dans le verre de lunette. C'est l'idée qui est développée dans ce projet dont la volonté est d'incorporer les différents éléments encombrant d'un projecteur (matrice active, cellules LCD) dans le verre de lunette. Celui-ci nécessitant d'être adapté aux applications ophtalmiques, de nouvelles contraintes émergent comme l'adressage des différents pixels en transparence.

La partie suivante va nous permettre de décrire le fonctionnement des écrans actuels pour cerner les éléments limitant leurs transparences.

## II Matrices actives et transparence

Dans les années 70, le développement des écrans à cristaux liquides (Liquid Crystal Display, LCD) a entraîné une véritable révolution dans le domaine de l'affichage en permettant leur diffusion aussi bien pour des applications spécialisées que généralistes. L'élaboration de matrices actives par la

combinaison de cristaux liquides et de transistors en couche mince (Thin Film Transistor, TFT) a permis la mise en place de systèmes d'adressage performants et peu consommateurs en énergie. La réduction du coût de fabrication et l'amélioration des performances (résolution spatiale, temps de réponse, contraste, luminosité, gamme de couleur, angle de vision) ont permis aux technologies LCD et plus récemment OLED (Organic Light Emitting Diode) de supplanter définitivement celle du tube cathodique.

Dans cette partie, on se propose tout d'abord de présenter le fonctionnement de ces afficheurs OLED et LCD à travers la description générale d'un pixel (II-A). Nous exposerons ensuite le principe d'une matrice active, tronc commun de ces deux technologies et principal frein à la transparence de l'écran (II-B). Les progrès effectués au niveau de la transparence de ces matrices seront finalement exposés (II-C) et analysés relativement à notre problématique (II-D).

## II-A Principe d'un pixel dans les écrans LCD et OLED

Globalement, l'affichage d'une image se fait grâce à la combinaison de multiples points lumineux élémentaires appelés pixels, chacun pouvant indépendamment être dans un état dit « allumé » (émissif ou passant), « éteint » (noir ou bloquant) voire dans un état intermédiaire. Une matrice d'adressage permet de contrôler individuellement tous les pixels à un temps donné et génère ainsi un profil d'intensité lumineuse 2D formant l'image souhaitée.

On distinguera deux utilisations de matrices d'adressage : une première où le pixel permet de modifier la transmission d'une source (écrans LCD) et une deuxième où chaque pixel est une source de lumière commandée directement (écrans OLED).

### II-A-1 Cas des LCD

Pour les écrans LCD, la source de lumière est indépendante de la formation de l'image proprement dite. Une lumière est projetée sur l'ensemble de l'écran par la face arrière (rétroéclairage) et le contrôle de la transmission se fera pixel par pixel définissant la cartographie 2D.

Pour chaque pixel indépendamment, la transmission est établie par l'alignement de cristaux liquides nématiques enserrés entre deux plaques de verres recouvertes d'électrodes conductrices et deux polariseurs (Figure 1-6). Au repos, l'alignement naturel des molécules de cristal liquide est imposé par des couches d'alignement déposées sur le verre. Les couches d'alignement étant orientées perpendiculairement l'une par rapport à l'autre, les cristaux liquides forment naturellement un hélicoïde qui tourne d'un quart de tour quand on se déplace normalement d'une électrode à l'autre ; on appelle cela la forme nématique twistée (Twisted Nematic, TN). Ainsi, lorsqu'une lumière polarisée traverse la couche de cristal liquide, celle-ci va suivre la rotation de l'hélicoïde et tourner de 90° grâce aux propriétés rotatives des cristaux liquides. L'application d'une tension modifie cet équilibre et alignera les molécules parallèlement au champ électrique généré entre les électrodes, c'est-à-dire normalement par rapport aux plaques de verre. La configuration des cristaux liquides est alors nommée homéotrope et la rotation de la polarisation ne pourra pas se faire. Le fonctionnement des cristaux liquides est détaillé chapitre 2-I-C.

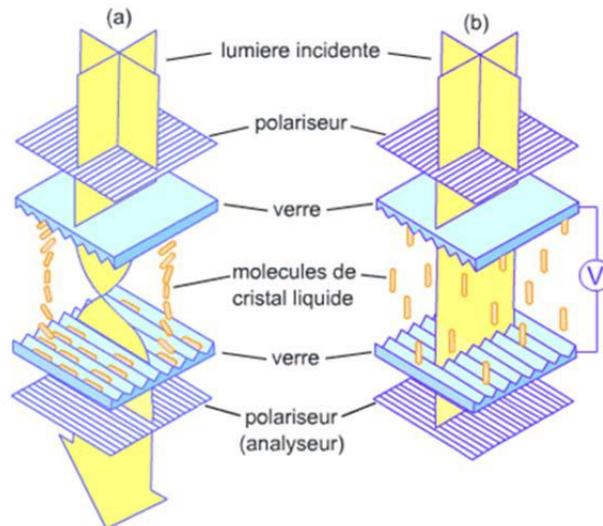


Figure 1-6 : Cellule à cristal liquide d'un écran LCD « naturellement blanc ». En absence de tension, la lumière est transmise grâce à la forme twistée des cristaux liquides (a) mais stoppée par les polariseurs croisés lorsqu'on applique une tension suffisante (b) [34].

Dans le cas « naturellement blanc », les polariseurs sont croisés comme dans la figure 1-6. En l'absence de commande, la lumière est transmise grâce à la rotation imposée par les cristaux liquides et s'éteint lorsqu'on applique une tension. Si les polariseurs sont parallèles, l'effet est inversé et la lumière est naturellement bloquée lorsque les cristaux liquides sont twistés : c'est le cas « naturellement noir ». Dans les deux cas, des niveaux d'intensité intermédiaires peuvent être obtenus selon le niveau de tension appliqué.

L'obtention des couleurs s'obtient par le regroupement de trois pixels individuellement dédiés à une des couleurs primaires (rouge, vert, bleu) par l'ajout de filtres. Le niveau commun de transmission définira l'intensité et le niveau relatif entre chacun d'eux définira la couleur. La figure 1-7 illustre cet adressage polychrome en présentant deux types de rétro-éclairage, les tubes fluorescents pour les écrans LCD classiques et des diodes électroluminescentes (LED) pour les écrans LCD-LED permettant de réduire l'épaisseur de l'écran.

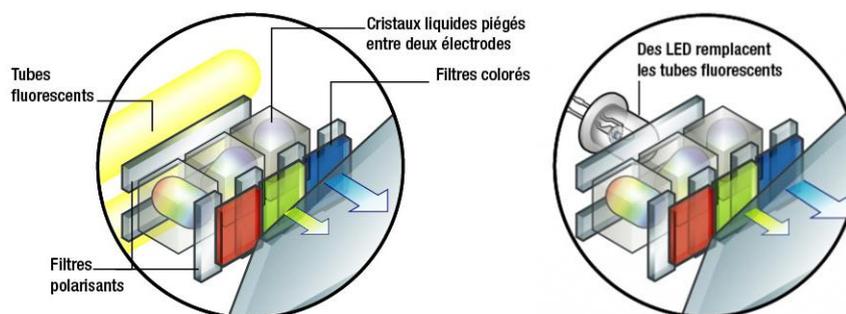


Figure 1-7 : Adressage polychrome d'un pixel composé de trois sous-pixels avec filtre rouge, bleu ou vert. La lumière blanche étant émise par un tube fluorescent (a) ou une diode électroluminescente (b) [35].

## II-A-2 Cas de OLED

Dans le cas des écrans OLEDs (figure 1-8), chaque élément émet une couleur spécifique (rouge, vert, bleu). On contrôlera donc directement l'intensité de chaque couleur. Ce système est plus simple que le précédent. D'une part, le filtrage passif est supprimé (pas besoin de filtre pour définir la couleur

d'un sous pixel). D'autre part, on s'affranchit de tout le système contrôlant la transmission de chaque sous-pixel.

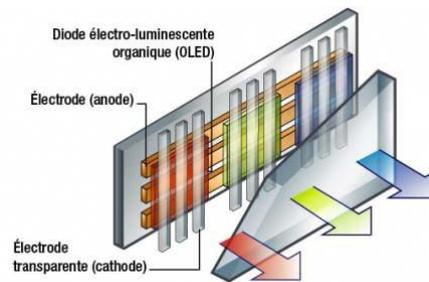


Figure 1-8 : Principe des écrans OLED avec un pixel émissif [36].

Le point commun à ces deux techniques est la nécessité d'adresser les pixels, c'est-à-dire de communiquer une énergie électrique donnée en un point précis de l'espace, soit un point d'une matrice. Cette tension est amenée par des pistes conductrices, généralement métalliques, perpendiculaires entre elles et formant un maillage de lignes et de colonnes.

## II-B Principe d'une matrice active

Si on a décrit précédemment le principe de fonctionnement des pixels individuels, il reste néanmoins à examiner la manière de les adresser pour former une image dynamique. La problématique est d'activer tous les points d'une surface comprenant  $M \times N$  pixels. On pourrait appliquer une stratégie définissant l'état de chaque pixel soit successivement, soit simultanément. Ceci oblige au minimum à avoir une ligne de commande dédiée à chaque pixel, c'est-à-dire  $M \times N$  au final. On réduit généralement les problèmes d'encombrement induit en adressant les pixels comme points d'intersection d'un ensemble de  $M$  lignes et  $N$  colonnes, via une matrice d'adressage.

Dans le cas d'un balayage dit passif, pendant un temps  $\Delta t$ , la ligne  $i$  est activée et chaque colonne fournit simultanément l'énergie requise au pixel de cette ligne. Puis le processus est répété pour la ligne  $i+1$  et ainsi de suite. Dans le cas d'un balayage actif, on mémorise l'état du pixel le temps du balayage de la trame complète. Pour cela, le système utilise des transistors permettant d'ouvrir ou de fermer l'accès au pixel. C'est une commande en trois temps : fermeture des transistors permettant de remettre à zéro les cellules de la ligne, chargement des nouvelles cellules par l'activation des colonnes, ouvertures des transistors isolant les cellules et permettant le maintien de la charge. La figure 1-9 illustre l'adressage progressif d'une matrice active  $2 \times 3$  d'un écran LCD.

## Contexte et objectifs

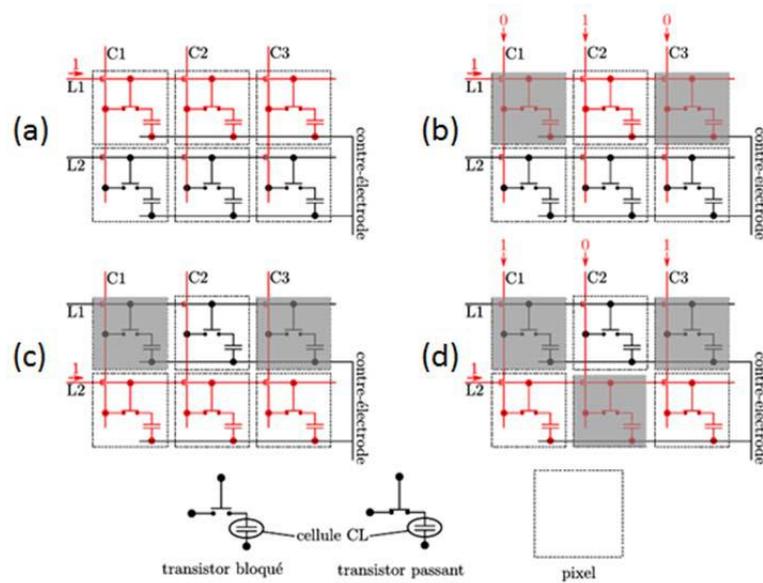


Figure 1-9 : Adressage progressif avec une matrice active 2x3 d'un écran LCD. (a) : sélection de la ligne 1 pour laquelle les transistors sont passants. (b) ; les colonnes adressent les pixels de la ligne 1 en apportant le signal nécessaire. (c) ; sélection de la ligne 2 pour laquelle les transistors sont passants, la ligne 1 est alors bloquée. (d) ; les colonnes adressent les pixels de la ligne 2 en apportant le signal nécessaire sans affecter l'état des pixels de la ligne.

Les transistors utilisés sont des TFT réalisés par dépôt de couches minces de quelques nanomètres d'épaisseur. La transparence d'une matrice active est fortement impactée par la présence des lignes métalliques et de ces transistors. Si la transmission est largement suffisante pour que la lumière émise soit visible par l'observateur, ce n'est pas le cas vis-à-vis des spécifications d'un système transparent de qualité ophtalmique nécessitant une transmission supérieure à 90%.

De plus, la réduction de la taille de l'écran, et donc des pixels, va impacter la transmission générale de l'écran car la taille des lignes métalliques et des TFT ne peut être réduite indéfiniment (figure 1-10).

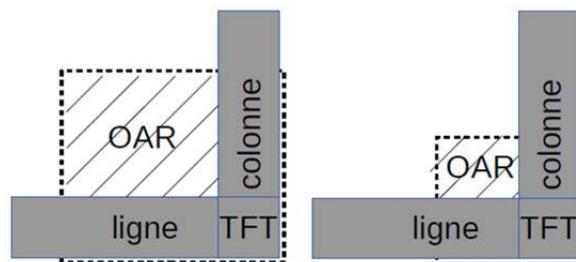


Figure 1-10 : Illustration de l'impact des transistors, des lignes et des colonnes métalliques sur la surface libre (Optical Aperture Rate OAR) d'un pixel selon sa taille.

La transmission optique d'un afficheur est d'autant plus faible que le nombre de pixels par unité de surface (Dot Per Inch, DPI) augmente. En effet, quand on réduit considérablement la taille des pixels, la proportion relative des pistes métalliques ( $\approx 2\mu\text{m}$ ) et des transistors TFT ( $\approx 4\mu\text{m}^2$ ) est plus importante, affectant directement la transmission. On dit que l'on réduit la surface libre du pixel (appelé également taux d'ouverture ou OAR pour Open Aperture Rate).

## II-C Exemples d'écrans transparents

Des prototypes d'écran OLED « transparents » ont été présentés par LG, Samsung, Planar ou plus récemment Panasonic (figure 1-11).



Figure 1-11 : Prototype d'écrans transparents présentés par LG en juillet 2014 [37] (a), Samsung en juin 2015 [38] (b), Planar en novembre 2015 [39] [40] (c), Panasonic en septembre 2016 [41] (d). Ce dernier prototype est annoncé par Panasonic à la vente en 2019.

Si peu d'informations détaillées ont été communiquées concernant la technologie utilisée pour la réalisation de tels objets, les transmissions affichées par les constructeurs sont d'environ 50%. On peut estimer que ces valeurs sont atteintes en profitant de taux d'ouverture importants obtenus grâce à un nombre de pixel par unité de surface relativement faible. Une taille de pixel élevée qui est acceptable pour des écrans de cette taille, observés à une distance relativement grande. En effet, quand on observe de plus près l'écran présenté en septembre 2016 par Panasonic, on voit très bien les fils métalliques reliant les pixels et formant la matrice active.

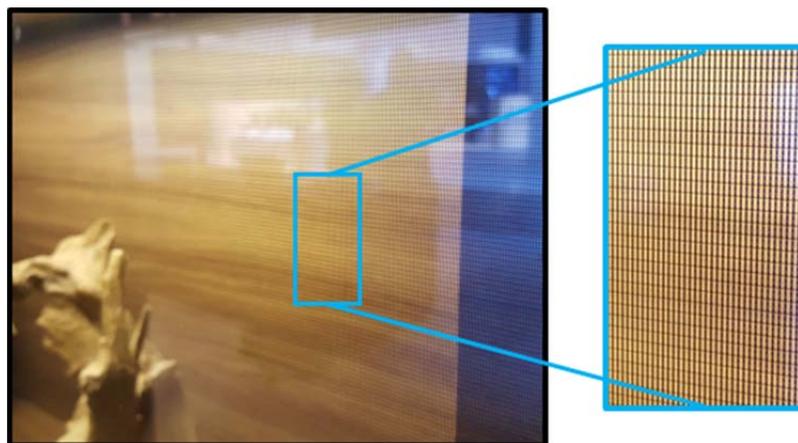


Figure 1-12 : Observation de l'écran transparent proposé par Panasonic avec une zone zoomée [42]. La taille d'un pixel est d'environ  $630\mu\text{m}$  de côté.

Les pistes métalliques de plus en plus fines permettent d'améliorer la transmission et de créer un effet de transparence lorsqu'on s'éloigne d'environ un mètre mais cela est loin d'être satisfaisant pour une application ophtalmique où le verre est situé à quelques centimètres de l'œil.

Des progrès sont toutefois prévus et prévisibles ne serait-ce que par des efforts de miniaturisation sans modification conceptuelle. Au-delà de la simple réduction des dimensions des pistes métalliques, la voie des oxyde conducteurs transparents (Transparent Conductive Oxyde, TCO) est certainement envisagée et envisageable bien qu'elle nécessite un changement de procédé de fabrication. Pour être transparent, un matériau doit posséder une bande interdite supérieure à 3,1eV (correspondant à une bande d'absorption inférieure à 400nm) afin de transmettre la lumière visible. Avec une telle bande interdite, les porteurs (les électrons et les trous) sont difficilement excités thermiquement de la bande de valence vers la bande de conduction. Il en résulte une faible conductivité. D'une manière générale, un gain en transparence sur un TCO signifie une perte en conductivité dommageable pour le fonctionnement électronique de ces composants.

C'est tout l'enjeu du développement des TCOs, connus depuis plus d'un siècle et dont l'effort de recherche s'est intensifié dans les années 70 avec l'arrivée des écrans LCD. Ces matériaux sont des métaux oxydés supportant un taux de dopage élevé pour déplacer le niveau de Fermi de la bande interdite à la bande de conduction. À ce jour l'ITO (oxyde d'indium dopé à l'étain) est le TCO le plus largement répandu et utilisé dans l'industrie du fait de sa transparence en couche mince, de sa faible résistance, de sa stabilité et de sa mise en œuvre à faible coût par PVD (dépôt physique en phase vapeur) [43] [44]. L'ITO est notamment utilisé en masse dans les écrans LCD pour constituer les électrodes transparentes permettant d'appliquer un champ électrique dans la cellule et donc d'orienter les cristaux liquides [45].

Concernant la conception de transistors transparents, Samsung [46] [47] et LG [48] semblent se pencher sur l'utilisation future d'oxydes d'indium-gallium-zinc amorphe ( $\alpha$ -IGZO) pour remplacer le silicium amorphe ( $\alpha$ -Si ou le LTPS pour low-temperature polycristalline silicon) [49]. La technologie IGZO permet de former des transistors plus compacts pour un taux d'ouverture plus élevé avec une bande interdite autour de 3eV, c'est-à-dire dans le violet profond/ultraviolet et donc une absorption moins importante dans le visible. La technologie a déjà été intégrée dans des prototypes d'écrans LCD [50] ou OLED [51].

## II-D Bilan

Un afficheur est actuellement l'association d'une matrice d'adressage permettant d'envoyer un signal électrique en chaque point de l'écran et de pixels capables de moduler leurs propriétés d'émission (ou de transmission) selon l'énergie qu'ils reçoivent. La miniaturisation des éléments électroniques formant la matrice permet de réaliser des écrans LCD ou OLED avec une transmission de plus en plus élevée mais encore très éloignée des obligations liées aux applications ophtalmiques. Si ces avancées technologiques permettent d'obtenir des écrans performants avec un design dit transparent, il semble compliqué d'utiliser des matrices actives avec des pistes métalliques dans un verre de lunette. En effet, le terme transparent prend un sens tout à fait différent selon le domaine d'application. La transparence requise dans le cas de verre de lunette posé constamment devant ses yeux est de 90%, et donc bien supérieure à celle des écrans présentés.

Ainsi, si le principe d'une matrice active semble nécessaire à l'affichage d'images pixellisées, les travaux consistant à augmenter le taux d'ouverture des pixels ou à réduire l'absorption de l'électronique que mènent la plupart des grands acteurs de l'industrie audiovisuelle ne semblent pas adaptés à la conception de lunettes à réalité augmentée.

Une autre piste, plus ambitieuse, se propose de modifier en profondeur le système d'adressage en remplaçant la commande électrique par une commande optique.

Outre l’affichage, une matrice d’adressage optique transparente peut également être utilisée dans le cadre de la correction de défauts visuels spécifiques. Les astigmatismes irréguliers par exemple, qui sont liés aux imperfections des structures réfractives oculaires, ne peuvent être corrigés par des lentilles classiques [52] [53] [54]. Une modulation active du front d’onde dépendant de l’utilisateur et de la position de l’œil est nécessaire. Il s’agit notamment du secteur d’activité de DeepOptics, une start-up Israélienne dans laquelle Essilor a investi récemment [55].

Un modulateur spatial de la lumière (SLM pour Spatial Light Modulator) est un dispositif capable de modifier un front d’onde. La phase et/ou l’amplitude d’un signal lumineux est modulée localement par un composant à base de cristaux liquides associé à un système d’adressage [56]. L’adressage est généralement électrique avec une matrice active classique mais peut également se faire optiquement (OASLM, Optically Addressed SLM) avec des photoconducteurs [57][58][59].

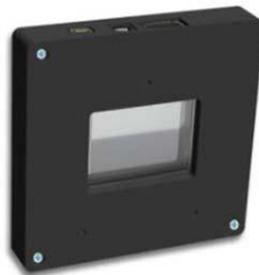
### **III Un adressage dans le verre de lunette**

Nous allons maintenant expliquer concrètement l’approche étudiée dans cette thèse pour former une matrice d’adressage transparente afin de développer des lunettes à réalité augmentée à port permanent. Dans un premier temps, nous présenterons des produits existants dont la démarche, proposant de pixéliser le verre, se rapproche de la nôtre (III-A). Nous pourrions alors expliquer en détail les objectifs du projet d’Essilor visant à remplacer la commande électrique par une commande optique (III-B) avant de déterminer des critères d’utilisation précis (III-C).

#### **III-A État de l’art**

##### **III-A-1 SLM transparents**

Des modulateurs de phase dits transparents et utilisables en transmission sont déjà disponibles sur le marché spécifique de l’instrumentation photonique. L’Holoeye LC 2012 propose par exemple un SLM à cristal liquide de 37\*28mm figure 1-13. La transparence de ce dispositif n’est toutefois que de 27%.



*Figure 1-13 : SLM Holoeye LC 2012 avec une résolution de 1024 x 728 px pour un écran de 37\*28mm soit des pixels de 36\*36 $\mu$ m [60].*

##### **III-A-2 Pinlight Display**

Le PinLight display associe un maillage de sources lumineuses ponctuelles avec un SLM. Les deux éléments sont placés directement devant l’œil en étant intégrés dans le verre de lunette. Une feuille acrylique est gravée de points qui, lorsqu’ils sont éclairés depuis le bord, agissent chacun comme un minuscule projecteur dirigé directement vers l’œil. Un SLM permet ensuite de moduler localement l’intensité lumineuse de chacun des points (figure 1-14) [61].

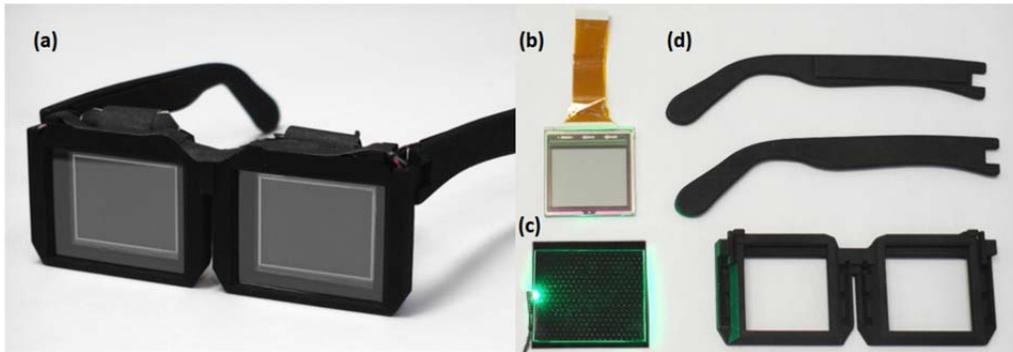


Figure 1-14 : Lunettes à réalité augmentée PinLight display (a) avec chacun des éléments décomposés : le SLM à cristaux liquides (b), la feuille plastique émettant plusieurs points ponctuels d'une source verte (c), la monture (d) [62].

Une lumière ponctuelle n'étant pas assez grande pour créer un champ visible par l'utilisateur, un groupe de lumières ponctuelles hexagonales est utilisée pour créer une image visuelle superposée dite « image défocalisée ». La solution pour créer une image homogène est de configurer les projecteurs de sorte qu'ils se chevauchent légèrement pour remplir le plan de focalisation visible par l'utilisateur nommé « Eye Focus Plane ». Le SLM, ou « Modulation Plane », permet alors de coder l'image combinée sur la rétine (figure 15).

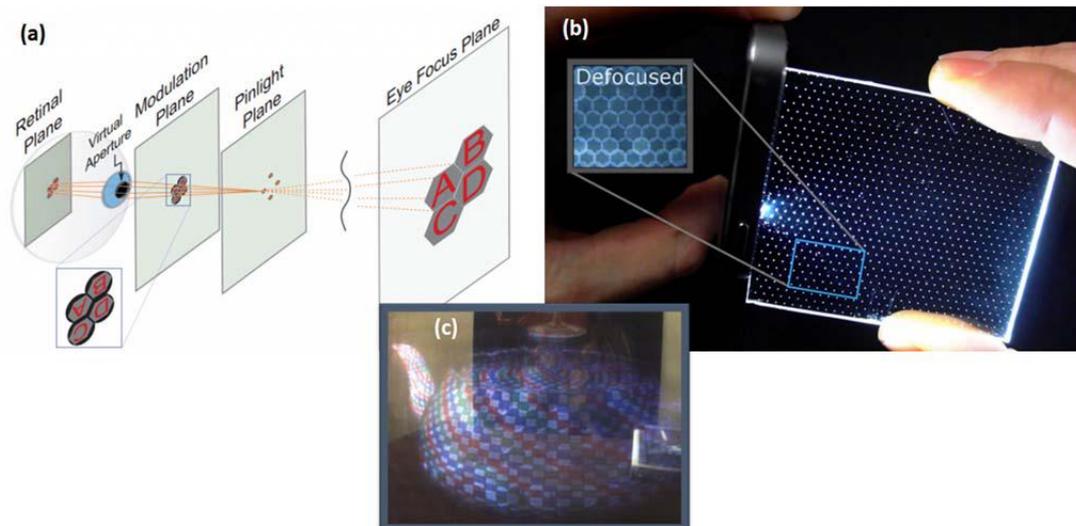


Figure 1-15 : Schématisation du principe utilisé par le PinLight Display (a), association de sources ponctuelles pour former une image « défocalisée » (b) et exemple d'image formée visible par l'utilisateur (c) [63].

Cette méthode présente l'avantage d'offrir un large champ de vision (angle de vue de 110° contre 40° pour LUMUS) mais l'objet final reste encore à ce jour assez encombrant. De plus, la transparence du système complet est limitée par l'utilisation d'un SLM transmissif comme celui présenté figure 1-13. La transmission qui est d'environ 23% n'est pas adaptable pour un port permanent [64].

### III-A-3 Tablette holographique LEIA

La start-up LEIA promet de développer des tablettes ou smartphone dits « holographiques », c'est-à-dire émettant des images en trois dimensions (figure 1-16). Des prototypes concluants sont déjà disponibles [65]. L'utilisation s'éloigne des lunettes à réalité augmentée mais cette technologie semble prometteuse et peut donner des idées pour des applications ophtalmiques.

Un substrat en verre de forme hexagonale est utilisé comme guide multimode dans lequel trois couleurs (rouge, bleu et vert) sont injectées par trois bords différents. Chaque pixel est composé de

64 réseaux par couleur diffractant une onde lumineuse dans des directions différentes. Ces directions sont calculées pour qu'un utilisateur placé à une distance d'observation de quelques dizaines de centimètres (qui correspond à la distance classique entre l'utilisateur et son téléphone ou sa tablette) perçoive une image légèrement différente dans chaque œil. C'est ce qui va donner l'impression d'une image en trois dimensions [66]. Une certaine mobilité est donnée à l'utilisateur car un léger mouvement de tête va permettre aux yeux de percevoir les images différentes issues d'une des 64 directions d'émission de chaque pixel comme provenant d'un autre angle de vue. Les prototypes présentés à ce jour proposent des images figées mais l'entreprise serait en train de travailler sur la combinaison de ce principe avec un SLM permettant l'émission d'images animées ou vidéos [67]. La résolution paraît assez limitée (figure 1-16a) car une taille de pixel élevée est imposée par l'association de 64 réseaux de diffraction pour chaque couleur. En effet, un pixel associant les trois couleurs mesure  $36\mu\text{m}$  de côté, ce qui fait une taille d'environ  $300\mu\text{m}$  pour un pixel multidirectionnel.

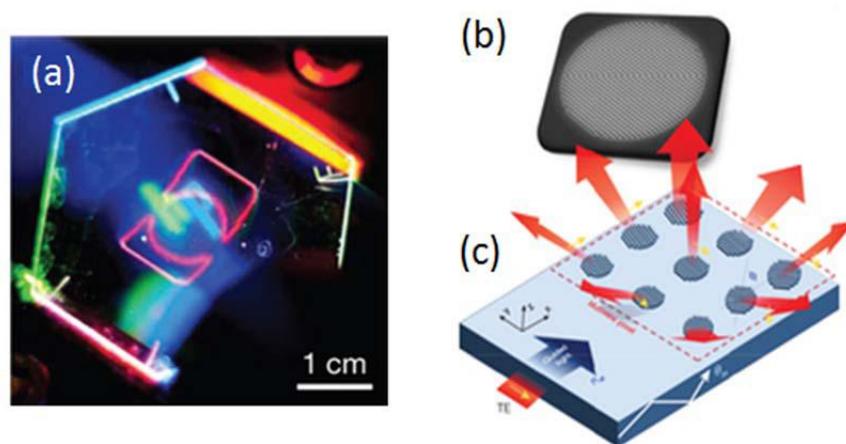


Figure 1-16 : Prototype d'un écran LEIA émettant le logo HP (a) ou des « flocons de neiges colorés » (b). Photographie MEB d'un réseau de diffraction fabriqué par photolithographie (b) et schématisation du principe d'extraction par diffraction multidirectionnelle (c). Image effectuée au microscope optique.

Ce type de dispositif permet donc d'afficher une image en trois dimensions à un utilisateur situé à une distance prédéterminée de l'afficheur (quelques dizaines de centimètres). Ce principe n'est donc pas déclinable pour toutes applications.

La projection de films en trois dimensions au cinéma par exemple, où les utilisateurs sont à des distances variables de l'écran, n'est pas compatible. Pour ce qui est d'un afficheur situé sur une paire de lunettes, la distance est fixe entre verre de lunettes et utilisateur mais, comme dit plus haut, la génération d'une source ponctuelle aussi proche de l'œil ne crée pas un champ visible pour l'utilisateur.

### III-B Analogie entre adressage électrique et optique

Afin d'améliorer la transparence des matrices d'adressage, la voie de recherche choisie est de remplacer les pistes métalliques des matrices d'adressage par des lignes de commande photoniques, autrement dit des guides d'ondes.

Les pistes métalliques classiques des écrans assurent le transport du signal et de l'énergie vers chaque pixel d'une ligne (ou d'une colonne) pour contrôler leur état : bloqué, intermédiaire ou passant. Par analogie, la lumière pourrait être confinée dans un guide d'onde adressant une ligne de pixel dont l'état serait déterminé par l'extraction de la lumière guidée.

### III-B-1 Travaux antérieurs

Suivant ce principe général, on peut réviser le schéma d'adressage classique décrit par la figure 1-17a en remplaçant les transistors classiquement utilisés par des phototransistors (figure 1-17b).

Lorsque la ligne photonique est active, de la lumière est extraite vers chacun des phototransistors la composant. Le pixel est finalement activé ou non par le signal électrique contenu dans la colonne. Par balayage, on peut ainsi adresser l'ensemble des pixels d'une matrice.

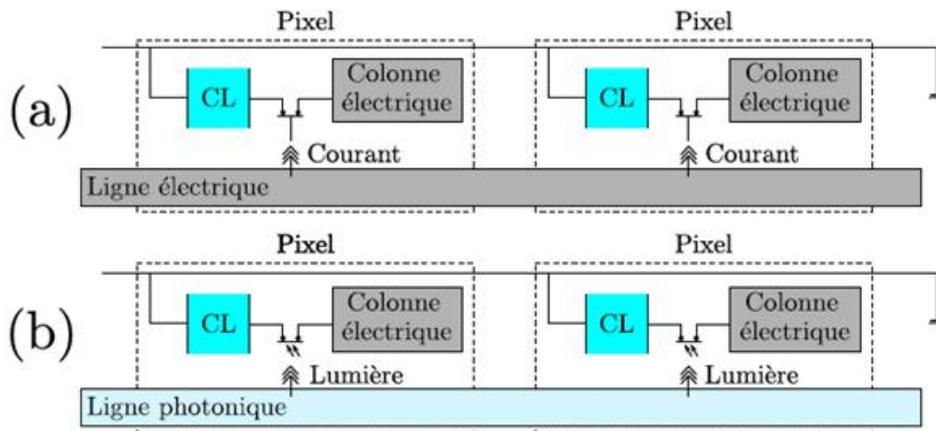


Figure 1-17 : Remplacement de la ligne de commande dans la matrice active ; schéma d'une matrice active classique (a) ; schéma d'une matrice active avec une ligne photonique activant un phototransistor (b).

Des travaux précédents, se déroulant dans le même cadre du laboratoire commun OPERA entre Essilor et le LAAS, ont permis de développer une première approche de ce type de système. L'étude théorique du découplage de la lumière par une structure diffractive sub-longueur d'onde a notamment été menée par Romain Laberdesque au cours de sa thèse [68].

L'objectif était essentiellement d'étudier les propriétés spectrales et spatiales de coupleurs photoniques passifs. L'étude théorique de coupleurs à base de réseaux résonnants (CRIGF pour Cavity Resonator Integrated Grating Filters) a permis de démontrer leurs capacités à distribuer une même intensité de lumière pour l'ensemble des pixels d'une ligne. Il a été choisi de travailler dans le proche infrarouge, à 850 nm, compte tenu des nombreuses sources et détecteurs existants à cette longueur d'onde.

Cette première thèse a donc validé théoriquement la capacité de ces composants à remplacer, à terme, la ligne de commande électrique dans une matrice active mixte associant des lignes photoniques avec des colonnes d'alimentation électriques [68].

Comme le montre la figure 1-17, une telle matrice est ensuite capable d'alimenter une cellule à cristal liquide et donc de moduler, localement, l'indice de réfraction de chacun des pixels. Le balayage de la matrice optoélectronique associé à ces cellules permet donc finalement de former un SLM dont la transparence est considérablement améliorée par le retrait de la moitié des lignes métalliques.

### III-B-2 Evolution vers un afficheur

Afin d'obtenir un afficheur, il est nécessaire de réaliser un dispositif émissif. Pour cela, nous proposons de modifier le rôle des cristaux liquides de la figure 1-17 en les utilisant, non plus pour moduler localement l'indice de réfraction, mais pour contrôler l'émission d'un signal lumineux.

Sur la base du système précédent qui devient le système de commande, une nouvelle ligne photonique d'émission, appelé ligne photonique B, doit donc être ajoutée. L'extraction du signal de cette ligne de commande est contrôlée par les cristaux liquides (figure 1-18).

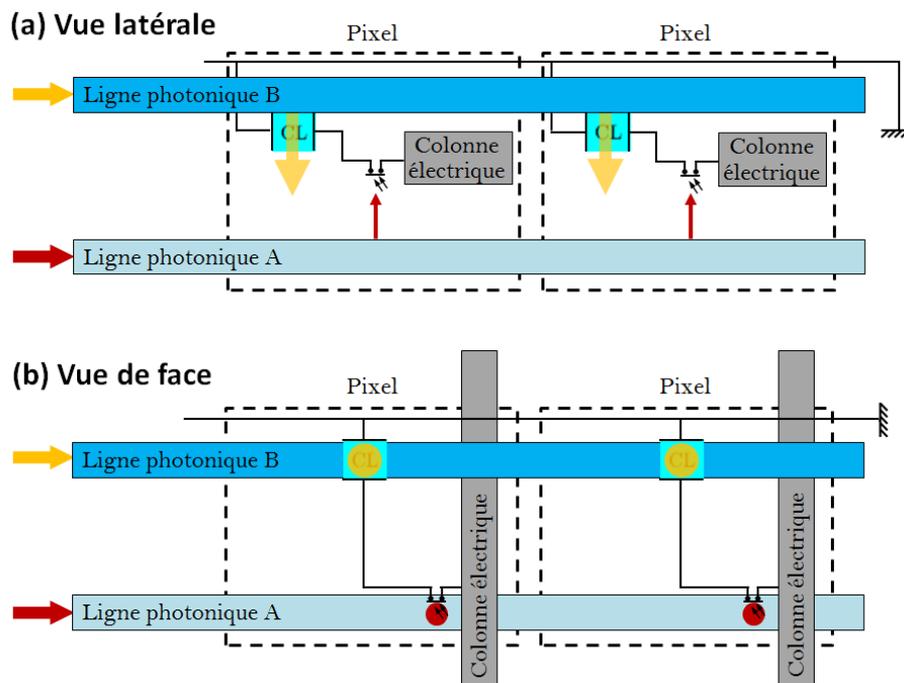


Figure 1-18 : Représentation schématique de l'émission lumineuse d'un pixel par extraction d'un guide d'onde par des cristaux liquides. L'alimentation des cristaux liquides étant adressée par une matrice active électro-optique telle que celle décrite figure 1-17b. Vue latérale analogue aux schémas présentés figure 1-17 (a) et vue de face (b).

On distingue donc deux lignes photoniques contenant deux signaux distincts :

- La ligne photonique A, nommée ligne de commande, qui permet d'activer les phototransistors. Elle contient un signal non-visible par l'utilisateur, situé dans l'infrarouge, et doit être capable d'extraire suffisamment de lumière pour l'ensemble des pixels la composant. Aucune sélectivité n'est nécessaire car c'est la colonne électrique qui permet, par balayage, d'activer ou non les pixels. L'étude des coupleurs CRIGFs pour cette ligne a été réalisée par Romain Laberdesque.
- La ligne photonique B ou ligne d'alimentation contient le signal permettant de former l'image perceptible par l'utilisateur. Il s'agit donc d'un signal dont la longueur d'onde est située dans la gamme visible. L'onde lumineuse contenue dans le guide doit pouvoir être extraite ou non selon le potentiel électrique envoyé par la colonne aux cristaux liquides.

C'est sur cette dernière ligne d'alimentation photonique que le travail de cette thèse est centré et plus particulièrement sur la cellule d'émission. Il s'agit ici de contrôler l'extraction d'un guide d'onde grâce à l'activation électrique de cristaux liquides.

Une voie plus prospective consiste à envisager au niveau de cette cellule non plus un changement d'état par modification de potentiel électrique mais via un stimulus optique pour réaliser un adressage tout optique et ainsi s'affranchir de la présence de composants électriques. Pour cela, les cristaux liquides peuvent être associés à des molécules azobenzènes pour devenir photocommutables.

### III-C Critères

Pour la réalisation de lunettes à réalité augmentée à port permanent, nous établissons deux types de critères : d'une part les critères essentiels pour remplir la fonction d'adressage matriciel et d'imagerie et d'autre part les critères inhérents à la réalisation d'un afficheur tête haute.

Nous allons commencer par présenter les critères concernant l'adressage optique d'une ligne photonique par analogie avec l'adressage électrique d'une matrice active et la formation d'une image perceptible par l'utilisateur.

#### Propagation dans une ligne de commande

La ligne de commande métallique apporte un signal électrique en véhiculant des électrons vers les composants électroniques de chaque pixel. L'analogie optique directe est l'utilisation du guidage optique permettant de confiner et transporter des photons. **La lumière doit être injectée et guidée dans un plan parallèle à l'écran.** Lors de cette propagation, la lumière ne doit pas interagir ou être influencée par les ondes lumineuses extérieures au plan (ondes transportées par une ligne voisine ou lumière extérieure par exemple).

#### Extraction de la ligne de commande

Pour les pixels en état « ON », **la lumière propagée dans la ligne de commande doit être extraite dans une direction privilégiée** afin d'être dirigée vers les phototransistors ou l'utilisateur.

Dans le cas d'une matrice active électronique, l'une des difficultés couramment rencontrées est la baisse de la tension de commande au fur et à mesure de sa propagation dans la ligne. Il existe pour cela des stratégies de compensation électronique dans les écrans.

Dans le cas des guides d'ondes optiques, il existe naturellement des pertes par propagation (Chapitre 2-I-A-2) qui doivent être minimisées. De plus, le long de la ligne, on extrait de la lumière ponctuellement pour chaque pixel, ce qui diminue également la quantité de photons disponibles pour les pixels suivants. **Le design des éléments permettant d'extraire la lumière doit donc prendre en compte ces différentes pertes d'intensité le long du guide d'onde.** Cette problématique a notamment été étudiée durant la thèse de Romain Laberdesque [68] et sera également discuté dans le chapitre 5-I.

S'il est essentiel d'avoir un état « ON » et un état « OFF », il est également nécessaire d'avoir des états intermédiaires. **Il sera donc préférable de pouvoir contrôler l'intensité lumineuse extraite pour chacun des pixels.**

#### Résolution de l'écran

Grâce à leur grande taille, les écrans de téléviseur récemment commercialisés peuvent atteindre de hautes résolutions d'affichage et des qualités d'images à ultra-haute définitions (UHD ; 3840\*2160px). En réduisant la taille des écrans, une telle résolution implique des densités de pixels trop importantes et une image à haute définition (HD ; 1280x720px) semble plus abordable. **On se basera sur la norme d'affichage XGA (Extended Graphics Array, 1024\*728px) mise en place par IBM en 1991.**

La taille du SLM HoloEye LC2012 (figure 1-13) présente des dimensions proches d'un verre de lunette (37\*28mm) avec des pixels de 36µm. On fixera cette taille de pixel comme la taille maximale. Pour un écran plus compact, nous envisagerons également l'utilisation de pixels de taille minimale 5µm sur

une surface de 5\*5mm environ. **Une ligne photonique doit donc pouvoir adresser plus de 700 pixels avec des émissions séparées spatialement de 5 à 36µm selon l'usage.**

### **Fréquence de rafraîchissement**

Si la résolution d'un écran est essentiellement liée au nombre de pixels, la définition d'une image animée va aussi dépendre de la fréquence de rafraîchissement de l'afficheur. Plus cette fréquence est élevée, c'est-à-dire plus il y a d'images par seconde, meilleur est le confort visuel. Une fréquence de balayage verticale de 60Hz (60 images par secondes) est nécessaire et suffisante pour que l'œil distingue un mouvement fluide. Ainsi, le balayage d'une matrice composée de 1024 lignes de commande nécessite le traitement de 61440 lignes par seconde. **L'activation ou l'extinction des pixels d'une ligne doit donc être exécuté en une quinzaine de microsecondes.**

### **Formation d'une image perceptible**

Pour un afficheur positionné à quelques centimètres de l'œil, la formation d'une image perceptible est différente du cas d'un écran positionné loin de l'utilisateur. Afin que l'image puisse être visible par l'œil humain, il faut générer un front d'onde permettant d'obtenir, au niveau de la rétine, l'image d'un objet semblant provenir de l'infini. Cette image doit alors être la résultante des interférences entre les différentes sources constituant les différents pixels. **Ainsi, tous les pixels doivent émettre simultanément avec un contrôle de la phase pour pouvoir interférer et reformer une image visible par l'utilisateur.** Le balayage étant effectué ligne par ligne, le signal à envoyer doit être gardé en mémoire le temps d'adresser l'ensemble de l'image (une quinzaine de millisecondes) grâce à la rémanence du système d'émission ou du phototransistor.

À ces critères, définis par la volonté d'afficher une image offrant un confort visuel satisfaisant à l'utilisateur, s'ajoutent des contraintes imposées par l'application spécifique d'écran pour imageur à tête haute :

### **Transparence et absence d'aberration**

Le composant étant intégré dans un verre de lunette, et donc devant les yeux de l'utilisateur, il est primordial qu'il ne perturbe pas la vision de l'environnement réel au travers de l'écran du porteur. **Il doit donc être transparent dans le visible (transmission > 90%) et apporter peu de déformations (diffusion<1%).** Pour cela, le composant ne doit pas réfléchir, diffuser ou diffracter dans le visible. Or, le composant doit interagir avec de la lumière pour assurer sa propagation et son extraction : les structures devront donc être sélectives spectralement.

### **Sécurité oculaire**

Afin de garantir la sécurité oculaire de l'utilisateur, **des puissances inférieures à 1mW devront être utilisées dans l'ensemble du système.** Des longueurs d'ondes visibles ou dans le proche infrarouge seront préférées aux UVs.

### **Intégration, compacité et efficacité**

Pour l'application visée, il faut considérer que l'afficheur fera partie d'un système embarqué. La volonté d'un dispositif à port permanent impose donc une bonne intégration de l'ensemble des composants afin d'obtenir un système compact et non encombrant. L'autre point crucial pour un système embarqué est son autonomie énergétique. Si les capacités des batteries portables

augmentent, elles n'en restent pas moins finies. Les écrans étant très consommateurs en énergie, l'efficacité du composant devra être prise en compte même si ce n'est pas l'objectif final de ce travail.

## **IV Conclusion**

Un état de l'art des différents dispositifs déjà proposés ou promis par différentes sociétés allant de la start-up à la multinationale nous a permis de cerner les inconvénients récurrents des prototypes mis sur le marché. On citera par exemple l'encombrement qu'implique le positionnement d'un projecteur dans la monture ou le faible champ de vision offert par sa projection sur l'œil. La description d'une matrice active classique a ensuite mis en évidence les lacunes de ces dispositifs en termes de transparence.

Partant de ces constats, nous avons pu définir des objectifs de performance de la matrice d'adressage espérée en se basant sur les matrices actives existantes tout en considérant les contraintes imposées par l'application ophtalmique. S'il est évident que la réalisation complète d'un tel dispositif est délicate à l'échelle d'une thèse de trois ans, l'objectif à court terme est de lever certains verrous technologiques et de proposer des idées et des orientations qui pourront permettre la réalisation d'un système embarqué complet à plus long terme.

Une première thèse ESSILOR-LAAS portant sur cette même thématique a permis d'apporter des éléments de réponse, à travers des simulations optiques et photoniques, aux possibilités d'adressage d'une ligne de commande avec une intensité constante [68].

Les travaux présentés s'attarderont, quant à eux, sur la réalisation expérimentale de dispositifs incluant un guide d'onde et un système d'extraction activable. La sélection de matériaux et de procédés technologiques adaptés pour former des composants photoniques, et leurs associations avec des matériaux actifs type cristaux liquides, doit permettre d'initier ou non l'extraction d'un guide d'onde et ainsi contrôler l'émission d'un pixel. Cette étude doit donc aboutir à une validation de principe et à la détermination des technologies permettant d'élaborer un dispositif dans les dimensions visées.

Dans le deuxième chapitre, nous allons développer plus précisément les différents éléments du dispositif étudié pour se recentrer progressivement sur la problématique des travaux réalisés durant la thèse présentée.



# Chapitre 2

## Démarche et état de l'art

La majorité des afficheurs à tête haute proposés actuellement se basent sur des technologies simples associant des instruments de projection et des systèmes optiques de renvoi qui limitent par leur encombrement et leur poids un usage en port permanent (Chapitre1-I). Quelques plus rares démonstrateurs utilisant des systèmes diffractifs ou des SLM sortent de ce schéma général pour explorer des voies plus innovantes (Chapitre1-III-A).

Ce travail s'inscrit dans cette deuxième démarche avec l'ambition de ramener dans le verre de lunette la fonction d'affichage. Pour cela, le projet a pour but d'explorer les possibilités de commandes optiques permettant de développer une matrice d'adressage transparente. Si des grosses sociétés de l'affichage proposent déjà des prototypes de téléviseurs transparents, les méthodes utilisées, qui consistent à optimiser la transmission des éléments électroniques, ne conviennent pas à ce jour aux prérequis des applications ophtalmiques (Chapitre1-II). L'idée développée est alors de remplacer la commande électronique par une commande optique en explorant les possibilités de la nanophotonique pour adresser une matrice de pixel, d'une part, et contrôler l'extraction d'une onde lumineuse vers l'œil, d'autre part (Chapitre1-III).

La décomposition du système considéré, commandant l'extraction d'une ligne photonique, va nous permettre de décrire les enjeux de manière détaillée et le rôle de chaque partie du dispositif (I). Un état de l'art de ce type de système sera alors dressé (II) avant d'aborder précisément la piste envisagée pour ces travaux (III).

### I Décomposition du système

Afin de commander l'extraction ponctuelle d'une ligne photonique, l'objectif premier est d'identifier les matériaux transparents pouvant jouer le rôle de guides d'onde, et d'évaluer les solutions d'extraction de la lumière de ce guide d'onde. Enfin, il est nécessaire de pouvoir contrôler l'extraction du guide d'onde avec un signal électrique et/ou optique.

Ceci nous amène logiquement à aborder les trois problématiques suivantes :

- Le guidage d'une onde lumineuse (I-A).

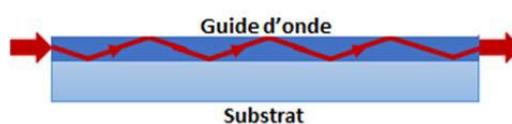


Figure 2-1 : Guidage d'une onde lumineuse.

- L'extraction d'une onde lumineuse confinée dans un guide d'onde (I-B).

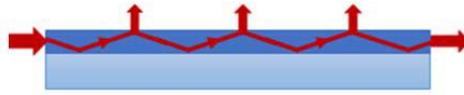


Figure 2-2 : Extraction d'un guide d'onde.

- Le contrôle de l'extraction de l'onde guidée par un signal électrique ou optique (I-C).

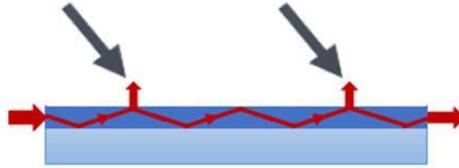


Figure 2-3 : Sélectivité de l'extraction d'une lumière confinée dans un guide d'onde par un signal électrique ou optique.

Pour chacune de ces trois problématiques, il existe une multitude de solutions ou de matériaux envisageables. Pour chacune d'entre elles, nous définirons le principe et justifierons les choix effectués dans le cadre de cette étude.

## I-A Guidage d'une onde lumineuse

### I-A-1 Principe du guidage optique

Si le système global décrit dans le chapitre 1 nécessite l'utilisation de guides linéaires, nous restreindrons l'étude à la simulation, la réalisation et la caractérisation de guides d'onde planaires dans le cadre de cette thèse afin de limiter les contraintes expérimentales.

Un guide d'onde optique est constitué d'un cœur d'indice de réfraction  $n_c$  entouré de gaines de plus faible indice  $n_g < n_c$ . Le phénomène de guidage du champ électromagnétique peut tout d'abord s'expliquer par l'optique géométrique, avec la notion de réflexion totale interne des rayons lumineux à l'interface  $n_c/n_g$ .

L'approche géométrique peut ensuite être étendue à l'optique ondulatoire en considérant une propagation sous forme d'ondes planes : la préservation de l'intégrité du front d'onde par interférences constructives impose qu'un nombre entier  $m$  de longueurs d'ondes sépare deux séries de fronts d'ondes parallèles après chaque réflexion aux interfaces, comme le souligne la figure 2-4. Ceci donne lieu à l'apparition de modes de propagation quantifiés : ce sont les modes propres de la structure. Il s'agit d'ondes dont la forme du profil transverse est conservée au cours de la propagation. Le comportement de la lumière confinée dans un guide est décrit par l'indice effectif  $n_{\text{eff}}$  qui caractérise la propagation de l'onde dans le guide.

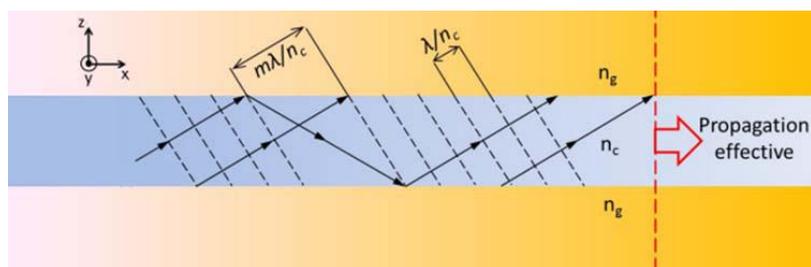


Figure 2-4 : Schéma des réflexions totales internes des rayons lumineux et des fronts d'ondes perpendiculaires correspondants dans un guide d'onde. Un mode propre ne s'établit dans la structure que si un nombre entier  $m$  de longueurs d'ondes sépare deux séries de fronts d'ondes parallèles après chaque réflexion, permettant à ces derniers d'interférer constructivement.

On distingue deux types de modes selon leurs polarisations :

- le mode transverse électrique TE se propageant selon x avec une polarisation selon y.
- le mode transverse magnétique TM avec une propagation selon x polarisée selon z.

On dit que le guide est monomode lorsqu'un seul mode dans chaque polarisation TE-TM est autorisé. Ce sont les modes fondamentaux. Lorsque plusieurs modes dans la même polarisation sont autorisés, le guide est multimode.

L'indice effectif et les modes d'un guide varient avec la géométrie de ce guide mais également avec le contraste d'indice entre le cœur et la gaine. L'épaisseur du guide peut être inférieure à la longueur d'onde, c'est le contraste d'indice qui fixe l'épaisseur minimale. Les modes sont mieux confinés dans le guide lorsque celui-ci est épais mais aussi lorsque le contraste d'indice est marqué.

Le profil transverse de ces modes est une onde stationnaire qui se décompose en une fonction sinusoïdale dans le cœur et une fonction exponentielle décroissante dans la gaine. Cette atténuation exponentielle du champ dans la gaine diminue lorsque le contraste d'indice  $n_c^2 - n_g^2$  associé au confinement augmente. La figure 2-5 présente un exemple de profil de mode dans un guide d'onde asymétrique, c'est-à-dire avec deux gaines d'indice distinctes. Pour définir la répartition énergétique d'un mode guidé, on parlera de **pourcentage de recouvrement** dans les différentes couches. L'indice effectif dépend de ce pourcentage de recouvrement et de l'indice de réfraction des couches concernées.

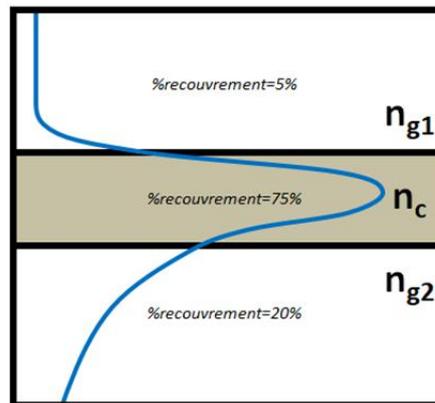


Figure 2-5 : Représentation du profil transverse d'un mode guidé permettant d'estimer sa répartition énergétique dans les différentes couches. La proportion de l'énergie du mode dans chaque couche est nommée pourcentage de recouvrement. Pour le guide d'onde représenté ici, la majorité de l'énergie est contenue dans le cœur de guide dont l'indice  $n_c$  est supérieur à celui des gaines. Le pourcentage de recouvrement est plus élevé dans la couche inférieure que dans la couche supérieure, ce qui témoigne que  $n_{g2} > n_{g1}$ .

Si la décroissance contenue dans la gaine ne correspond théoriquement pas à des pertes de propagation, elle est en pratique généralement associée à de la diffusion. En effet, un champ très peu confiné sera plus sensible à la rugosité des parois du guide ou à l'inhomogénéité des matériaux environnants, ce qui occasionnera des pertes par diffusion lors de la propagation.

### I-A-2 Pertes d'un guide d'onde

Les pertes d'un guide d'onde correspondent à l'atténuation de l'intensité lumineuse au cours de sa propagation dans le guide d'onde voire lors du couplage de la source. Ce paramètre, généralement exprimé en décibel par centimètre (DB/cm), est particulièrement important en optique guidée,

d'autant plus lorsqu'on souhaite augmenter la longueur des guides. On distingue trois phénomènes, dont les effets se cumulent, participant à l'atténuation de la lumière dans les guides :

- L'insertion : Les pertes d'insertion ou de couplage lors du raccord entre une source de lumière externe et le guide d'onde. Il existe différents moyens de se coupler dans un guide d'onde (par champ évanescent, par la tranche, par diffraction ou par sources secondaires) qui seront explicités dans le chapitre 4-V-A-1. Chacune des méthodes existantes engendre des pertes de couplage.
- L'absorption : Dans un guide d'onde de longueur  $L$  dont le coefficient d'absorption est  $\alpha$ , l'intensité d'un mode guidé contenue dans le guide ( $I_L$ ) est calculée relativement à l'intensité initialement injectée ( $I_0$ ) selon l'équation suivante :  $I_L = (I_0 e^{-\alpha L}) \times \%_{recouv-guide}$ . Chaque matériau étant recouvert par le mode guidé (cœur et gaines) peut absorber proportionnellement à son pourcentage de recouvrement. Les pertes d'intensité étant exponentielles, une très faible absorption peut-être à l'origine de pertes considérables et il est ainsi nécessaire de choisir des matériaux avec un coefficient d'absorption le plus proche de 0 pour la longueur d'onde utilisée.
- La diffusion : plusieurs phénomènes peuvent être à l'origine de pertes par diffusion comme des variations locales de l'indice de réfraction, des variations d'épaisseurs, une microrugosité ou encore des impuretés. Comme dit précédemment, ces défauts peuvent être dans le cœur du guide, à l'interface cœur/gaine voire dans la gaine. Dans ce dernier cas, ils auront d'autant plus d'influence que le pourcentage de recouvrement dans la gaine est élevé.

### I-A-3 Choix des matériaux

Le choix du guide d'onde repose sur le type de matériaux utilisé, selon son absorption, son uniformité et évidemment, son indice de réfraction. On distingue trois catégories :

- Les matériaux minéraux déposés sous vide par phase vapeur (PVD pour Physical Vapor Deposition) comme  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{ZrO}_2$  ou  $\text{TiO}_2$ . La technologie sous vide permet de former des matériaux denses en couche mince très performants pour le guidage optique. En effet, ces matériaux ont un indice de réfraction élevé (globalement supérieur à 2 dans la gamme visible ou proche IR), favorisant le guidage. De plus, la maîtrise des conditions de dépôts permet de réaliser des couches sans défauts et de minimiser les pertes par diffusion. La mise en oeuvre et la structuration de ces matériaux est généralement plus complexes que les suivants.
- Les résines photosensibles organiques ou hybrides comme la SU8 (MicroChemicals [69]), la K-NG (Kloé [70]) ou la résine ULIS (Essilor, [71]). Ces matériaux sont moins couramment utilisés pour la réalisation de guide optique de par leurs indices plus faibles (1,5 à 1,6 environ). En revanche les technologies de mise en oeuvre sont largement répandues et bien maîtrisées que cela soit par photolithographie ou en écriture directe par lithographie laser [72].
- Les matériaux obtenus par procédé sol-gel. Ce type de matériaux, synthétisés par « chimie douce » présente l'avantage d'avoir un indice de réfraction ajustable par les paramètres de synthèse. L'ajout d'un photo-initiateur dans la synthèse permet en outre de rendre ces matériaux photosensibles, facilitant ainsi la mise en oeuvre. Les indices de réfraction accessibles avec ces matériaux sont intermédiaires entre ceux des résines et des matériaux minéraux ( $1,5 \leq n \leq 2$ ) ; ils souffrent également plus facilement de défauts volumiques induisant des pertes par diffusion.

Le guidage de l'onde s'effectuant dans le matériau de plus haut indice, le choix final de celui-ci dépend des matériaux utilisés pour le gainage (substrat, ITO, cristaux liquides par exemple).

L'utilisation de cristaux liquides, dont l'indice extraordinaire est généralement supérieur à 1,7, impose un indice de réfraction pour le cœur de guide plus élevé. Les résines photosensibles ne répondant pas à ce critère, des matériaux issus de la technologie sous vide et de la chimie sol-gel seront exclusivement envisagés.

## I-B Extraction d'un guide d'onde

### I-B-1 Choix de la méthode d'extraction

On distingue trois principes physiques qui pourraient permettre d'extraire de la lumière d'un guide d'onde :

- La diffusion : si l'on dépose une particule voire un groupe de particules à la surface d'un guide d'onde, celles-ci sont capables de perturber le guidage de l'onde et ainsi d'entraîner des pertes par diffusion du mode guidé. Les pertes engendrées peuvent servir à extraire la lumière guidée à des endroits précis du guide.

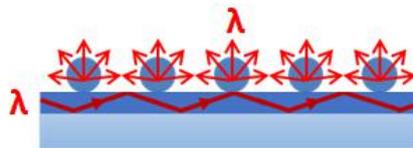


Figure 2-6 : Extraction par la diffusion par de nanoparticules.

- L'émission : l'utilisation de matériaux photoémissifs peut permettre de convertir la perte de lumière guidée en un nouveau signal grâce aux propriétés émissives du matériau utilisé. Ceci peut être considéré comme une amélioration du cas précédent et peut être sous forme de nanoparticules photoluminescentes par exemple.

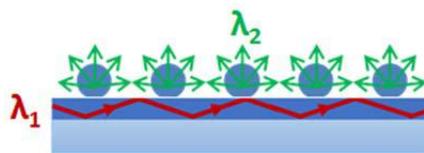


Figure 2-7 : Extraction par émission de nanoparticules photoluminescentes

- La diffraction : l'association d'un guide d'onde et d'une structure de diffraction permet de former des filtres à réseaux résonants ou GMRF (Guided Mode Resonance Filter). Ce type de structure, particulièrement performants pour la réalisation de filtres à bande étroite, peut également être utilisé en mode « coupleur » et servir pour l'insertion ou l'extraction de la lumière dans le guide. Ce principe présente l'avantage d'extraire la lumière directionnellement (I-B-2).

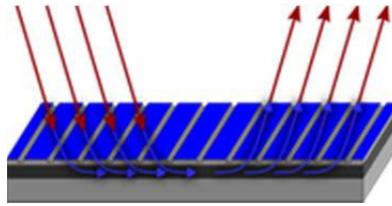


Figure 2-8 : Schématisation d'un GMRF, association d'un guide d'onde et d'un réseau de diffraction, permettant de coupler une lumière extérieure dans un guide d'onde ou d'extraire une onde guidée.

Le pas du réseau de diffraction doit être inférieur à la longueur d'onde adressée et des structures nanométriques seront nécessaires à l'extraction de lumière visible ou proche IR. Ces dimensions nanométriques entraînent des contraintes technologiques par rapport aux deux autres méthodes.

Cependant le contrôle de la direction d'extraction, consenti par la diffraction seulement, est primordial pour l'application visée. Il s'agit spécifiquement du type de coupleurs que Romain Laberdesque a étudié durant sa thèse [68] en développant notamment la compréhension de structures nommées CRIGF, association de miroir de Bragg et de GMRF [73].

Le choix pour ce travail s'est donc porté sur les réseaux sub-longueur d'onde pour leurs capacités à extraire directionnellement les ondes lumineuses d'une certaine fréquence confinée dans un guide d'onde. Ces structures présentent également l'avantage de ne pas diffracter la lumière visible extérieure et donc d'être transparentes.

Il sera alors nécessaire de démontrer la faisabilité des structures nanométriques à l'échelle d'un laboratoire comme à l'échelle industrielle. Le nombre de motifs nécessaires pour l'extraction d'un pixel et donc la taille minimale d'un extracteur devra également être estimé.

### I-B-2 Principe de l'extraction par un GMRF

Dans cette partie, on se propose de décrire le principe de l'extraction d'une onde guidée par un GMRF par analogie avec la diffraction d'un réseau de diffraction en transmission.

Si un motif diffractant est couramment décrit comme une fente, il est possible de le définir plus généralement comme l'association de deux matériaux d'indices de réfraction différents. Un réseau de diffraction, constitué par la répétition régulière d'un motif diffractant est alors défini comme une variation périodique de l'indice de réfraction. Les interférences entre les rayons issus des nombreux motifs successifs privilégient précisément certaines directions dans lesquelles l'énergie lumineuse est envoyée. On appelle ces différentes directions des ordres de diffraction, notés  $m$ , l'ordre 0 correspondant à la lumière transmise et les ordres supérieurs à la lumière diffractée. L'angle de diffraction des différents ordres  $m$  dépend essentiellement de la période du réseau, c'est-à-dire la distance entre deux motifs (figure 2-9, haut).

L'association d'un réseau de diffraction avec un guide d'onde permet de former un GMRF (Guided Mode Resonance Filter) [74]. À condition que le réseau soit suffisamment proche du guide d'onde pour participer au recouvrement du mode guidé, il peut y avoir interaction entre le mode et la structure. Ceci permet alors l'extraction du mode confiné dans le guide ou inversement, le couplage d'une onde extérieure, avec un angle d'interaction dépendant de la période du réseau et de l'indice effectif du mode guidé (figure 2-9, bas).

L'intensité de diffraction ou d'extraction (voire d'insertion) est proportionnelle à l'épaisseur de la structure ainsi qu'à la variation d'indice  $\Delta n$  entre les deux matériaux. Le nombre de période c'est-à-dire l'étendue du réseau de diffraction peut également accentuer l'intensité de diffraction.

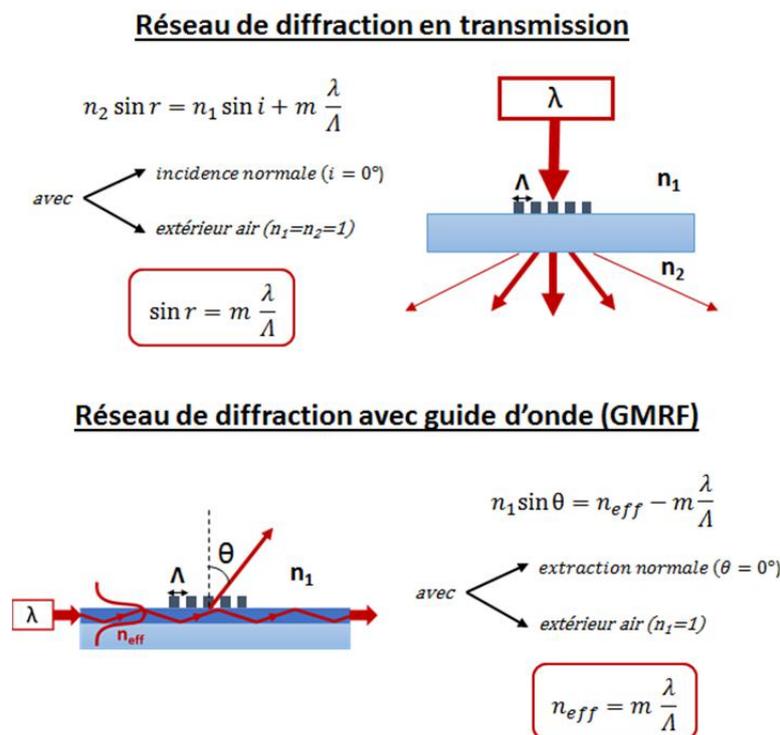


Figure 2-9 : Propriété de diffraction d'un réseau en transmission avec  $i$  l'angle d'incidence et  $r$  l'angle diffracté (en haut) ou associé à un guide d'onde pour former un GMRF (en bas). Les calculs concernant le GMRF s'appliquent aussi bien pour l'extraction que pour le couplage.

Dans les deux cas, l'angle de diffraction dépend du rapport entre la longueur d'onde ( $\lambda$ ) et la période ( $\Lambda$ ) ;  $\frac{\lambda}{\Lambda}$ . En considérant le premier ordre de diffraction ( $m=1$ ), une incidence ou une extraction normale ( $\theta=i=0^\circ$ ) et un environnement extérieur composé d'air ( $n_1=n_2=1$ ), les valeurs que peut prendre ce rapport pour satisfaire les équations diffèrent selon la configuration. Dans le cas d'un réseau de diffraction en transmission, le rapport  $\frac{\lambda}{\Lambda}$  doit être compris entre 0 et 1 alors qu'en optique guidé, il doit être égal à l'indice effectif, généralement compris entre 1,5 et 2.

Ainsi, dans les conditions définies, un réseau doit avoir une période supérieure à la longueur d'onde pour diffracter en transmission alors que le pas de la structure doit être 1,5 à 2 fois inférieur en optique guidée. Par exemple, avec  $\lambda=635\text{nm}$ , la période doit être comprise entre 0,8 et  $7\mu\text{m}$  pour avoir un angle de diffraction du premier ordre entre 5 et  $50^\circ$  avec une incidence normale. En revanche, pour extraire normalement un mode confiné dans un guide avec un indice effectif compris entre 1,5 et 2, la période du réseau doit être comprise entre 0,32 et  $0,42\mu\text{m}$ .

Si la réalisation de structure avec une résolution nanométrique nécessite une technologie adaptée, l'avantage est qu'un GMRF conçu pour extraire de la lumière visible ou proche IR ne diffractera pas les longueurs d'ondes du spectre visible provenant de l'extérieur.

Concernant les ordres supérieurs à 1, leurs angles d'extraction sont définis pour :

$$-1 < \sin(\theta_m) < 1$$

$$-1 < n_{eff} - m \frac{\lambda}{\Lambda} < 1$$

Or pour une extraction normale de l'ordre 1, on a :  $\sin(\theta_1) = n_{eff} - \frac{\lambda}{\Lambda} = 0$  soit  $n_{eff} = \frac{\lambda}{\Lambda}$

Ainsi, l'angle  $\theta_m$  est défini pour :

$$-1 < n_{eff} - m \times n_{eff} < 1$$

$$-\frac{1}{m} < n_{eff} < \frac{1}{m}$$

Les ordres supérieurs sont donc définis pour un indice effectif inférieur à 1. Les indices de réfraction des matériaux constituant la structure étant forcément supérieurs à 1, un seul ordre de diffraction ne peut être défini par le GMRF si l'ordre 1 est extrait normalement.

### I-B-3 Procédés de réalisation de réseaux de diffraction

Nous proposons de présenter brièvement deux technologies, disponibles en salle blanche du LAAS, permettant de réaliser des réseaux de diffraction sur surfaces isolantes et transparentes : la photolithographie au stepper et la lithographie par nano-impresion.

#### Photolithographie

Le principe général de la photolithographie est schématisé dans la figure 2-10. Une résine photosensible est déposée avant d'être insolée, généralement sous UV, puis révélée dans un solvant qui dépend du matériau utilisé. Deux recuits interviennent généralement dans le procédé, un recuit avant insolation (recuit SoftBake SB) et un autre après exposition UV (PEB, Post Exposure Bake).

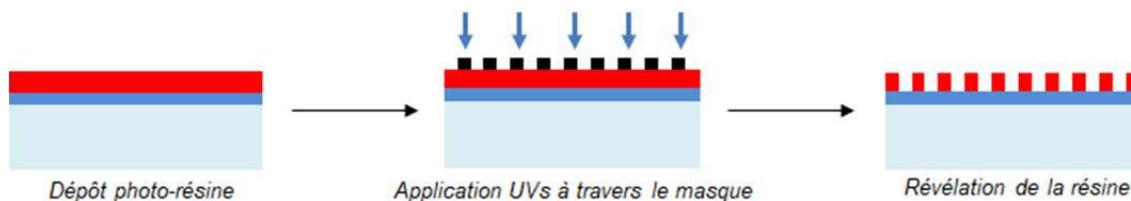


Figure 2-10 : Principe de la photolithographie.

On distingue deux grandes catégories de résine photosensible :

- les résines positives pour lesquelles les parties exposées à la lumière deviennent solubles au révélateur alors que la zone non insolée reste insoluble.
- les résines négatives qui, au contraire, polymérisent sous l'effet lumineux mais sont solubles dans le révélateur si non insolées.

Le stepper est un instrument industriel permettant d'insoler un champ d'environ 2x2cm et de le répéter sur une grande surface (stepper est en réalité une contraction de step and repeat). Contrairement au schéma présenté figure 2-10, le masque (ou réticule) sur lequel sont inscrits les structures à réaliser n'est pas au contact de l'échantillon. On appelle cela la photolithographie par projection, présenté en figure 2-11.

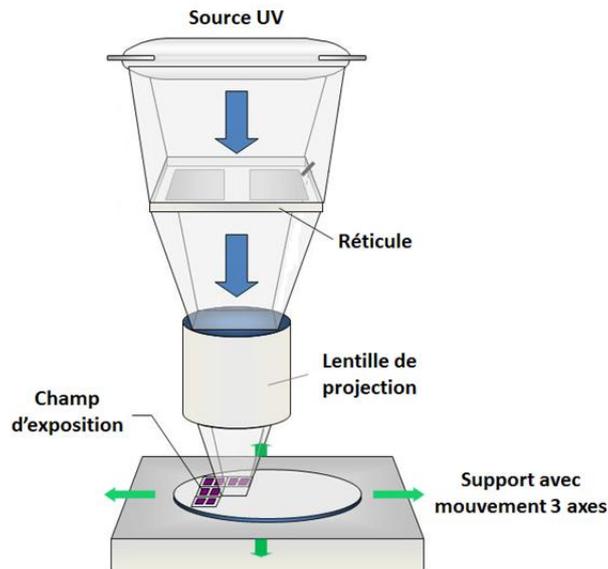


Figure 2-11 : Principe de la photolithographie par projection au stepper.

Une lentille de projection permet de focaliser la source UV éclairant le masque (ou réticule) sur le substrat à insoler. Les dimensions du masque sont donc plus grandes que celles imprimées sur l'échantillon, ce qui rend sa réalisation par lithographie laser plus aisée.

Les progrès réalisés dans divers domaines, tels que les optiques ou la résolution mécanique (déplacement des tables, planéité des supports) ont permis d'obtenir des résolutions d'environ 300nm avec une longueur d'onde incidente de 365nm produite par les lampes au mercure. Dernièrement, l'industrie des semi-conducteurs s'est déplacée vers l'utilisation de plus courtes longueurs d'onde avec des steppers qui utilisent des lasers krypton/fluorure (248nm) ou argon/fluorure (193nm) pour atteindre respectivement des résolutions de 110 ou 30nm. La résolution est donc limitée par la diffraction de la lumière d'insolation alors que le fait d'utiliser une image projetée restreint la profondeur de champ. Par photolithographie, les rapports de forme (résolution/épaisseur) peuvent cependant être largement supérieurs à 2.

Le stepper Canon 3000i4 disponible au LAAS, utilisant une lampe au mercure, permet d'obtenir une résolution d'environ 350nm, c'est-à-dire des périodes de 700nm. La profondeur de champ de cet instrument est de 2 $\mu$ m environ.

### **Nano-impression**

La lithographie par nano-impression consiste à reproduire des motifs nanométriques par moulage. On distingue deux types de procédé : l'embossage thermique [75] et l'impression assistée par rayons UVs [76]. Le premier utilise un matériau thermoplastique déformable à partir d'une certaine température, ce qui lui permet de prendre la forme du moule sous pression (figure 2-12, gauche). Pour le deuxième, le moule est pressé sur un prépolymère photosensible, dont la fluidité permet de faciliter le remplissage des cavités du moule. Ce prépolymère va ensuite durcir lors de la polymérisation sous UV à travers le moule transparent (figure 2-12, droite).

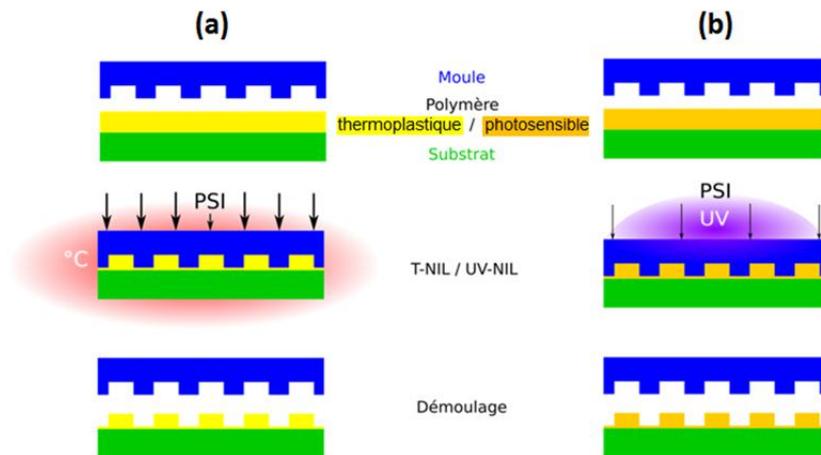


Figure 2-12 : Principe de la nano-impression lithographie thermique (à gauche) et assisté par rayons UVs (à droite).

La réalisation d'un moule par lithographie électronique (appelé moule mère) étant contraignante, ces deux procédés ont été combinés avec la fabrication d'un moule intermédiaire (appelé moule fille) thermiquement avant de transférer le motif sur l'échantillon [77]. Ceci permet de préserver le moule initial des impressions qui risquent de le salir et de l'endommager mais aussi d'augmenter le rendement de la technique. En effet, à partir d'un même moule mère, plusieurs moules filles peuvent être réalisés, eux même pouvant structurer plusieurs échantillons (figure 2-13).

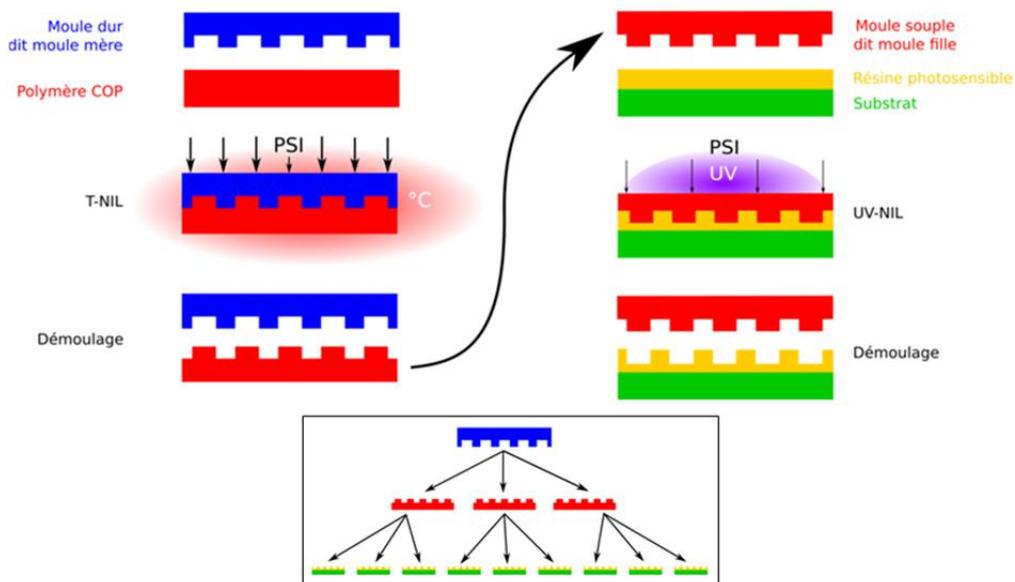


Figure 2-13 : Schéma de principe de lithographie par nano-impression utilisant un moule souple intermédiaire réalisé thermiquement avant structuration de l'échantillon par assistance UV. L'encadré situé en-dessous illustre le bénéfice de la fabrication d'un moule intermédiaire.

Au cours de cette thèse, nous utiliserons la Nanonex NX-2500 pour imprimer le motif d'un moule mère en silicium sur un film souple en ZEONORFILM® (Zeon Chemicals [78]) puis le transférer dans la résine NILUV préalablement déposée sur l'échantillon. La résine NILUV, développée en interne au LAAS, est basée sur la réticulation de monomères méthacrylates d'alkyle fonctionnels. Ce processus permet d'obtenir des résolutions inférieures à 100nm, c'est-à-dire des périodes de moins de 200nm avec une épaisseur du même ordre car la réalisation devient critique pour un facteur de forme supérieur à 1 [79].

### **Comparaison**

Ces deux technologies permettent de structurer une résine photosensible mais sont généralement utilisées comme étape intermédiaire avant la gravure d'un matériau sous-jacent. De nombreux procédés développés en salle blanche ont permis une certaine maîtrise de ces procédés même s'il sera nécessaire de les adapter aux contraintes imposées par le projet, résidant principalement dans l'utilisation d'un substrat transparent.

À l'échelle du laboratoire elles permettent d'obtenir de nombreux échantillons rapidement que ce soit avec le stepper où un motif peut être répété une centaine de fois sur un wafer 6'' ou avec la nano-impression grâce à l'utilisation de moules intermédiaires.

Industriellement, le stepper est déjà utilisé dans les lignes de production par les grands acteurs des semi-conducteurs comme Toshiba ou Canon. La nano-impression, qui est très prometteuse car elle permet d'obtenir des résolutions plus fines à moindre coût, est logiquement convoitée par ces mêmes industries [80] [81]. Cependant, aucune ligne de production à grande échelle n'utilise actuellement ce procédé de fabrication.

Le tableau 1 résume les limites de performance (au laboratoire) de chacune des technologies avec une indication sur leurs répétabilités à petite ou grande échelle.

	Résolution R	Rapport de forme	Répétabilité	Industriellement
Photolithographie	300nm	>2	OK	OK
Nano-impression	< 100nm	1,3	OK	En cours

Tableau 1 : Comparaison des performances (résolution, rapport de forme) de la photolithographie et de la nano-impression ainsi que de leurs adaptabilités à moyenne ou grande échelle.

## **I-C Contrôle de l'extraction**

### **I-C-1 Choix des cristaux liquides**

Le principe de diffraction est utilisé pour extraire la lumière du guide d'onde dans lequel elle est confinée. Il est donc nécessaire, dans le but de contrôler l'extraction, de pouvoir moduler la diffraction. Comme nous l'avons évoqué dans la partie I-B-2, l'efficacité de diffraction est essentiellement liée à une modulation périodique de l'indice de réfraction. Il est alors nécessaire de disposer d'un matériau dont on peut faire varier l'indice.

Les cristaux liquides nématiques sont des matériaux biréfringents avec un  $\Delta n$  de l'ordre de 0.2 selon la polarisation incidente. Cet écart d'indice est énorme comparé à d'autres matériaux dont la réfraction est modifiée optiquement, thermiquement voire électriquement : à titre de comparaison les photochromes ou les polymères disposent d'un  $\Delta n$  de l'ordre de  $10^{-2}$  [82] [83].

Les cristaux liquides, déjà utilisés dans le domaine de l'affichage, présentent l'avantage de réagir très rapidement à un champ électrique (vitesse de transition de l'ordre de la microseconde) avec une consommation limitée (réponse à un champ électrique de l'ordre du  $V/\mu m$ ). Surtout, c'est un matériau transparent dans le visible quel que soit son état [84], même si des défauts d'alignements des molécules peuvent engendrer de la diffusion.

De plus, il est possible de contrôler les cristaux liquides optiquement en les associant avec des molécules azobenzènes. Ce qui permet d'envisager un adressage tout optique.

### I-C-2 Description générale des cristaux liquides

Les cristaux liquides sont des substances qui ont des propriétés intermédiaires entre celles d'un liquide conventionnel et d'un solide cristallin. C'est une phase à part entière nommée « état mésomorphe de la matière » par George Friedel en 1922. Le fait d'être une forme intermédiaire permet aux cristaux liquides de combiner les propriétés des deux états. Ils peuvent en effet jouir de la fluidité propre aux liquides tout en ayant l'agencement ordonné des solides cristallins. Ils sont, pour la plupart, naturellement transparents.

La majeure partie des applications des cristaux liquides utilisent leurs propriétés optiques particulières. Comme certaines substances cristallines, les cristaux liquides sont biréfringents, c'est-à-dire que la lumière se propage à l'intérieur de manière anisotrope. Le fait d'obtenir cette propriété courante aux solides cristallins dans une phase liquide et malléable a permis le développement de nombreux systèmes d'affichage comme les écrans LCD (Chapitre1-II-A).

Il existe deux grandes familles de cristaux liquides, les cristaux liquides thermotropes dont la stabilité ne dépend que de la température et les cristaux liquides lyotropes pour lesquelles les paramètres d'état sont la température et la concentration. Ce sont les cristaux liquides thermotropes qui sont utilisés dans le cadre de notre projet comme pour les applications optiques précitées. Ils peuvent se trouver sous deux formes différentes ; les phases dites calamitiques prennent la forme de petits bâtonnets alors que les phases discoïdes ont une forme de disque formant des colonnes (figure 2-14a). Ces phases, aussi appelées colonnaires, ont été beaucoup moins étudiées que les autres étant donné leurs applications plus limitées. C'est pourquoi, nous nous intéresserons seulement aux phases calamitiques dont on distingue encore deux types : les cristaux liquides nématiques (figure 2-14b) qui sont uniquement ordonnés selon leurs orientations et les cristaux liquides smectiques (figure 2-14c) qui possèdent un ordre d'orientation et de position puis qu'ils sont disposés en couches. La phase nématique a donc une structure plus proche du liquide isotrope que la phase smectique qui se rapproche d'avantage du solide cristallin [85].

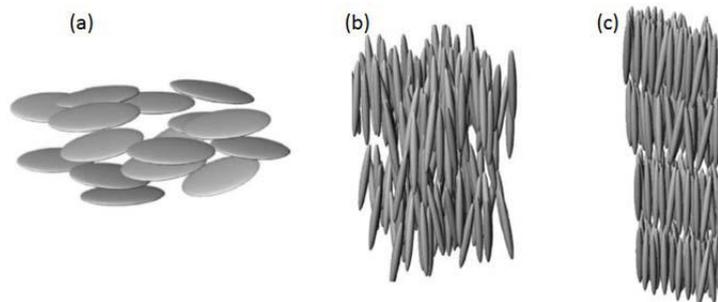


Figure 2-14 : Représentation entre les cristaux liquides discoïdes (a) et calamitiques pour lesquelles on distingue les cristaux liquides nématiques (b) et smectiques (c) [86].

Dans l'ensemble des travaux de thèse, nous utiliserons des cristaux liquides nématiques et toute utilisation du terme « cristaux liquides » désignera ce type de molécules. La phase nématique de tels matériaux est stable sur une certaine gamme de température séparée par des transitions bien distinctes entre la phase cristalline et la phase isotrope. Elle est donc caractérisée par un ordre d'orientation des molécules qui pointent toutes dans la même direction. Cette direction moyenne est appelée le directeur.

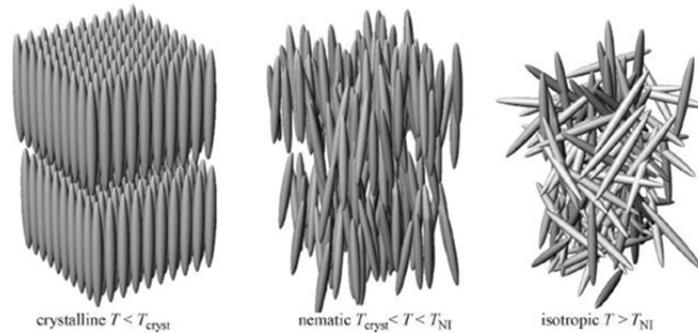


Figure 2-15 : Schématisation des trois phases d'un cristal liquide nématique [86].

Deux propriétés optiques primordiales légitiment leurs utilisations courantes dans l'affichage :

- Anisotropie optique : L'indice de réfraction des cristaux liquides est anisotrope. Ainsi, l'indice perçu par une onde lumineuse traversant le matériau varie selon sa direction de polarisation. Lorsque la polarisation est perpendiculaire au directeur des cristaux liquides, on parle d'indice ordinaire ( $n_o$ , indice faible) alors que pour une polarisation parallèle aux molécules, l'indice est dit extraordinaire ( $n_e$ , indice élevé). Pour une direction de polarisation intermédiaire, l'indice de réfraction est une composante de ces deux indices. La biréfringence, quantifiée par  $\Delta n = n_e - n_o$ , est toujours positive et prend des valeurs comprises entre 0,1 et 0,4 selon le type de molécule, ce qui est très élevé par rapport à des cristaux anisotropes comme le quartz par exemple, pour lequel la biréfringence ne vaut que 0,01.
- Anisotropie diélectrique : De la même manière, la permittivité dépend de l'orientation des molécules.  $\epsilon_{\parallel}$  et  $\epsilon_{\perp}$  définissent respectivement la permittivité parallèle et perpendiculaire du cristal liquide selon l'orientation par rapport au directeur des cristaux liquides. La permittivité diélectrique, exprimée par  $\Delta\epsilon = \epsilon_{\parallel} - \epsilon_{\perp}$  peut être négative ou positive. Dans le dernier cas, qui est le plus fréquent, les molécules vont s'orienter parallèlement au champ électrique lors de l'application d'une différence de potentiel. Sinon, les cristaux liquides s'orientent perpendiculairement au champ électrique. Par la suite, nous considérerons des cristaux liquides avec une anisotropie diélectrique positive lorsque ce n'est pas précisé.

En combinant ces deux propriétés, il est possible de moduler l'indice de réfraction des cristaux liquides par l'application d'un champ électrique. Pour cela, il est nécessaire de contrôler leur orientation en l'absence de champ électrique grâce au traitement des surfaces environnantes [87].

Les deux méthodes les plus courantes sont le dépôt d'une couche de polymère brossé (typiquement du polyimide) ou la micro-structuration de surface. Ces techniques induisent un alignement du directeur des molécules parallèlement au sens de brossage ou aux sillons formés. Ces surfaces, appelées couches d'alignement, fournissent une énergie d'ancrage aux molécules. Cette énergie dépend du type de polymère, de brossage ou de sillons formés. On notera qu'un certain angle apparaît entre le plan de la surface et l'alignement des molécules. Cet angle, appelé angle de pré-tilt, dépend également de la nature de la couche d'alignement et ne dépasse généralement pas les  $10^\circ$  [88].

Afin de contenir les molécules entre deux surfaces, des cellules à cristaux liquides sont réalisées. Une cellule est constituée de deux plaques de verre recouvertes d'ITO permettant d'appliquer un champ électrique et d'une couche d'alignement. Les deux faces sont assemblées par une colle dans laquelle sont dispersés des spacers permettant de contrôler l'épaisseur de la cellule (figure 2-16).

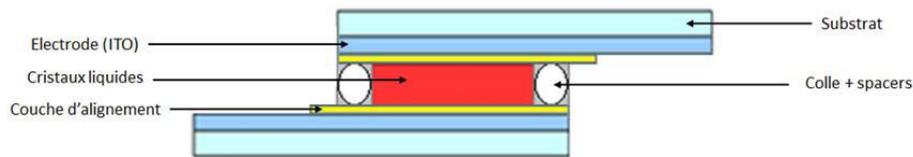


Figure 2-16 : Schématisation d'une cellule à cristal liquide. Les dimensions respectives de chacune des couches ne sont pas respectées sur ce type de schéma pour des facilités de visualisation.

L'alignement général des cristaux liquides dans l'ensemble de la cellule dépend de la direction imposée par les deux couches. Si ces directions sont parallèles, l'alignement est planaire. Afin de prendre en compte l'angle de pré-tilt, il est nécessaire d'opposer le sens d'alignement, on dit que les couches d'alignement sont antiparallèles. Pour des directions perpendiculaires, l'alignement est twisté. Une couche de cristal liquide en forme twistée permet de moduler localement la polarisation, c'est cette configuration qui est utilisée dans les écrans LCD. Lorsqu'un champ électrique est appliqué entre les deux faces de la cellule, les cristaux liquides (avec  $\Delta\varepsilon > 0$ ) vont s'orienter de manière homéotrope, c'est-à-dire perpendiculairement à la surface (figure 2-17).

On notera qu'il est également possible d'induire un alignement homéotrope avec traitement de surface spécifique induisant un angle de pré-tilt de  $90^\circ$  [89] [90] ou encore d'appliquer un champ électrique dans une autre direction, voire d'utiliser des cristaux liquides avec  $\Delta\varepsilon < 0$ .

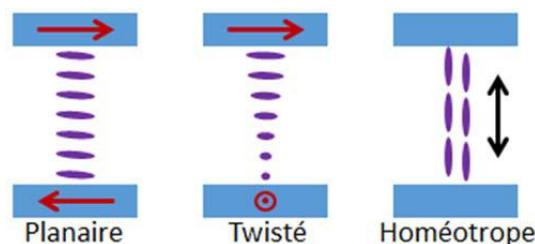


Figure 2-17 : Différents types d'alignement des cristaux liquides (bâtonnets violets). Les flèches rouges représentent le sens d'alignement et le champ électrique est représenté par une double flèche noire.

L'alignement homéotrope selon le champ électrique schématisé figure 2-17 est un cas idéal. En réalité, il y a une opposition entre l'ancrage imposé par la surface et l'alignement induit par le champ électrique. Près des surfaces, les cristaux liquides subissent un changement graduel d'orientation, et au-delà d'un certain seuil le champ électrique prime sur l'énergie d'ancrage. Le passage d'un état aligné à un état déformé a été étudié pour la première fois par V. Fréedericksz et est donc appelée transition de Fréedericksz [91]. La figure 2-18 présente les trois géométries de base.

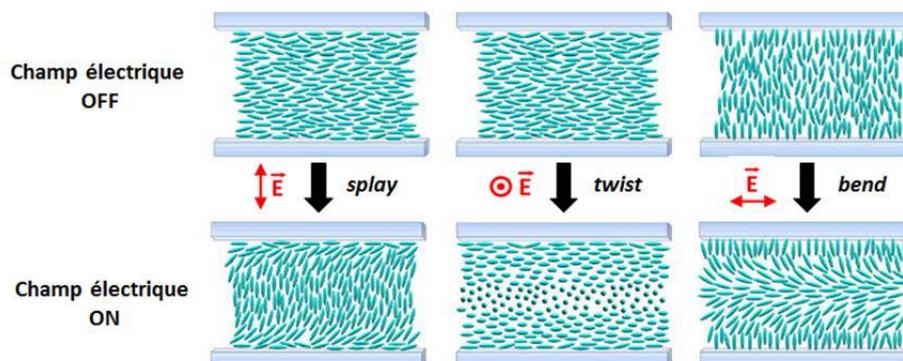


Figure 2-18 : Schématisation des trois géométries de base pour une transition de Fréedericksz correspondant à des déformations « d'écartement » (splay, à gauche), en « torsion » (twist, au milieu) ou de « pliage » (bend, à droite). Les images du haut présentent l'état d'alignement initial sans tension et celles du bas avec application d'un champ électrique (dont la direction est indiquée en rouge) induisant l'état déformé.

**Dans ce manuscrit, nous nommerons « couche d'ancrage » l'épaisseur sur laquelle l'alignement est en transition entre la direction imposée par la surface et l'orientation induite par le champ électrique.** L'épaisseur de cette couche, qui dépend de l'énergie d'ancrage imposée par la couche d'alignement, est généralement comprise entre 0 et 200nm [92] [93] [94].

Au cours des différentes caractérisations de cette thèse, les cristaux liquides seront soumis à un champ électrique grâce à l'application d'une tension alternative sous la forme d'un signal carré oscillant entre  $-U$  et  $U$ . La tension  $U$ , exprimée en volts, sera indiquée.

La combinaison de cristaux liquides nématiques avec des molécules azobenzènes permet de pouvoir contrôler l'orientation des cristaux liquides optiquement. Les azobenzènes, lorsqu'ils sont dispersés dans les cristaux liquides, permettent de passer optiquement d'une phase nématique à une phase isotrope. Aussi, l'ancrage induit par les molécules azobenzènes déposées en surface peut être contrôlée par une lumière polarisée. Les cristaux liquides photo-commutables seront décrits de manière plus détaillée dans le chapitre 5-II-A [95].

## **II Cristaux liquides et diffraction : état de l'art**

Dès les années 70, les propriétés singulières des cristaux liquides ont suscité un grand nombre d'études, particulièrement dans le domaine de l'affichage et la production d'écran LCD (Chapitre 1-II-A-1). Plus récemment, leur association avec des structures photoniques a permis d'envisager la réalisation de composants actifs [96] [97]. La possibilité de former des réseaux de diffraction modulables a notamment suscité un regain d'intérêt étant donné les nombreux débouchés d'un tel dispositif: modulateur optique [98], laser accordable [99], multiplexage en longueur d'onde [100], microscopie à fluorescence [101], système de communication à fibre optiques [102], directeur de faisceaux lasers [103] ou encore suivi de l'œil pour les écrans de réalité virtuelle [104] [105].

Différentes utilisations des cristaux liquides permettant de réaliser un réseau de diffraction accordable sont ainsi décrites dans la littérature.

### **II-A Réseau de diffraction formé par les cristaux liquides**

#### **II-A-1 Utilisation d'électrodes interdigitées**

Une première approche développée dans les années 90 utilise un réseau d'électrodes interdigitées pour appliquer un champ électrique sur des cristaux liquides. Cette technologie nommée IPS (In-Plane Switching) se différencie de la technologie conventionnelle (avec deux électrodes planes sur chacune des faces de la cellule décrite partie I-C-2) car le champ électrique est appliqué depuis une face seulement. La configuration des électrodes, schématisée figure 2-19, induit un champ inhomogène dans l'ensemble de la cellule. Il sera en effet vertical au centre des électrodes et horizontal au centre des zones libres, entraînant un alignement périodique des cristaux liquides.

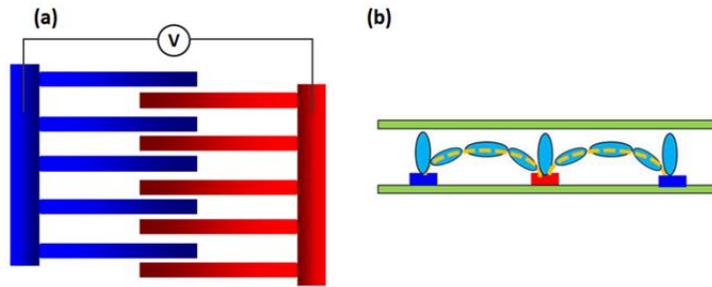


Figure 2-19 : Schématisation d'électrodes interdigitées (a) et de l'alignement des cristaux liquides induit par le champ électrique dans une IPS (b).

R.G. Lindquist est un des premiers à utiliser cette technologie pour mesurer la diffraction des cristaux liquides lors de l'application d'une tension [106]. L'alignement initial imposé par les surfaces est homéotrope et homogène et donc non-diffractant. Lors de l'application d'une tension, un réseau de diffraction est formé par des lignes de « désinclinaison » régulières entre les zones avec ou sans électrodes. L'épaisseur de la cellule est de 4µm et la période du réseau d'électrodes est de 8µm (figure 2-20).

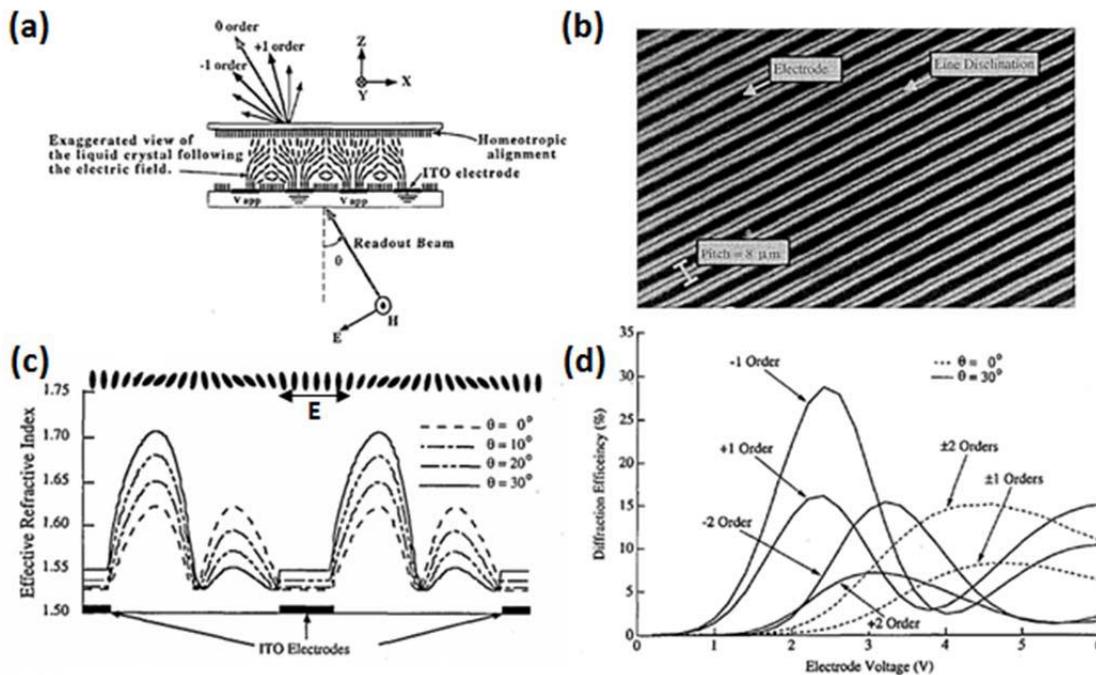


Figure 2-20 : Schématisation de la déformation de l'alignement homéotrope par l'application d'une tension avec des électrodes interdigitées (a), photographie de la structure entre polariseurs croisés permettant d'observer les lignes de désinclinaison (b), calcul de l'indice de réfraction des cristaux liquides selon leur position et l'angle incident (c), caractérisation expérimentale des deux premiers ordres de diffraction selon la tension appliquée et l'angle d'incidence (d) [106].

L'efficacité de diffraction ( $\% = \frac{I_{\text{diffractée}}}{I_{\text{incident}}} \times 100$ ) maximal obtenu est de 5 à 30% et varie selon l'angle incident ou l'ordre de diffraction. Si la période du réseau formé par les cristaux liquides est la même que celle du réseau d'électrodes, le profil formé par les cristaux liquide varie selon la tension appliquée et l'angle incident. Selon la symétrie de ce profil, la répartition de la diffraction dans les différents ordres évolue.

Depuis, les études sur le sujet se sont multipliées. En 2001, Fujieda publie des résultats comparant la répartition de l'intensité des différents ordres selon la tension avec plus de précision et ajoute une

troisième électrode permettant de moduler la périodicité du réseau formé [107]. Il l'associe ensuite avec un guide d'onde multimode (en pratique, la plaque de verre supérieure de la cellule avec un indice d'1,75) et mesure une modulation de l'intensité transmise dans ce guide, une partie ayant été diffractée par le réseau formé [108]. La période du réseau d'électrode a été réduite à 6 et 4 $\mu\text{m}$  en 2012 par Fan [109] et 2017 par Chen [110] pour des efficacités de diffraction équivalentes (entre 20 et 30%).

Le principe a également été validé avec d'autres matériaux à base de cristal liquide. En 2004, Drevensek-Olenik utilise des cristaux liquides dispersés dans du polymère (PDLC, voir II-A-3) avec une période des électrodes de 50 $\mu\text{m}$  [111]. En 2011, Yan travaille avec des phases bleues (BPLC pour Blue Phase Liquid Crystal, type très particulier de cristal liquide) associées à une période de 20 $\mu\text{m}$  [112] puis, en 2016, Gao tire parti de phases bleues stabilisées dans un polymère (PS-BPLC, Polymer stabilized Blue Phase Liquid Crystal) avec une période de 20 $\mu\text{m}$  à 40 $\mu\text{m}$  [113]. Les efficacités de diffraction du premier ordre avec une incidence normale sont toujours d'environ 30%.

L'utilisation d'électrodes interdigitées s'avère efficace car elle permet de passer d'un état OFF sans tension à un état diffractant lorsqu'une tension est appliquée entre les deux électrodes.

La principale limitation de cette méthode réside pour le moment dans la période du réseau de diffraction formé. Sûrement par limitation technologiques, les électrodes ont jusqu'alors été structurées avec des périodes ne descendant pas au-dessous de 4 $\mu\text{m}$ . Rien ne permet donc de savoir si le principe est toujours efficace pour former des réseaux sub-micrométriques.

## II-A-2 Cristaux liquides cholestériques

L'association de cristaux liquides nématiques avec un dopant chiral permet de former des cristaux liquides cholestériques (décrit partie I-C-2). L'asymétrie de la molécule chirale va induire une organisation hélicoïdale répétée dans toute l'épaisseur de la cellule. Le pas de l'hélice formée dépend du type de dopant chiral et de sa concentration.

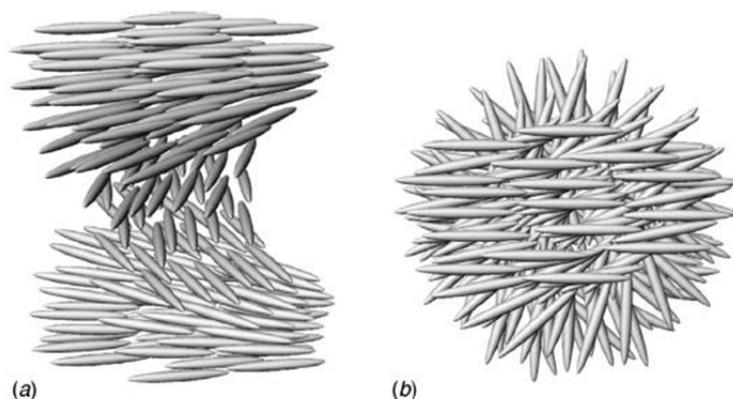


Figure 2-21 : Schématisation des cristaux liquides cholestériques vus perpendiculairement à l'axe de l'hélice et vus du dessus [86].

Lorsque le pas de l'hélice formé par les molécules est de l'ordre de la longueur d'onde, on observe une réflexion sélective d'une onde lumineuse se propageant le long de l'hélice. En revanche, si l'on observe des cristaux liquides cholestériques perpendiculairement à l'axe de l'hélice (figure 2-22a), la texture microscopique est très différente : les zones alternativement sombres et claires correspondent au changement continu de direction du directeur. Cette texture dite en « empreintes digitales » est présentée figure 2-22 (b et c)

Une onde lumineuse perpendiculaire à l'axe de l'hélice peut donc être diffractée par la modulation périodique de l'indice de réfraction le long de l'axe de l'hélice. De plus, lorsqu'un champ électrique est appliqué perpendiculairement à l'hélice, la structure hélicoïdale d'un cholestérique peut être déroulée et la période augmente.

C'est ainsi qu'en 1997, Subacius a pu mesurer une modulation de l'angle de diffraction et donc de la période en appliquant un champ électrique dans une cellule composée de cristaux liquides cholestériques avec un axe de l'hélice parallèle au plan de la cellule (figure 2-22a). La période paraît trop faible sans tension pour mesurer un angle diffracté mais, à partir d'1V, une diffraction de 18% est mesurée pour l'ordre 2 contre moins de 0,1% pour l'ordre 1 avec une période estimée à 2,4 $\mu\text{m}$ . En augmentant la tension, la période augmente, tout comme l'efficacité de diffraction de l'ordre 1 (figure 2-22d et e) [114] [115].

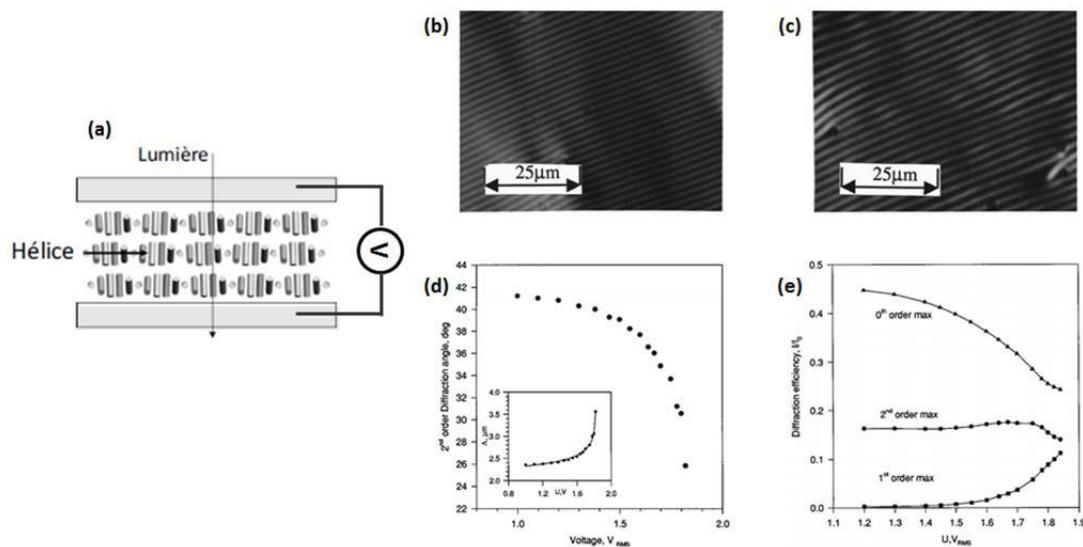


Figure 2-22 : Schématisation de la cellule composée de cristaux liquides cholestériques avec un axe de l'hélice parallèle au plan de la cellule (a). Observation au microscope de la phase cholestérique avec une tension appliquée dans la cellule de 1,1V (b) et 1,75V (c). Evolution de l'angle de diffraction et de la période du réseau avec la tension appliquée (d) et évolution de l'efficacité de diffraction avec la tension (e) [114].

En 2002, Wu étudie différentes couches d'alignement pour moduler l'angle de diffraction de plusieurs dizaines de degrés [116]. L'effet est ensuite étudié en deux dimensions par Senyuk en 2005 [117]. En 2011, Morris étudie l'effet de la tension avec des électrodes interdigitées pour atteindre une efficacité similaire [118]. L'utilisation de dopants photosensibles par Gvozdozsky en 2012 ou Ryachbun en 2015 a récemment permis d'obtenir réseau de diffraction avec une période [119] ou une orientation [120] photo-modulable. La diffraction est toujours mesurée sur des périodes supérieures à 2 $\mu\text{m}$ .

La période des cristaux liquides cholestérique est très sensible au champ électrique, ce qui est intéressant pour moduler l'angle de diffraction. Cependant, les périodes mesurées sont toujours bien supérieures au micromètre car l'efficacité de diffraction semble chuter pour des dimensions plus étroites.

### II-A-3 Cristaux liquides en matrice polymère

La formation de composites cristaux liquide/polymères nommés PDLC (Polymer Dispersed Liquid Crystal) est brevetée au début des années 1990 [121]. La dispersion de cristaux liquides dans des

monomères photo-polymérisables permet de former des films figés contenant des gouttes de cristaux liquides mobiles. La taille des gouttes dépend de nombreux paramètres comme la dose d'insolation.

Avec un montage holographique, il est possible de former un réseau 1D [122] ou 2D [123] alternant spatialement les plans contenant des cristaux liquides ou du polymère (figure 2-23). Un H-PDLC (Holographic PDLC) est alors formé.

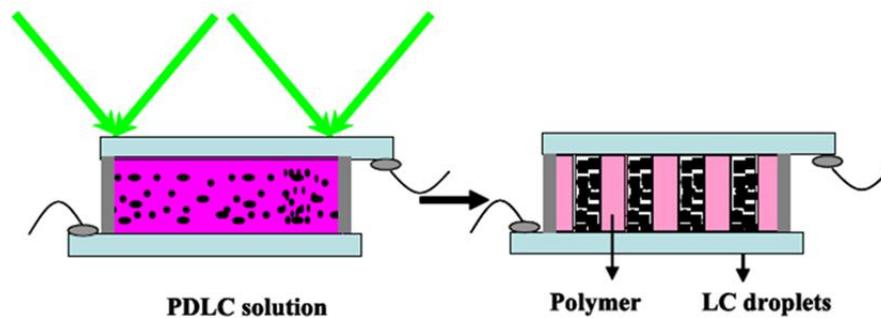


Figure 2-23 : Schématisation de l'insolation partielle de PDLC pour former un H-PDLC [124].

Le polymère est figé alors que les cristaux liquides sont encore mobiles. Il est alors possible de moduler l'intensité de diffraction du réseau formé sous l'action d'un champ électrique ou optiquement en associant les cristaux liquides avec des azobenzènes [125].

Cependant, ces structures sont généralement diffusantes car la séparation entre les deux matériaux ne se fait pas correctement [126]. Une nouvelle génération de H-PDLC, brevetée en 2007 [127], a permis d'obtenir des structures moins diffusantes en polymérisant l'échantillon à chaud. Les cristaux liquides en phase isotrope permettent une meilleure séparation des deux matériaux et un réseau de polymères et cristaux liquides pures nommés POLYCRIPS (POLYmer LIquid CRYstal POLYmer SLICE) est obtenu (figure 2-24). L'utilisation de phases bleues semble permettre d'optimiser la vitesse de commutation [128].

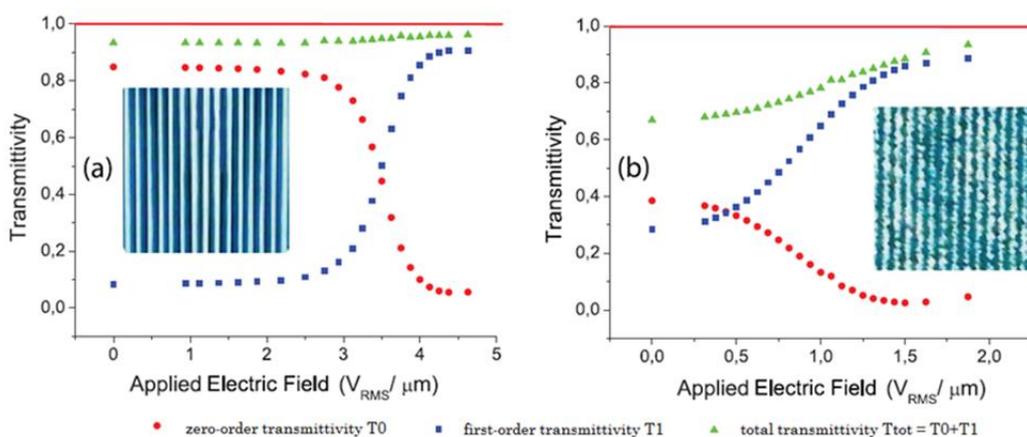


Figure 2-24 : Variation de la diffraction et de la transmission en fonction de la tension appliquée de POLYCRIPS (a) et H-PDLC (b). La morphologie de réseaux de  $1.5\mu\text{m}$  de période, observée sous polariseurs croisés, est présentée pour les deux structures [129].

Cette méthode qui permet de faire une ségrégation périodique de la partie polymère et de la partie CL est efficace pour activer ou désactiver électriquement un réseau de diffraction. Cependant, la période du réseau de diffraction formé paraît limitée et il semble compromis de réaliser des périodes sub-micrométriques [130].

### II-A-4 Alignement périodique des cristaux liquides

Lorsqu'aucun champ électrique n'est appliqué, l'alignement des cristaux liquides est imposé par les surfaces de la cellule entre lesquelles ils sont confinés. La réalisation d'une couche d'alignement périodiquement variable peut ainsi permettre de former un réseau de diffraction grâce à un alignement alterné des molécules de cristal liquide.

En 2002, Wen utilise une pointe AFM pour broser localement du polyimide et former un alignement alterné avec une période de 50 à 100 $\mu\text{m}$ . Après infiltration des cristaux liquides dans une cellule de 12,5 $\mu\text{m}$ , une diffraction de l'ordre 1 de presque 50% est mesurée [131].

L'utilisation d'une pointe AFM étant fastidieuse, l'idée est reprise en utilisant une couche d'alignement photosensible à base d'azobenzènes. En effet, l'orientation de ces molécules avec une lumière polarisée permet d'aligner optiquement les cristaux liquides. En associant ces molécules avec un polymère, il est possible de figer leurs orientations après polymérisation.

En 2006, Kaspoutine utilise un masque de 86 $\mu\text{m}$  de période pour orienter périodiquement une couche d'alignement composée d'une molécule azobenzène nommée Congo Red Dye dispersée dans un polymère (figure 2-25a). Après avoir intégré des cristaux liquides dans une cellule de 4 $\mu\text{m}$  d'épaisseur, il obtient un alignement alterné planaire/twisté (figure 2-25b). Il mesure alors l'extinction du premier ordre de diffraction lors de l'application d'une tension alignant les molécules en forme homéotrope et homogène (figure 2-25c). En observant au microscope la transition planaire/twisté, il estime qu'une période inférieure au micromètre ne permettrait pas d'obtenir un contraste d'indice suffisant pour avoir un état diffractant. En effet, l'influence des molécules sur les autres réduira l'effet de l'alignement sur des petits domaines [132]. En 2008, Kazac réalise un système similaire avec une période de 80 $\mu\text{m}$  et mesure jusqu'à 30% d'efficacité de diffraction pour l'ordre 1 [133].

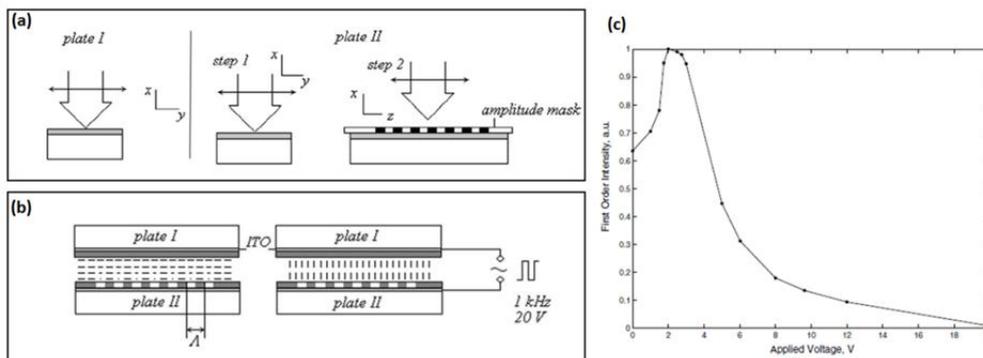


Figure 2-25 : Création d'une cellule à alignement planaire / twisté (a), schématisation de l'alignement des cristaux liquides avec ou sans tension (b) et caractérisation de la diffraction selon la tension (c) [132].

Ono compare en 2007 l'effet d'ancrage de deux polymères ; le PVCi (polyvinylcinnamate) et le PCLC (photocrosslinkable polymer LC). Il mesure une efficacité de diffraction de l'ordre 1 de 10 à 20% sur des périodes de 6 à 25 $\mu\text{m}$  pour le PCLC, ce qui est en accord avec ses simulations. En revanche, la force d'ancrage semble trop faible pour le PVCi et l'efficacité de diffraction n'est que de 0 à 10% pour des périodes similaires [134].

Plus récemment, une molécule azobenzène nommée SD1 est dispersée dans un polymère pour moduler l'alignement directement à travers un masque [135] ou avec un montage interférentiel [136]. La force d'ancrage de cette molécule semble plus importante mais chute considérablement pour des domaines sub-micrométriques [137]. En 2012, avec cette même molécule, Hu structure les couches d'alignement des deux faces de la cellule pour obtenir un alignement planaire

orthogonalement alterné. L'efficacité de diffraction est plus élevée et indépendante de la polarisation [138].

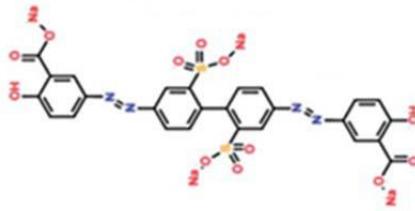


Figure 2-26 : Molécule de l'azobenzène nommé SD1 utilisée pour aligner les cristaux liquides

Lorsque cette molécule SD1 n'est pas dispersée dans un polymère, l'orientation qu'elle impose aux cristaux liquides est réinscriptible. En 2013, Sun module optiquement la diffraction de réseaux de 25 à 50µm de période en une centaine de millisecondes [139].

Cette méthode est intéressante pour moduler la diffraction d'un réseau à la fois optiquement et électriquement [140]. La molécule SD1 semble être la plus efficace actuellement, ce qui justifie son utilisation majoritaire ces cinq dernières années. Cependant, son énergie d'ancrage semble diminuer avec la période et l'efficacité de diffraction en est donc atténuée.

## II-A-5 Conclusion

Dans les quatre cas précédents, l'efficacité de diffraction d'une couche de cristal liquide utilisée comme réseau de diffraction semble chuter lorsqu'on atteint des structures inférieures au micromètre. Or, en optique guidée, et particulièrement pour adresser les longueurs d'onde proches du visible, il est nécessaire d'utiliser des structures avec des périodes sub-micrométriques. Une autre solution consiste à structurer un réseau figé que l'on associera avec des CL.

## II-B Modulation des propriétés d'un réseau figé

### II-B-1 Structures photoniques actives

Un GMRF, associant un réseau de diffraction avec un guide d'onde (I-B-2), est couramment utilisé comme un filtre sélectif en longueur d'onde. Si l'on mesure la transmission ou la réflexion d'un signal polychromatique sur ce type de dispositif, on observe, dans certaines conditions, une longueur d'onde filtrée ou pic de résonance. Il s'agit de l'onde couplée dans le guide.

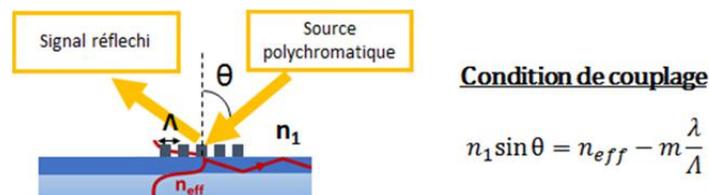


Figure 2-27 : Schématisation de l'interaction entre un signal polychromatique et un GMRF en réflexion et condition de couplage dans le guide d'onde pour filtration de la source.

La longueur d'onde couplée dépend de l'angle d'incidence, de la période et de l'indice effectif (figure 2-27). En supposant une période de réseau figée et un angle d'incidence donné, le pic de résonance dépend directement de l'indice effectif du mode guidé.

Au début des années 2000, plusieurs études proposent ainsi de moduler le pic de résonance d'un GMRF grâce à une gaine en cristal liquide. En effet, comme discuté partie I-A-1, l'indice effectif d'un mode guidé dépend principalement de l'indice du guide d'onde mais aussi de l'indice des gaines. L'application d'un champ électrique pour faire passer les cristaux liquides d'un état planaire à une orientation homéotrope permet de décaler le pic de filtration d'une vingtaine de nanomètres [141]. L'ajout d'un réseau d'alignement sur le réseau de diffraction par double nano-impression optimise l'alignement des cristaux liquides (figure 2-28) [142]. Avec un alignement initialement twisté, il est également possible de moduler la polarisation transmise [143].

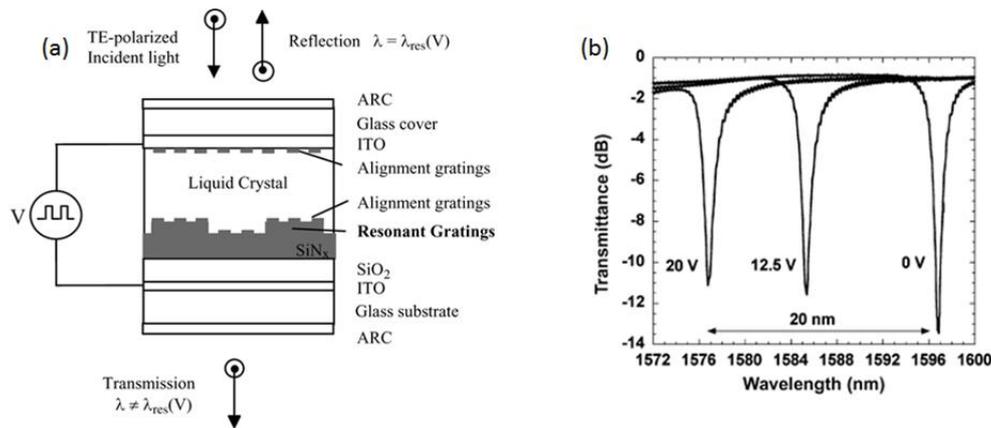


Figure 2-28 : Schématisation de la structure GMRF avec revêtement en cristal liquide ; la période du réseau résonnant est de  $1\mu\text{m}$  et celle du réseau d'alignement de  $200\text{nm}$  (a). Mesure de la transmission de la cellule à 0, 12,5 et 20V avec un décalage du pic de résonance (b) [142].

Ce principe a alors été utilisé pour moduler les propriétés de différents composants photoniques avec tout type de matériaux à base de cristaux liquides. Les réponses spectrales de méta-matériaux 2D sont ainsi étudiées avec le même principe [144] [145] ou avec des PDLC [146] [147], des phases bleues [148] voire des cristaux liquides azobenzènes [149].

### II-B-2 Cristaux liquides comme revêtement : simulation

Pour un angle d'incidence fixé, l'utilisation de cristaux liquides en tant que revêtement permet donc de moduler la longueur d'onde de couplage d'un GMRF. Dans le cadre de cette thèse, il pourrait être intéressant d'utiliser ce même principe dans l'autre sens, c'est-à-dire en fixant la longueur d'onde couplée dans le guide et en modulant l'angle d'extraction.

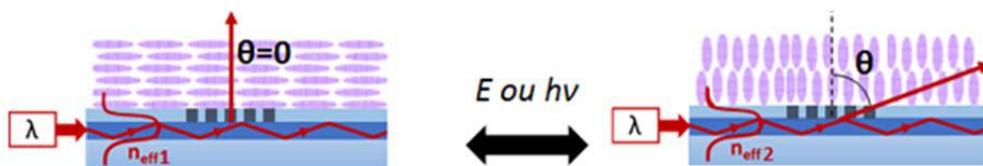


Figure 2-29 : Modulation de l'angle d'extraction avec des cristaux liquides comme revêtement.

Le but de l'étude menée étant d'activer ou de désactiver l'extraction d'un guide d'onde, l'intérêt est de passer d'un angle de diffraction normal ( $0^\circ$ ) à un état non diffractant. Aucun angle de diffraction n'est défini si l'équation suivante n'est pas vérifiée :

$$-1 < \sin \theta = n_{eff} - \frac{\lambda}{\Lambda} < 1$$

Des simulations ont permis d'évaluer cette possibilité en calculant l'angle d'extraction de guides d'ondes de différentes épaisseurs avec une gaine dont l'indice varie de 1,5 à 1,9 (il s'agit du  $\Delta n$

maximal proposé par les cristaux liquides, la norme étant 0,2). L'indice effectif du mode guidé, selon la structure considérée, est déterminés par un solveur de mode (*Toolbox Scilab 'Electromagnetics'*) développé dans l'équipe photonique (Olivier Gauthier Lafaye) avec le logiciel Scilab [150].

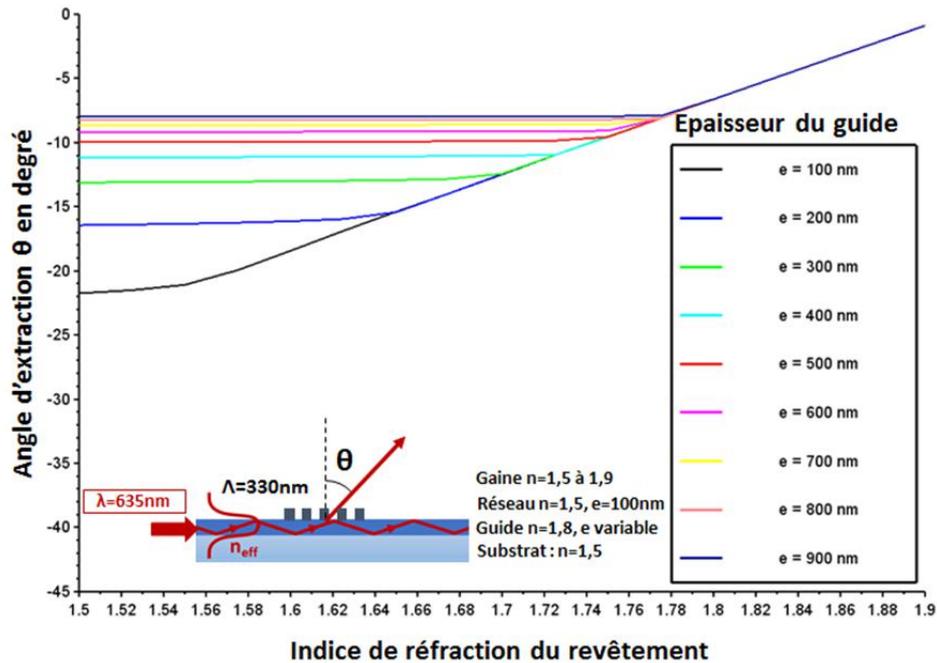


Figure 2-30 : Calcul de la modulation de l'angle d'extraction d'un guide d'onde par modulation de l'indice de réfraction de la gaine supérieure, nommée revêtement.

La modulation de l'angle de diffraction est plus importante quand le guide est fin car le confinement du mode guidé dans le cœur du guide est amoindri. Une plus grande part de son énergie est alors contenue dans le revêtement et son indice effectif est d'autant plus affecté par la modulation d'indice.

Cependant, même avec un guide fin, on constate que la variation d'angle est trop faible pour passer d'un état diffractant à un état non diffractant. On note en effet une modulation de moins de 25° pour un guide de 100nm d'épaisseur. L'objectif étant de moduler l'angle de 90° avec une variation d'indice d'environ 0,2, cette solution paraît difficilement viable pour le problème posé.

### II-B-3 Conclusion

La biréfringence des cristaux liquides est insuffisante pour passer d'un GMRF capable d'extraire de la lumière normalement à un GMRF inactif lorsque les molécules sont situées dans la gaine supérieure. Une modulation de l'indice du cœur de guide pourrait être plus efficace car l'indice effectif du mode guidé en dépend majoritairement. Plusieurs groupes de recherche se sont déjà penchés sur la possible utilisation d'un guide d'onde en cristal liquide mais les pertes de propagation par diffusion semblent beaucoup trop importantes. En 2011 par exemple, Cai mesure 22 à 47dB/cm de pertes de propagation dans un guide d'onde en cristal liquide nématique selon l'alignement des molécules [151].

Une autre approche a donc été envisagée : la modulation de l'intensité de diffraction grâce à la commutation des cristaux liquides imprégnés dans la structure de diffraction.

### III Réseau figé imprégné de cristaux liquides

L'imprégnation du réseau de diffraction par des cristaux liquides est finalement envisagée pour moduler l'écart d'indice du réseau et donc l'intensité de diffraction. En associant un cristal liquide (d'indice ordinaire  $n_o$  et extraordinaire  $n_e$ ) avec un réseau de diffraction d'un matériau d'indice  $n_r=n_o$  ou  $n_r=n_e$ , la modulation de l'indice des cristaux liquides pourrait permettre de passer d'un état diffractif à un état non diffractif en appliquant un champ électrique (ou lumineux lorsqu'ils sont associés à des azobenzènes). Un mode guidé confiné dans un guide d'onde pourrait ainsi être extrait ou non par le GMRF selon le  $\Delta n$  du réseau.

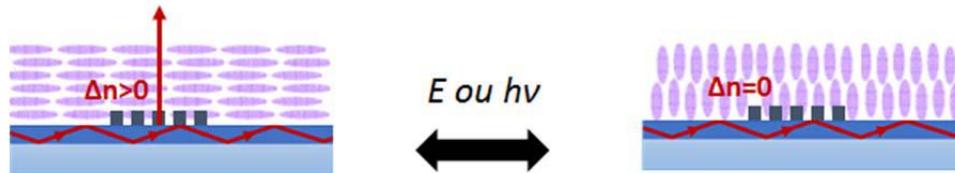


Figure 2-31 : Modulation de l'intensité de diffraction avec des cristaux liquides dans le réseau.

Si cette proposition paraît viable théoriquement le principe reste à être validé expérimentalement. En effet, comme indiqué dans la partie I-C-2, les propriétés biréfringentes des cristaux liquides nématiques peuvent être efficaces si les molécules sont bien alignées. Cet alignement, provoqué par des couches de polyimide brossé ou une structuration en sillons, est optimal dans des cellules planes de quelques microns d'épaisseurs mais qu'en est-il à l'intérieur d'une structure nanométrique ? De plus, la force d'ancrage provoquée par ces couches empêche une partie des molécules de s'aligner près des surfaces. Cela n'a pas d'importance pour des cellules épaisses, mais quel sera l'influence de cet ancrage pour un confinement sub-micrométrique ?

Ces questions sont très peu abordées dans la littérature. Si des cristaux liquides sont souvent associés à des structures micro voir nanométriques, l'intérêt est plus porté sur leurs effets en tant que gaine (voir partie II-B-1) que sur leurs mobilités à l'intérieur même des motifs. Dans un papier paru en 2012, des cristaux liquides nématiques sont associés avec un méta-matériau comportant des cuves de 500nm de large. L'alignement des cristaux liquides à l'intérieur est brièvement abordé et il est supposé homéotrope [152]. Récemment, un brevet de principe a été déposé sur ce sujet par David Fattal, à l'origine des écrans holographiques LEIA, et Gary Gibson de Hewlett Packard Enterprise [67]. Ce brevet de principe, datant de septembre 2016, n'était pas encore publié lorsque ces travaux ont débuté. S'il décrit précisément l'association d'un GMRF avec des cristaux liquides pour moduler l'extraction du guide d'onde en prenant différentes structures en exemple, il ne répond cependant pas aux questions expérimentales développées ci-dessus.

Afin de répondre à ces questions, une cellule avec un réseau de diffraction imprégné de cristaux liquides sera tout d'abord caractérisée en transmission (Chapitre 3). La validation et la compréhension du principe permettront ensuite de l'appliquer en optique guidée pour caractériser l'extraction d'un guide d'onde par un GMRF (Chapitre 4). Nous aborderons enfin la possibilité de moduler optiquement la diffraction (Chapitre 5).

# Chapitre 3

## Caractérisation de la diffraction transmise par un réseau imprégné de cristaux liquides

Dans les deux premiers chapitres, nous avons développé le contexte du projet s'inscrivant dans le cadre du développement de lunettes à réalité augmentée et mis en évidence la nécessité de réaliser des matrices actives transparentes (Chapitre 1). Pour cela, nous proposons de remplacer la commande électrique par une commande optique grâce à l'utilisation de guides d'onde dont la lumière est extraite par diffraction. Afin de contrôler l'extraction, nous proposons d'utiliser des cristaux liquides nématiques pour passer d'un état diffractif à un état non-diffractif (Chapitre 2).

Dans ce troisième chapitre, nous étudions la diffraction, en transmission, de réseaux imprégnés de cristaux liquides nématiques afin d'analyser le comportement des molécules dans une structure micrométrique. L'objectif de cette expérimentation est d'évaluer la capacité des cristaux liquides à moduler l'intensité de diffraction selon le principe résumé figure 3-1.

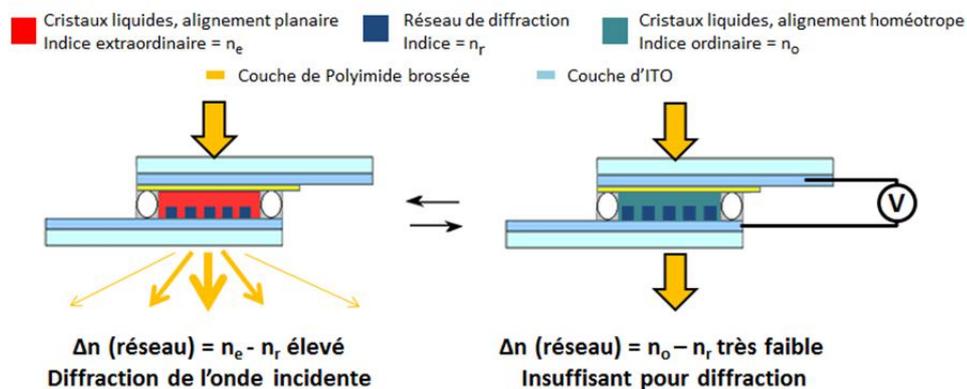


Figure 3-1 : Caractérisation en transmission de réseaux de diffraction imprégnés de cristaux liquides. L'application d'un champ électrique dans une cellule à cristal liquide permet théoriquement de passer d'un état diffractif à un état non diffractif. La réalisation d'une cellule à cristal liquide est détaillée partie IV-A.

L'association d'un réseau de diffraction (d'indice  $n_r$ ) et de cristaux liquides ( $n_o$ ,  $n_e$ ) dont on modifie l'orientation sous champ électrique pourrait permettre de passer d'un état diffractif à un état non diffractif. Il faut pour cela que l'indice du réseau de diffraction soit identique à l'un des deux indices du cristal liquide. La plupart des cristaux liquides ayant un indice ordinaire d'environ 1,5, nous nous baserons sur cette valeur pour le choix du matériau constituant le réseau de diffraction.

Nous chercherons à obtenir des informations sur l'alignement des cristaux liquides et leurs mobilités sous tension avec les problématiques suivantes :

- Comment les cristaux liquides s'alignent-ils à l'intérieur d'un réseau de diffraction micrométrique voir sub-micrométrique ?

Si la littérature est déjà riche quant à la capacité d'une micro-structuration à aligner les cristaux liquides dans l'ensemble d'une cellule [153] [154] [155] [156], il subsiste quelques doutes sur la qualité de cet alignement à l'intérieur même du réseau. Des défauts d'alignement à l'intérieur d'une structure pourraient en effet restreindre la capacité des molécules à agir sur ses propriétés.

- Est-il possible de faire commuter les cristaux liquides à l'intérieur de la structure pour modifier significativement la diffraction ?

Une faible tension (quelques volts) suffit à orienter de manière homéotrope des cristaux liquides nématiques entre deux surfaces planes. Cependant, le confinement des cristaux liquides entre les dents du réseau (flancs verticaux et surface horizontale) pourrait restreindre leur mouvement par effet d'ancrage.

En effet, lorsqu'une tension est appliquée dans une telle structure, les cristaux liquides sont soumis à deux forces dans des directions contraires : une orientation selon le champ électrique appliqué et une orientation imposée par les surfaces. Comme il l'a été évoqué dans le chapitre 2-I-C, cela peut induire un alignement graduel sur une certaine épaisseur que l'on nommera « couche d'ancrage ». L'épaisseur de cette couche d'alignement intermédiaire dépend de la nature des cristaux liquides et de la force d'ancrage imposée par la surface. On l'estime entre 0 et 200nm [94] [92] [93]. L'objectif des expérimentations décrites dans ce chapitre est d'estimer l'épaisseur de cette couche d'ancrage ainsi que de son évolution selon la tension appliquée.

- Jusqu'à quelle dimension du réseau (période, hauteur de dent) va-t-on pouvoir observer une modulation de la diffraction significative ?

Si la couche d'ancrage est négligeable par rapport aux dimensions du réseau, la diffraction peut être modulée par l'application d'un champ électrique. En revanche, avec une couche d'ancrage de même dimension que la période, voire que la hauteur de dent, l'application d'une tension pourrait avoir un effet réduit sur les propriétés de diffraction.

Avant de dévoiler le plan de ce chapitre, définissons les termes et conventions adaptés dans ce manuscrit pour la description des réseaux. La figure 3-2 résume les différentes dimensions utilisées jusqu'à la fin du manuscrit.

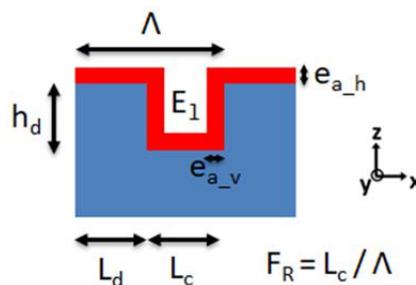


Figure 3-2 : Conventions utilisées pour la description d'un réseau de diffraction imprégné de cristaux liquides  
La période  $\Lambda$  correspond au motif élémentaire du réseau de diffraction.

La hauteur de dent  $h_d$  représente l'épaisseur de la structure.

L'épaisseur de la couche d'ancrage  $e_a$  correspond à l'épaisseur des cristaux liquides non-alignés en surface.

Seront éventuellement distinguées  $e_{a_h}$  et  $e_{a_v}$  comme les couches d'ancrage horizontales et verticales.

L'espace libre  $E_1$  représente l'espace dans lequel les cristaux liquides sont orientés selon le champ électrique.

*Le facteur de remplissage correspond au rapport largeur de creux sur période :  $Fr=Lc/\Lambda$ .  
Le repère cartésien  $(x,y,z)$  sera défini le long de ce manuscrit avec  $y$  parallèle aux réseaux,  $x$  perpendiculaire aux réseaux et  $z$  selon la hauteur de dent.*

Dans un premier temps, nous simulerons l'interaction entre une onde lumineuse et des structures de dimensions variées. Cela permettra d'estimer l'influence que peuvent avoir les cristaux liquides sur la diffraction selon les dimensions du réseau et l'épaisseur de la couche d'ancrage (Partie I).

Nous détaillerons alors le procédé mis en place pour réaliser des réseaux de diffraction micrométriques par photolithographie (Partie II) ou sub-micrométriques par nano-impression (Partie III). La préparation de cellules à cristaux liquides sera également évoquée et l'alignement des molécules étudié entre polariseurs croisés (Partie IV).

L'analyse expérimentale de la diffraction d'une lumière monochromatique traversant normalement les cellules réalisées permettra ensuite d'évaluer le comportement des cristaux liquides dans une structure micrométrique et leurs capacités à moduler la diffraction (Partie V).

Enfin, les cellules seront caractérisées de manière complémentaire avec une lumière blanche pour obtenir le spectre de diffraction sur toute la gamme visible à différents états de polarisation et de tension pour les comparer à des simulations (Partie VI).

## **I Simulation de la diffraction d'un réseau imprégné de cristaux liquides**

Avant de mettre en œuvre des structures à caractériser, la propagation électromagnétique d'une onde linéairement polarisée à travers une structure 2D a été simulée en utilisant un code basé sur la méthode RCWA (Rigorous Coupled-Wave Analysis) dont le principe est fondé sur la méthode modale de Fourier. Pour cela, nous avons utilisé l'implémentation S4 [157].

La répartition de l'énergie d'une onde électromagnétique ( $\lambda=635\text{nm}$ ) en différents ordres de diffraction lorsqu'elle interfère de manière normale au plan infini d'une surface structurée a été calculée.

On considèrera le cristal liquide nématique E7 (EM Industries Inc) qui sera utilisé pour les caractérisations et dont les indices de réfraction sont  $n_o=1,52$  et  $n_e=1,73$ .

Le but est dans un premier temps d'avoir une idée des variations théoriques de diffraction lorsqu'on passe de l'indice ordinaire à l'indice extraordinaire d'un cristal liquide nématique selon les dimensions de la structure concernée (I-A). L'ajout d'une couche d'ancrage dans la structure simulée permettra ensuite d'évaluer son influence sur la diffraction de réseaux de dimensions variés (I-B). Enfin, nous établirons un premier bilan sur les résultats de ces simulations et leurs limitations (I-C).

### **I-A Etude de la diffraction sans couches d'ancrage**

En supposant que les cristaux liquides s'alignent parfaitement à l'intérieur des réseaux, la diffraction d'un faisceau incident par une structure avec un indice de réfraction  $n_r=1,51$  imprégné de cristaux liquides a été simulée. Avec chacun des indices, on obtient un état diffractif avec écart d'indice de 0,22 et un état non-diffractif avec  $\Delta n=0,01$ . Le choix a été fait de laisser, dans un premier temps, un léger écart d'indice à l'état non diffractif afin d'anticiper une éventuelle incertitude sur les paramètres physiques, la diffraction théorique d'un réseau avec  $\Delta n=0$  étant totalement nulle.

Les résultats pour une période de 1,0µm (Fr=0,5) avec une hauteur de dent variable, sont présentés sur la figure 3-3.

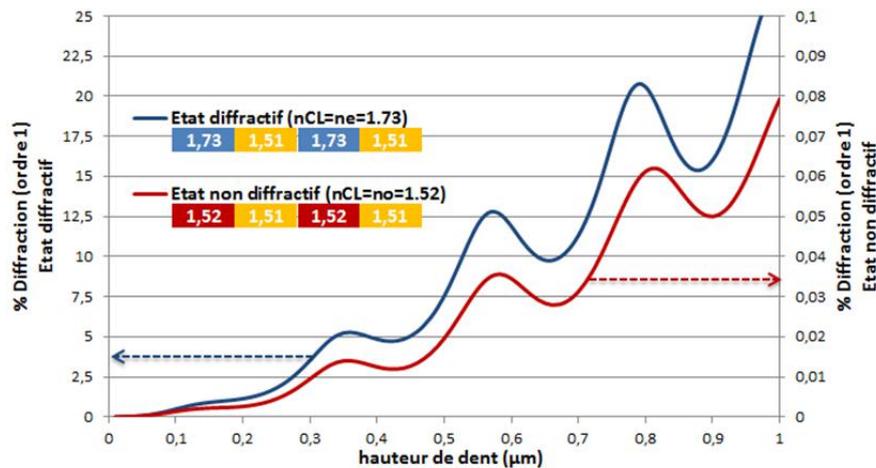


Figure 3-3 : Pourcentage de diffraction de l'ordre 1 (en ordonnée) en fonction de la hauteur de dent du réseau de diffraction (en abscisse). Comparaison de la diffraction d'un réseau d'indice 1,51 (Λ=1µm) imprégné d'un cristal liquide d'indice extraordinaire 1,73 (en bleu, ordonnée à gauche) et d'indice ordinaire 1,52 (en rouge, ordonnée à droite).

L'efficacité de de diffraction (nommé %diffraction) de l'ordre 1 correspond à l'intensité diffractée par l'ordre 1 normalisée par rapport à l'intensité incidente :

$$\%diffraction = \frac{I_{diffractée}}{I_0} \times 100 \quad (\text{avec } I_0=1 \text{ ici})$$

Les résultats observés sur cette figure nous imposent tout d'abord deux constats :

- La diffraction augmente considérablement avec la hauteur de dent quel que soit le Δn.
- Le passage d'un Δn=0,22 à un Δn=0,01 éteint considérablement la diffraction.

Le tableau 2 récapitule les résultats obtenus pour différentes hauteurs de dents entre 50 et 800nm. Pour chaque hauteur de dents, le rapport d'extinction est calculé de la manière suivante :

$$Taux \ d'extinction = \frac{\%diffraction(\Delta n=0,22) - \%diffraction(\Delta n=0,01)}{\%diffraction(\Delta n=0,22)}$$

La variation d'intensité du premier ordre de diffraction selon le Δn est calculée en considérant une source d'1mW :

$$Variation \ d'intensité = \frac{\%diffraction(\Delta n=0,22) - \%diffraction(\Delta n=0,01)}{100} \times I_0$$

Hd	50nm	100nm	200nm	400nm	600nm	800nm
%diffraction (Δn=0,22)	0,08%	0,49%	1,14%	4,84%	11,89%	20,58%
%diffraction (Δn=0,01)	0,0002%	0,0014%	0,0026%	0,0125%	0,0345%	0,0612%
Taux d'extinction	0,9975	0,9971	0,9977	0,9974	0,9971	0,9970
Variation pour I <sub>0</sub> =1mW	0,8µW	4,9µW	11,3µW	48,3µW	118,5µW	205,2µW

Tableau 2 : Résultats des simulations RCWA pour un réseau de diffraction de période  $1\mu\text{m}$  et une hauteur de dents variable avec un  $\Delta n$  de 0,01 ou 0,22.

Les résultats montrent que l'extinction est quasi similaire et supérieure à 99,7% quel que soit la hauteur de dent. Cependant, en caractérisant les réseaux de diffraction avec une source d'1mW ; on augmente considérablement la variation d'intensité diffractée passant de moins d'1 $\mu\text{W}$  pour  $h_d=50\text{nm}$  à plus de 200 $\mu\text{W}$  pour  $h_d=800\text{nm}$ . Afin de mesurer avec précision une modulation de la diffraction, nous préférons donc une hauteur de dent supérieure à 800nm.

## I-B Effet de la couche d'ancrage sur la diffraction

Afin de se rapprocher du réel comportement des cristaux liquides, une structure avec couche d'ancrage est codée (I-B-1). Nous considérerons maintenant un réseau de diffraction d'indice  $n_r=1,52$ , parfaitement adapté à l'indice ordinaire des cristaux liquides, dans le but d'étudier l'influence d'une couche d'ancrage sur une diffraction initialement nulle.

L'influence de cette couche d'ancrage a alors été étudié sur l'état diffractif ; quand  $\Delta n=0,21$  (I-B-2) ainsi que sur l'état non diffractif, quand  $\Delta n=0$  (I-B-3).

### I-B-1 Codage d'une couche d'ancrage

Lorsqu'une tension est appliquée dans le réseau impregné, les cristaux liquides sont soumis à deux forces dans des directions orthogonales : une orientation planaire imposée par les surfaces du réseau et une orientation homéotrope selon le champ électrique appliqué.

On peut alors estimer qu'une certaine épaisseur de cristal liquide, appelée couche d'ancrage, n'est pas correctement alignée selon le champ électrique en bord de réseau. En considérant un alignement planaire au bord des surfaces et homéotrope lorsqu'on s'en éloigne, nous simulerons cette couche comme un gradient d'indice entre  $n_o$  et  $n_e$ . Deux couches horizontales, au fond de la structure et sur les réseaux, ainsi que deux couches sur les parois verticales (chacune composée de 20 couches allant progressivement de 1,52 à 1,73 ou inversement) sont donc ajoutées à la structure.

La figure 3-4 représente différents profils d'indice, horizontaux à gauche et verticaux à droite, d'une même structure ( $n_r=1,52$ ) d'1,0 $\mu\text{m}$  de période ( $Fr=0,5$ ) et 0,8 $\mu\text{m}$  de hauteur de dent avec couches d'ancrage. L'exemple est donné pour  $n_{cl}=n_e$  dans l'espace libre et une couche d'ancrage de 100nm ( $e_{a_v}=e_{a_h}$ ) avec un indice dégressif tendant vers  $n_o$  à la surface.

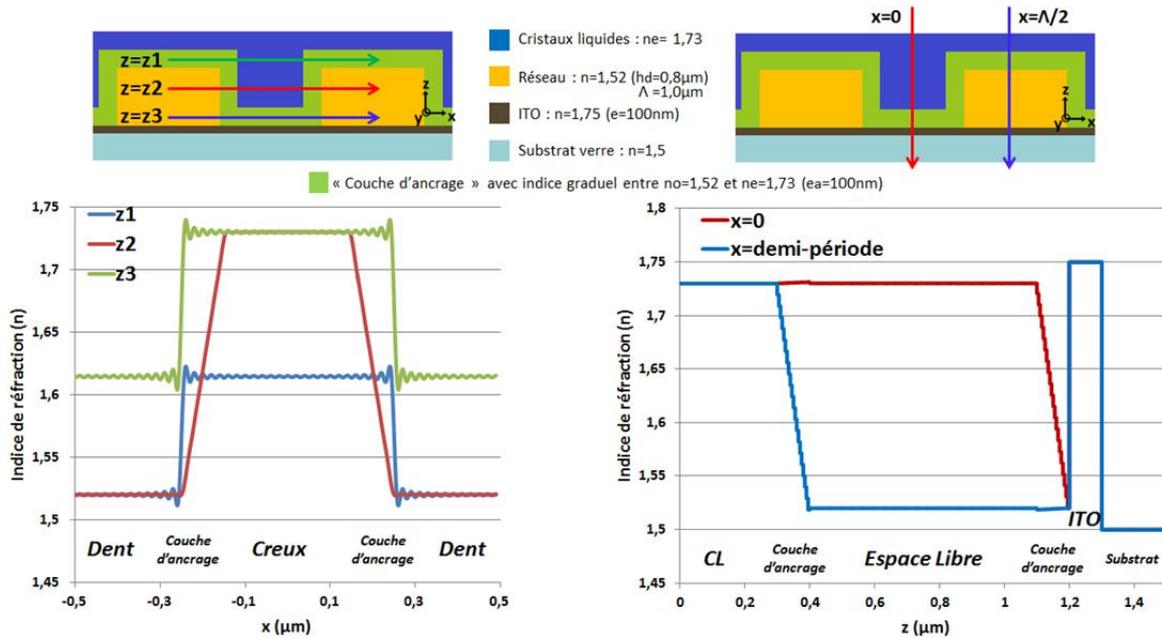


Figure 3-4 : Schématisation de la structure simulée avec coupes horizontales à gauche et coupes verticales à droite.

L'influence de cette couche d'ancrage sur les propriétés de diffraction va maintenant être étudiée en faisant varier les paramètres ( $\Lambda$ ,  $hd$ ,  $e_a$ ) et en considérant les deux états suivants :

- L'état non diffractif avec  $n_{CL} = n_o = 1,52$  pour  $n_r = 1,52$  et une couche d'ancrage avec un indice progressif tendant vers  $n_e$  à la surface de la structure (I-B-2).
- L'état diffractif avec  $n_{CL} = n_e = 1,73$  pour  $n_r = 1,52$  et une couche d'ancrage avec un indice dégressif tendant vers  $n_o$  à la surface du réseau comme sur la figure 3-4 (I-B-3).

Le facteur de remplissage sera toujours fixé à 0,5 lorsque ce n'est pas précisé.

### I-B-2 Influence de la couche d'ancrage sur l'état non diffractif

Considérons tout d'abord l'état non diffractif, c'est-à-dire avec  $n_{CL} = n_o = 1,52$  dans l'espace libre pour  $n_r = 1,52$ . La couche d'ancrage est donc constituée d'un indice graduel tendant vers  $n_e = 1,73$  à la surface. La figure 3-5 présente les résultats des simulations en faisant varier les différents paramètres. À gauche, la période est fixée à  $1,0\mu\text{m}$  avec une hauteur de dent entre 200 et  $1000\text{nm}$  (en abscisse) et une épaisseur de couche d'ancrage de 0 à  $200\text{nm}$  (en ordonnée). À droite, la hauteur de dent est fixée à  $800\text{nm}$  pour une période allant de  $0,8$  à  $5,0\mu\text{m}$  (en abscisse) et une épaisseur de couche d'ancrage de 0 à  $200\text{nm}$  (en ordonnée). L'échelle colorimétrique associée à ces figures représente le pourcentage de diffraction de l'ordre 1. Attention, afin de faciliter l'observation visuelle des résultats, l'échelle de couleur n'est pas la même pour les deux figures.

## Caractérisation en transmission

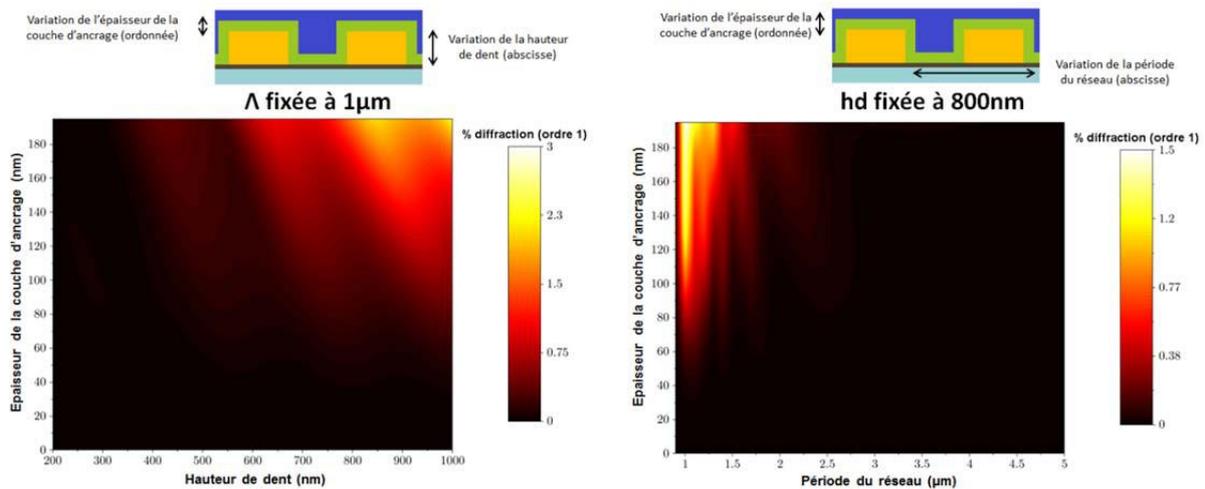


Figure 3-5 : Influence de l'épaisseur d'une couche d'ancrage de 0 à 200nm sur l'état non-diffractif ( $n_{cl}=n_o$ ) en considérant des structures de différentes dimensions. Variation de la hauteur de dent pour une période fixe de  $1\mu\text{m}$  (à gauche) ; variation de la période pour une hauteur de dent fixée à  $800\text{nm}$  (à droite).

Afin de faciliter l'étude de ces figures, certaines valeurs de diffraction sont inscrites dans le tableau 3.

	Période = $1,0\mu\text{m}$			$h_d = 800\text{nm}$		
	$h_d=300\text{nm}$	$h_d=600\text{nm}$	$h_d=900\text{nm}$	$\Lambda=1.5\mu\text{m}$	$\Lambda=3.0\mu\text{m}$	$\Lambda=4.5\mu\text{m}$
$e_a = 200\text{nm}$	0,042%	0,818%	1,837%	0.398%	0.025%	0.018%
$e_a = 150\text{nm}$	0,032%	0,245%	1,239%	0.282%	0.011%	0.008%
$e_a = 100\text{nm}$	0,017%	0,151%	0,418%	0.075%	0.008%	0.001%
$e_a = 50\text{nm}$	0,011%	0,047%	0,058%	0.003%	0.003%	0.0001%
$e_a = 0\text{nm}$	0%	0%	0%	0%	0%	0%

Tableau 3 : Pourcentage de diffraction obtenu par simulations RCWA pour des réseaux de diffraction de différentes dimensions avec une couche d'ancrage de 0 à 200nm.

L'ajout d'une couche d'ancrage crée de la diffraction et le pourcentage de diffraction engendré augmente globalement avec l'épaisseur de cette couche. L'effet est d'autant plus marquant lorsque la hauteur de dent du réseau est élevée et lorsque que la période est réduite. Ceci peut être facilement compréhensible grâce à la notion de surface spécifique.

La surface spécifique désigne le rapport entre la surface réelle d'un objet (par opposition à la surface apparente) et la quantité de matière de l'objet. Pour imaginer, on peut prétendre que la surface réelle correspond à la surface apparente « dépliée » (Figure 3-6).

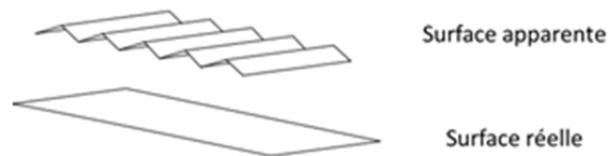


Figure 3-6 : Schématisation de la « surface apparente » et de la « surface réelle ».

Pour une hauteur de dent fixe, plus la période d'une structure est réduite, plus sa surface spécifique est élevée. De la même manière, l'épaisseur de la structure augmente la surface spécifique. Logiquement, lorsque la surface spécifique augmente, la proportion de la couche d'ancrage est plus élevée et la diffraction engendrée augmente.

Dans une configuration non diffractive, la présence d'une couche d'ancrage engendre de la diffraction. Alors que la diffraction est nulle sans couche d'ancrage, une valeur de 1% de diffraction est atteinte pour une couche d'ancrage supérieure à 100nm sur des périodes inférieures à 2 $\mu$ m et une hauteur de dent plus élevée que 700nm. Le pourcentage de diffraction engendré par la couche d'ancrage est d'autant plus élevé que la hauteur des dents augmente et que la période du réseau diminue. Ceci s'explique par l'extension de la surface spécifique du réseau et donc de la proportion de la couche d'ancrage.

### I-B-3 Influence de la couche d'ancrage sur l'état diffractif

On considère maintenant l'état diffractif, c'est-à-dire avec  $n_{ci}=n_e=1,73$  dans l'espace libre pour  $n_r=1,52$ . La couche d'ancrage est donc constituée d'un indice graduel tendant vers 1,52 à la surface. La figure 3-7 présente les résultats des simulations en faisant varier la dimension des structures. À gauche, la période est fixée à 1,0 $\mu$ m avec une hauteur de dent entre 200 et 1000nm (en abscisse) et une épaisseur de couche d'ancrage de 0 à 200nm (en ordonnée). À droite, la hauteur de dent est fixée à 800nm pour une période allant de 0,8 à 5,0 $\mu$ m (en abscisse) et une épaisseur de couche d'ancrage de 0 à 200nm (en ordonnée). L'échelle colorimétrique associée à ces figures représente le pourcentage de diffraction de l'ordre 1. Attention, afin de faciliter l'observation visuelle des résultats, l'échelle de couleur n'est pas la même pour les deux figures.

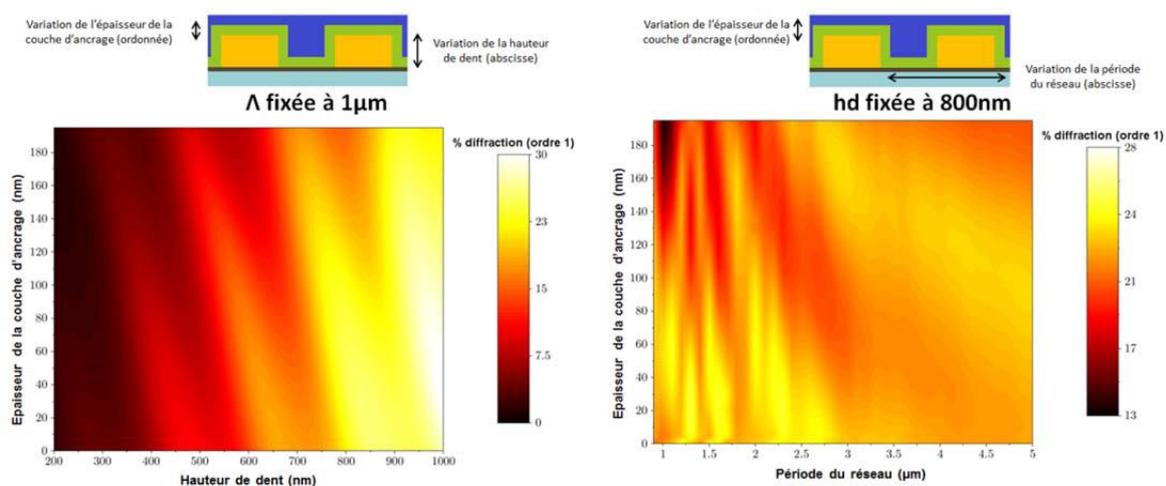


Figure 3-7 : Influence de l'épaisseur d'une couche d'ancrage de 0 à 200nm sur l'état diffractif ( $n_{ci}=n_e$ ) en considérant des structures de différentes dimensions. Variation de la hauteur de dent pour une période fixe de 1 $\mu$ m (à gauche) ; variation de la période pour une épaisseur fixée à 800nm (à droite).

Certaines valeurs numériques du pourcentage de diffraction selon la structure sont inscrites dans le tableau 4. Pour chacun des exemples, l'atténuation de la diffraction provoquée par une couche d'ancrage de 200nm ( $A_{0\_200}$ ) est calculée de la manière suivante :

$$A_{0\_200} = \frac{\%diffraction(e_a = 0nm) - \%diffraction(e_a = 200nm)}{\%diffraction(e_a = 0nm)}$$

	Période = 1.0 $\mu$ m			$h_d = 800nm$		
	hd=200nm	hd=500nm	hd=800nm	$\Lambda=1.5\mu$ m	$\Lambda=3.0\mu$ m	$\Lambda=4.5\mu$ m
$e_a = 200nm$	1,5%	8,8%	15,3%	17,7%	20,4%	21,7%
$e_a = 150nm$	1,7%	9,8%	18,2%	18,3%	21,3%	22,0%
$e_a = 100nm$	2,0%	8,5%	22,6%	19,4%	21,7%	22,6%
$e_a = 50nm$	2,4%	8,3%	24,5%	23,6%	23,1%	22,4%
$e_a = 0nm$	1,8%	11,0%	21,6%	24,1%	22,7%	22,1%
<b><math>A_{0\_200}</math></b>	<b>0,16</b>	<b>0,20</b>	<b>0,29</b>	<b>0,27</b>	<b>0,10</b>	<b>0,01</b>

Tableau 4 : Pourcentage de diffraction obtenu par simulations RCWA pour des réseaux de diffraction de différentes dimensions avec une couche d'ancrage de 0 à 200nm.

L'ajout d'une couche d'ancrage semble atténuer le premier ordre de diffraction d'un réseau. De manière générale, plus cette couche est épaisse, plus le pourcentage de diffraction diminue même si ça n'est pas linéaire. L'influence de la couche d'ancrage est d'autant plus significative que la surface spécifique est élevée.

Pour une hauteur de dent fixée à 800nm par exemple, une couche d'ancrage de 200nm peut atténuer la diffraction d'un réseau de 1 $\mu$ m de période de presque 30% contre seulement 1% pour une période de plus de 4 $\mu$ m. La couche d'ancrage est également plus influente lorsque le réseau est épais.

Pour le moment, nous avons limité l'étude à un facteur de remplissage de 0,5 pour lequel l'ordre 2 de diffraction est très faible. Dans la figure 3-8, l'influence de la couche d'ancrage d'une structure avec une hauteur de dent de 800nm et un pas de 1,0 $\mu$ m est calculée avec un facteur de remplissage variable. L'échelle colorimétrique représente le pourcentage de diffraction du premier ordre (à gauche) et du second ordre (à droite). L'échelle de couleur n'est pas la même pour les deux figures.

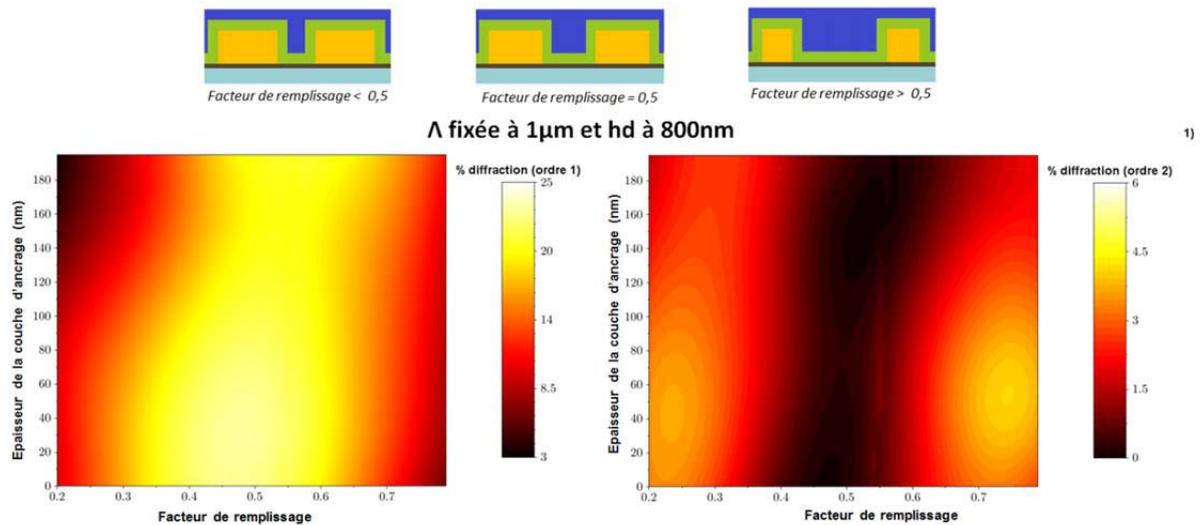


Figure 3-8 : Influence de l'épaisseur d'une couche d'ancrage de 0 à 200nm (en ordonnée) sur l'ordre 1 (à gauche) et 2 (à droite) de structures avec un facteur de remplissage variable (en abscisse) en considérant l'état diffractif ( $n_{CL}=n_o$ ). La période est fixée à  $1\mu m$  et la hauteur de dent à 800nm.

L'ordre 2 devient non négligeable avec un facteur de remplissage différent de 0,5. Dans le but d'étudier l'ordre 2 de diffraction et ainsi d'avoir plus de points expérimentaux à analyser, il pourrait donc être intéressant de pouvoir réaliser et caractériser des structures avec un facteur de forme différent de 0,5.

## I-C Bilan

Au cours de cette première partie, nous avons montré que, si l'effet des cristaux liquides sur la diffraction est significatif, la présence d'une couche d'ancrage peut réduire la modulation de la diffraction. Une épaisseur de 100 à 200nm de molécules avec un alignement intermédiaire, entre l'état planaire initial et la forme homéotrope induite par le champ électrique, peut être à l'origine de 2% de diffraction pour un état non-diffractif ou réduire de 30% l'état diffractif.

L'effet de cette couche d'ancrage prend d'autant plus d'ampleur que la surface spécifique est élevée, c'est-à-dire lorsque la période est réduite ou pour une hauteur de dent importante. Ainsi, son influence est décuplée lorsque la période est de l'ordre du micromètre et lorsque la hauteur de dent est supérieure à 500nm.

Les résultats présentés ici prennent en compte une couche d'ancrage homogène, avec une même épaisseur pour sur les surfaces verticales et horizontales des dents. Or, on peut les distinguer autant sur leurs interactions avec la surface que sur leurs influences sur la diffraction.

D'une part, il s'agit de deux géométries de transition de Fréedericksz distinctes (décrites chapitre 1-I-C) : un écartement et une torsion (figure 3-9). De plus, la force d'ancrage induite par la surface est probablement différente selon qu'elle soit orientée verticalement ou horizontalement.

## Caractérisation en transmission

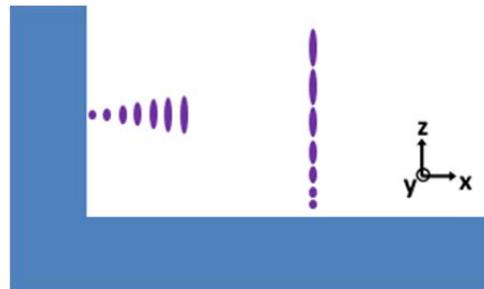


Figure 3-9 : Distinction entre une couche d'ancrage verticale pour laquelle les molécules s'alignent parallèlement à la surface (déformation en « torsion », à gauche) et une couche d'alignement horizontale avec des cristaux liquides s'alignant verticalement à la surface (déformation d'« écartement », à droite).

D'autre part, l'influence sur la diffraction de réseaux de différentes dimensions n'est pas la même en considérant les deux couches séparément. En effet, nous venons de conclure que la couche d'ancrage a plus d'influence sur les réseaux de faibles périodes avec des hauteurs de dents élevés mais pour être plus précis on peut stipuler que :

- La couche d'ancrage verticale, directement liée à la surface spécifique, a d'autant plus d'influence que la période du réseau est faible et la hauteur de dent élevée.

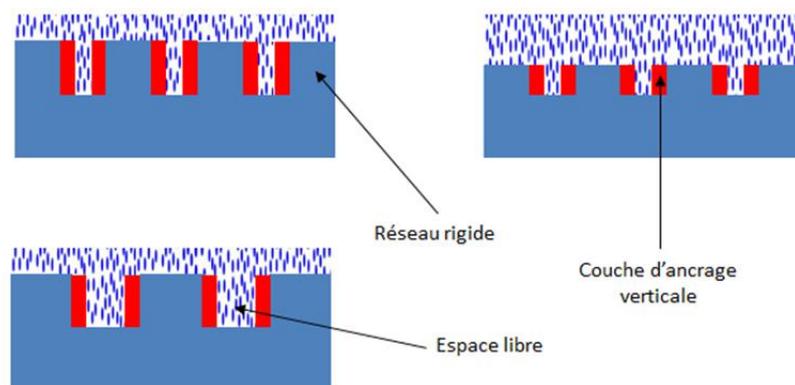


Figure 3-10 : Schématisation de l'influence de l'épaisseur de la couche d'accroche verticale sur la diffraction d'un réseau selon la période et la hauteur de dent.

- La couche d'ancrage horizontale a approximativement la même influence quelle que soit la hauteur de dent ou la période. En revanche, relativement à la diffraction maximale de la structure, elle a une influence plus importante pour des hauteurs de dents réduites.

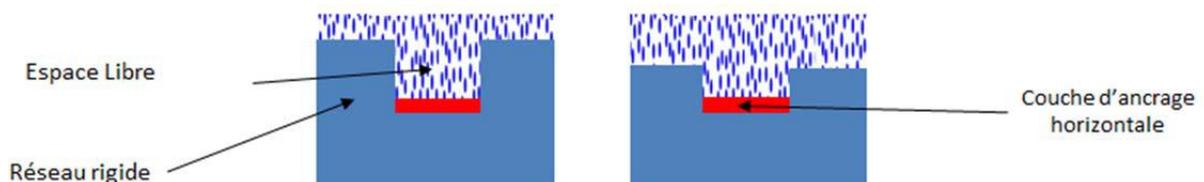


Figure 3-11 : Schématisation de l'influence de l'épaisseur de la couche d'accroche horizontale sur la diffraction relative selon la hauteur de dent.

Ces distinctions instinctives nous permettront de distinguer la proportion de l'une ou l'autre des couches avec les caractérisations de réseaux de dimensions variées.

## **II Développement de réseaux micrométriques par photolithographie**

Dans cette section, nous détaillerons le procédé de réalisation des réseaux de diffraction de différentes dimensions par photolithographie. Dans un premier temps, nous définirons les structures à réaliser pour justifier le choix de la technologie et des matériaux utilisés (I-A). Nous aborderons ensuite le développement du procédé pour former des réseaux de 1,5 à 5,0 $\mu\text{m}$  avec une hauteur de dent de 850nm sur verre (II-B). Finalement, nous exposerons ensuite l'adaptation des paramètres pour réduire la hauteur de dent des structures (II-C).

### **II-A Choix des matériaux et des structures à réaliser**

Les calculs préliminaires effectués nous ont donné une idée de la manière dont pourrait se comporter un réseau de diffraction imprégné de cristaux liquides. Il est maintenant possible de dimensionner les réseaux de diffraction permettant d'avoir un effet diffractif ON-OFF significatif et ainsi facile à caractériser.

Dans le but d'évaluer une éventuelle épaisseur de couche d'ancrage, il paraît nécessaire de moduler la surface spécifique des réseaux étudiés, c'est-à-dire la période ou la hauteur de dent.

- Avec une période de l'ordre du micromètre, une couche d'ancrage de 100 à 200nm a beaucoup d'effet sur la diffraction, ce qui n'est plus le cas pour un pas de 5 $\mu\text{m}$ . Nous choisirons donc d'étudier différentes périodes entre 1 et 5 $\mu\text{m}$  avec un facteur de remplissage variable (afin de pouvoir étudier l'ordre 2 de diffraction).
- Concernant la hauteur de dent, il est préférable d'obtenir un pourcentage de diffraction élevé et supérieur à 20% afin de pouvoir mesurer un signal de diffraction conséquent et ainsi, une éventuelle modulation avec la plus grande précision possible. Une hauteur de dent d'environ 850nm paraît pour cela satisfaisante.

Afin d'étudier l'influence de la hauteur de dent sur la diffraction d'un réseau imprégné de cristaux liquides, nous déciderons également de réaliser des structures avec une faible hauteur de dent ; de l'ordre de la centaine de nanomètres. Cela permettra de se rapprocher des dimensions utilisées en optique guidée mais aussi de comparer les résultats avec ceux obtenus pour les réseaux réalisés par nano-impression (partie III).

La technologie à adopter pour la réalisation de structures va être imposé par ces choix ( $\Lambda=1$  à 5 $\mu\text{m}$ ,  $h_d=100$  à 850nm). Les facteurs de forme souhaités, et notamment la hauteur de dent de 850nm, peuvent être obtenus le plus probablement par photolithographie. Le stepper Canon 3000i4, utilisé pour structurer des résines photosensibles avec une hauteur de dent pouvant aller jusqu'à plusieurs micromètres, semble parfaitement adapté pour réaliser ce type de structure (description chapitre 2-I-B-3).

La structuration de résine est généralement utilisée pour former un motif intermédiaire avant de le transférer, par gravure, dans un autre matériau. Pour faciliter le procédé et s'abstenir de l'étape de gravure, il est également possible d'utiliser directement les réseaux formés par la résine. Cependant les résines couramment utilisées comme l'ECl (résine positive, MicroChemicals) ou la SU8 (résine négative, MicroChemicals) ont un indice de réfraction trop élevée et/ou ne sont pas transparentes.

Nous choisissons donc d'utiliser une résine transparente développée par Essilor ; la résine ULIS. C'est une résine hybride qui associe un réseau organique à un réseau minéral pour offrir des propriétés physiques plus étendues. La composante organique de la résine ULIS (un époxyde à polymérisation cationique) et la composante inorganique (à base de silice dont la polymérisation est obtenue thermiquement par condensation) sont associées à un photo-sensibilisateur centré sur la longueur d'onde de la source du stepper : 365nm. Cette association permet d'obtenir une résine polymérisée possédant une bonne résistance mécanique et une inertie chimique aux solvants usuels. De plus, son indice de réfraction, mesuré par éllipsométrie, est très proche de l'indice ordinaire du cristal liquide E7 à 25°C [158], notamment autour de 630nm (figure 3-12). Le développement de cette résine fait l'objet d'un brevet [71].

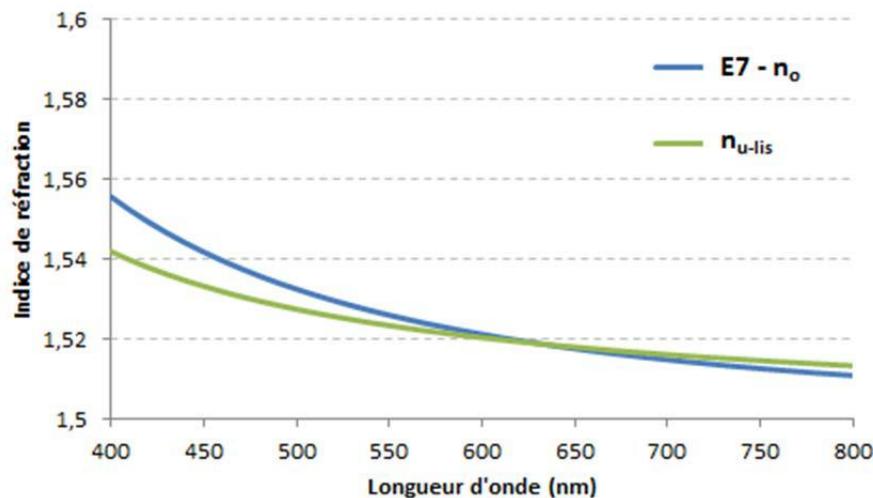


Figure 3-12 : Comparaison de l'indice de réfraction de la résine ULIS et de l'indice ordinaire du cristal liquide E7. L'indice de la résine ULIS a été obtenu par éllipsométrie et les courbes de dispersion des cristaux liquides sont tirées de mesures expérimentales étendues par un modèle de Cauchy à trois coefficients [158].

Dans des conditions parfaitement optimisées (résine classique sur silicium), le stepper disponible au LAAS permet d'atteindre une résolution de 0,3 $\mu$ m. Travaillant sur verre avec une résine qui a jusqu'alors été développée pour réaliser des structures épaisses pour des périodes de plusieurs dizaines de micromètres [159], les conditions ne sont pas optimales pour atteindre des périodes inférieures au micromètre.

Pour faciliter le développement de ces premières structures permettant de valider un principe, nous avons donc choisi des périodes d'1,5, 2,5 et 5,0 $\mu$ m avec un facteur de remplissage de 0,4, 0,5 et 0,6 pour chacune d'entre elles.

Deux hauteurs de dents seront visées ; une épaisse ( $h_d=850$ nm) et une fine ( $h_d=120$ nm). Le développement du procédé sera exposé à travers la réalisation des structures avec le rapport de forme le plus critique, c'est-à-dire pour une hauteur de dent de 850nm (II-B). L'adaptation des paramètres pour une épaisseur réduite sera ensuite brièvement décrite (II-C).

En utilisant le champ maximum au stepper (21\*24mm) et en tenant compte des contraintes spatiales nécessaires à la création de cellules, un masque permettant d'obtenir plusieurs réseaux de 6x6mm, espacés de 0,2mm (figure 3-13) a été codé. On notera que les dimensions réelles du masque, et particulièrement les facteurs de remplissage, sont légèrement différentes de celles indiquées ci-

dessous qui correspondent aux dimensions visées. En effet, une légère différence est généralement notée entre le réticule et l'échantillon structuré (les détails sont donnés partie II-B-3 après mesure expérimentale).

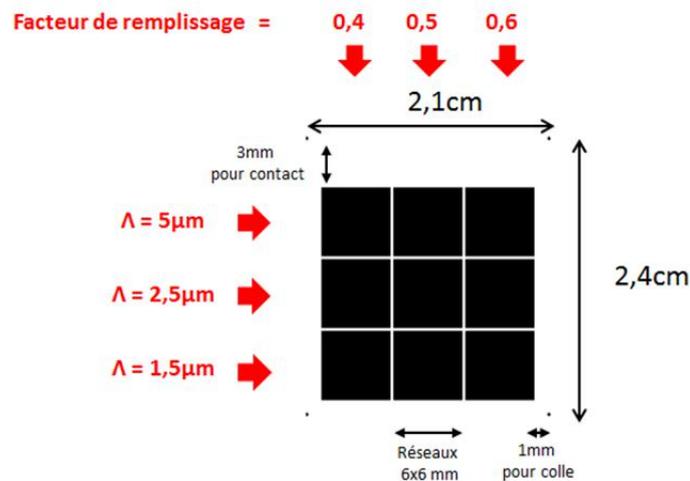


Figure 3-13 : Masque codé pour la réalisation de réseaux de diffraction par photolithographie sur verre (dimensions visées)

Pour pouvoir appliquer un champ électrique dans la cellule, nous utiliserons des plaquettes de verre Schott AF32 (6 pouces de diamètre ; 700 $\mu\text{m}$  d'épaisseur) recouverte sur une face par un dépôt d'ITO (épaisseur 100nm, résistance carrée  $R_{sq}=30 \Omega/\text{sq}$ ) effectué par pulvérisation cathodique via la société SOLEMS. L'ITO, qui présente un rapport conductivité/transparence pertinent, est choisi car il s'agit d'une solution standard applicable dans l'industrie LCD.

## II-B Développement du procédé de réalisation (hd=850nm)

Cette partie traite du développement du procédé de photolithographie afin de réaliser les réseaux définis partie II-A en résine ULIS sur verre. Pour cela, nous évoquerons chronologiquement les paramètres de dilution pour obtenir l'épaisseur nécessaire (II-B-1), l'adaptation du procédé pour un substrat transparent (II-B-2) puis l'optimisation des paramètres d'insolation (II-B-3). Nous exposerons finalement la caractérisation microscopique des différentes structures réalisées (II-B-4) avant de conclure sur les limites de ce procédé et les voies d'amélioration envisageables (II-B-5).

### II-B-1 Dilution de la résine ULIS et procédé initial

La résine ULIS est très visqueuse et conduit à des épaisseurs d'une dizaine de micromètres lorsqu'elle est déposée par enduction centrifuge (« spin-coating ») dans la plage de vitesse classique (1000-5000rpm). Elle doit donc être diluée pour obtenir l'épaisseur recherchée de 850nm. Le solvant utilisé pour cela est le Dowanol PM (Sigma-Aldrich), déjà présent dans la résine initiale. Plusieurs solutions, avec un pourcentage de dilution variable, ont été déposées par spin-coating ( $v=4000\text{rpm}$  ;  $a=1000\text{rpm}^2$  ;  $t=30\text{secondes}$ ) afin de mesurer l'épaisseur obtenue par ellipsométrie (Jobin Yvon, Horiba). Le pourcentage de dilution correspond au pourcentage de solvant ajouté par rapport à la masse totale initiale de résine ULIS.

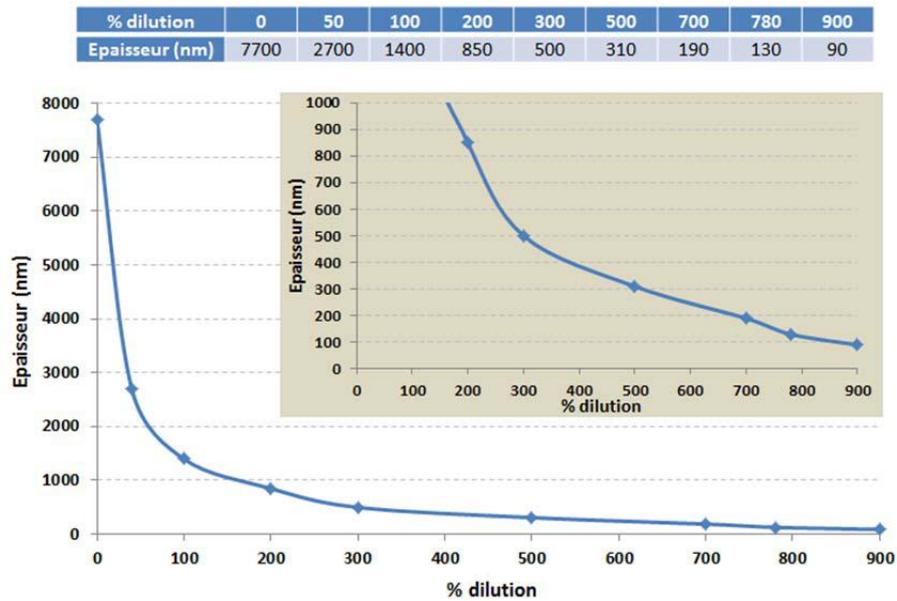


Figure 3-14 : Epaisseur de la résine ULIS déposée par spin-coating ( $v=4000\text{rpm}$  ;  $a=1000\text{rpm}^2$  ;  $t=30''$ ) en fonction du pourcentage de dilution.

La viscosité initiale étant beaucoup plus élevée que le diluant, l'ajout de solvant fait chuter très rapidement la viscosité de la solution et donc l'épaisseur de la couche déposée. En revanche, lorsqu'il commence à y avoir plus de solvant que de résine (dilution > 100%), la viscosité du mélange devient proche de celle du solvant et l'ajout de solvant a alors moins d'influence. Ceci explique la forme de la courbe de dilution observée en figure 3-14 et justifie le choix d'une vitesse de rotation assez rapide permettant de ne pas avoir à ajouter trop de solvant : 4000rpm avec une accélération de  $1000\text{rpm}^2$  pendant 30 secondes.

Pour l'épaisseur visée de 850nm, nous avons repris le procédé de base issu de la thèse de Remy Bossuyt [159] en adaptant, dans un premier temps, la durée du recuit PEB seulement :

- Décongeler la résine ULIS à température ambiante pendant 4h.
- Diluer deux fois la résine ULIS par ajout de 200% de Dowanol PM par rapport à la masse initiale de résine (c'est-à-dire tripler le poids initial). Agitation à température ambiante pendant 30 minutes.
- Traitement de surface du substrat verre ITO (diamètre de 6 pouces) avec un plasma  $\text{O}_2$  (250W ; 2 minutes) juste avant dépôt de la résine.
- Dépôt par spin-coating :  $v=4000\text{rpm}$  ;  $a=1000\text{rpm}^2$ ,  $t=30''$
- Recuit SB :  $50^\circ\text{C}$  pendant 14' sur plaque chauffante.
- Insolation au stepper : dose et focus à définir (voir partie II-B-3).
- Recuit PEB :  $80^\circ\text{C}$  pendant 1' sur plaque chauffante, durée adaptée aux épaisseurs traitées.
- Révélation dans l'isopropanol pendant 2'30'' en agitant manuellement (améliorations décrites partie II-B-3).

Ce procédé va par la suite évoluer pour être adapté à un substrat transparent ainsi que pour révéler correctement les motifs visés.

## II-B-2 Adaptation du procédé pour substrat transparent

Les premières insolations font apparaître des traces circulaires sur l'ensemble du wafer. Ces défauts sont observables sur la figure 3-15.

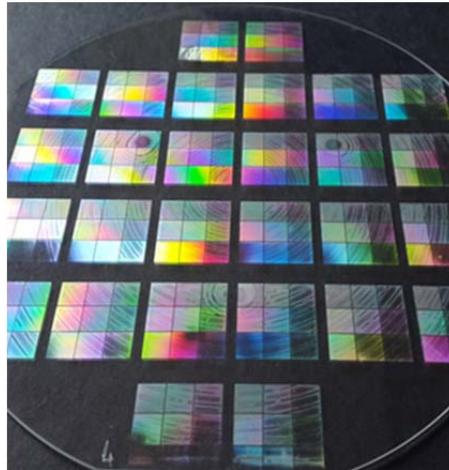


Figure 3-15 : Aspect macroscopique des réseaux de diffraction obtenus au stepper sur substrat transparent.

La forme de ces défauts est étroitement liée à celle du support sur lequel est déposé le substrat (chuck). En effet, la pièce métallique sur laquelle est positionné le substrat est gravée de canaux circulaires permettant l'aspiration du substrat dont les formes sont exactement celles observées sur l'échantillon après insolation. L'aspect gris réfléchissant du support renvoie des rayons lumineux dans des directions qui ne correspondent pas au masque, ces réflexions traversent le substrat en verre AF32, qui transmet à 90% la longueur d'onde utilisée (365nm), et déclenchent la polymérisation dans des zones normalement protégées par le masque. Ainsi, l'accumulation de résine dans des zones insolées par réflexion rend le réseau d'aspiration visuellement perceptible sur l'échantillon (on remarque même la présence des trois vis de fixation du chuck).

Pour ne pas voir apparaître ces défauts, il faut donc empêcher la lumière UV de passer à travers le substrat. Plusieurs alternatives sont possibles :

- Utiliser un verre absorbant les UV à 360nm mais cela nécessite une commande de substrats particuliers et un nouveau traitement d'ITO.
- Ajouter une couche antireflet en face arrière comme un BARC (Bottom Anti Reflective Coating), qui est une résine qui absorbe les UV. Cette résine est déposée par spin-coating mais nécessite d'être retirée ensuite. De plus, elle pourrait salir le support du stepper.
- Coller le substrat sur un wafer en silicium pour empêcher les réflexions. Cependant, l'épaisseur cumulée des deux substrats serait trop importante pour être insérable dans l'appareil.
- Utiliser un autre type de support noir absorbant, ce qui représente un investissement financier important.
- Laminer un film absorbant les UV-A sur la face arrière du substrat. Ce film plastique de couleur bleue, au coût faible (très répandu en micro-électronique) est enduit d'une colle de faible capacité adhésive, de façon à être facilement détachable à la fin du procédé.

C'est cette dernière méthode qui a été retenue.

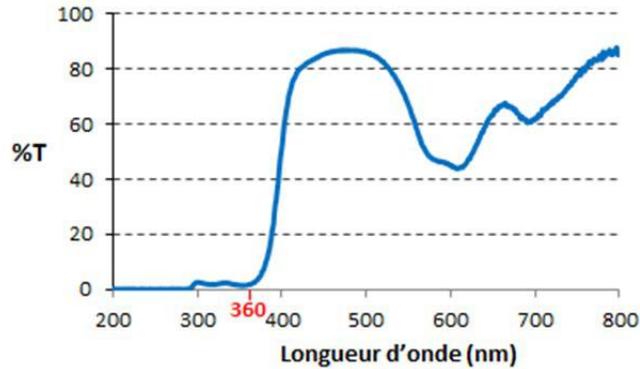


Figure 3-16 : Transmission du film bleu ajouté en face arrière du substrat.

Après avoir caractérisé la transmission de ce film bleu au spectromètre Cary50 (figure 3-16), on constate que plus de 99% de la lumière est absorbée par ce film à 360nm. Cette solution s'est avérée efficace comme le prouve la figure 3-17.

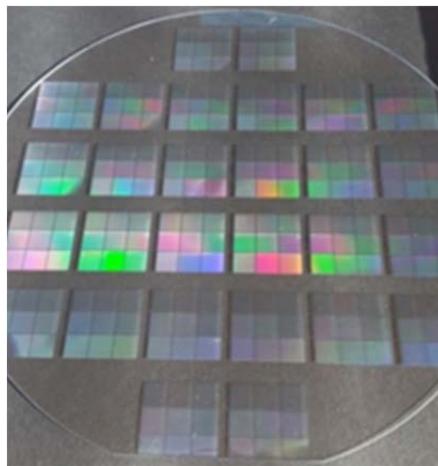


Figure 3-17 : Aspect macroscopique des réseaux de diffraction obtenus au stepper sur substrat transparent avec film bleu.

### II-B-3 Optimisation des paramètres élémentaires

Les paramètres d'insolation ont dû être modifiés par rapport aux premiers tests effectués sans films.

#### **Recuit Soft-Bake**

Le Soft-Bake sert principalement à évaporer les solvants et sera réalisé sur plaque chauffante pour l'ensemble des travaux. La résine ULIS étant une résine hybride dont la partie inorganique condense thermiquement, une augmentation de la température de recuit avant exposition entraîne l'initiation de la polymérisation thermique, ce qui diminue la résolution. On préférera donc un recuit lent à basse température permettant de bien évaporer les solvants sans provoquer une condensation de la partie inorganique de la résine hybride. Un recuit de 50°C pendant 14 minutes assure des résultats probants.

#### **Focus**

Le principe de photolithographie par projection utilisé par le stepper nécessite un ajustement du point focal de la lentille sur l'échantillon. Ce paramètre permet d'optimiser la profondeur de champ; il est donc particulièrement important pour bien insoler des résines avec une épaisseur élevée

(plusieurs micromètres). Dans notre cas, le focus est de moindre influence et des tests ont révélé que les résultats obtenus étaient satisfaisants avec une focalisation à mi-hauteur de l'épaisseur de la résine. Le focus est donc fixé à  $-0,4\mu\text{m}$  sous la surface de résine.

### Recuit PEB

Le PEB et la dose sont directement interdépendants et, même s'il doit exister un compromis optimal entre les deux, nous avons décidé de ne faire varier que la dose car le stepper permet d'utiliser différentes doses sur un même wafer. Le recuit PEB est donc fixé à  $80^\circ\text{C}$  pendant 1 minute. Cette température était utilisée par Remy Bossuyt [159] pendant 8 minutes pour des structures d'une dizaine de micromètres d'épaisseur mais la durée de recuit a été adaptée à la hauteur de dent considérée.

### Dose

Le paramètre principal à ajuster est donc la dose d'insolation donnée en  $\text{J}/\text{m}^2$ . Les images obtenues par microscopie électronique à balaye (MEB) présentées en figure 3-18 permettent d'évaluer l'influence de ce paramètre sur la qualité des réseaux formés. Les images correspondent toutes à des réseaux de  $1,5\mu\text{m}$  ( $Fr=0,5$ ) avec une dose croissante. Le grossissement est toujours le même à l'exception de la première image.

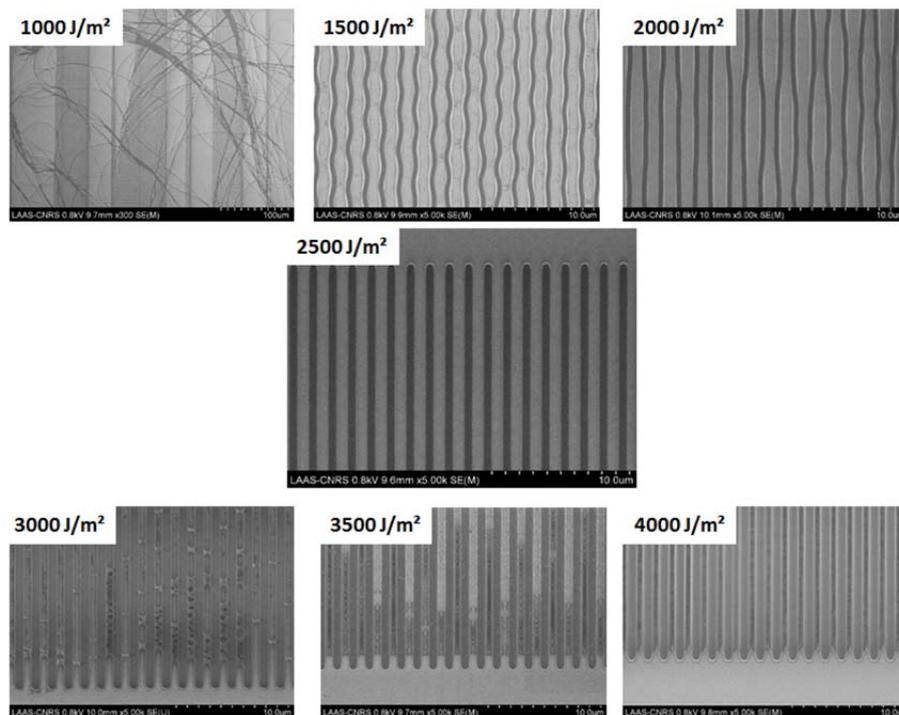


Figure 3-18 : Images MEB de réseaux de  $1,5\mu\text{m}$  avec facteur de remplissage  $0,5$  et une dose de  $1000$  à  $4000 \text{ J}/\text{m}^2$ . SB :  $14'$  à  $50^\circ\text{C}$  ; Focus =  $-0,4\mu\text{m}$  ; PEB :  $1'$  à  $80^\circ\text{C}$  ; Révélation  $2'30''$  dans l'isopropanol.

On remarque une évolution de la qualité des réseaux après révélation en fonction de la dose d'insolation. Les trois images supérieures représentent des motifs sous-dosés ; on aperçoit alors une mauvaise adhésion de la résine sur le substrat à différents degrés allant d'un large décollement de la résine à une légère ondulation des bandes du réseau. L'image au centre (figure 3-18d) représente un réseau correctement révéilé avec la résine polymérisée de couleur plus foncée formant des réseaux bien nets sur l'ITO en gris clair. Les images suivantes sont des images de structures sur-dosées, ce qui provoque une réticulation partielle de la résine entre les dents des réseaux.

Sur la figure 16 sont représentés des réseaux de  $1,5\mu\text{m}$  de période, ce qui est la plus petite période inscrite et donc la plus critique. En effet, pour des périodes plus élevées, la gamme de la dose d'insolation pour laquelle les réseaux sont bien révélés est plus large car des réseaux corrects sont obtenus avec une dose comprise entre  $1800$  et  $3500\text{ J/m}^2$  pour  $\Lambda=2,5\mu\text{m}$  et  $1700$  et  $4000\text{ J/m}^2$  pour  $\Lambda=5,0\mu\text{m}$ .

Or, le fait que la gamme de dosage permettant d'obtenir des réseaux corrects soit particulièrement étroite pour les périodes d' $1,5\mu\text{m}$  pose problème lorsqu'il s'agit de former les différents facteurs de remplissage avec une même dose. La figure 3-19 illustre cette difficulté.

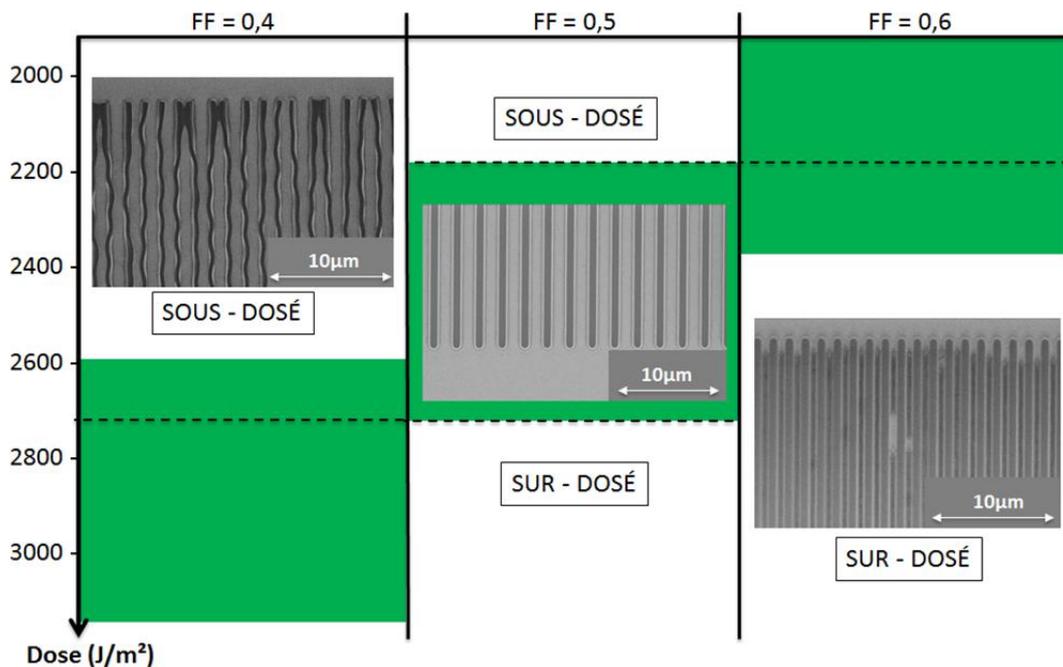


Figure 3-19 : Influence du facteur de forme sur le dosage optimal pour un focus fixé à  $-0.4\mu\text{m}$  et une de révélation  $2'30''$  dans l'isopropanol.

Il s'avère donc délicat d'obtenir la bonne résolution pour les trois facteurs de remplissage à  $1,5\mu\text{m}$  avec une seule et même insolation.

Une amélioration de la révélation va cependant permettre d'élargir la gamme de dosage optimal de ces structures.

### Révélation

La révélation est pour le moment fixée à  $2'30''$  dans l'isopropanol. Cependant, l'observation de certains réseaux avec une dose censée être correcte laisse penser qu'elle pourrait être améliorée (figure 3-20).

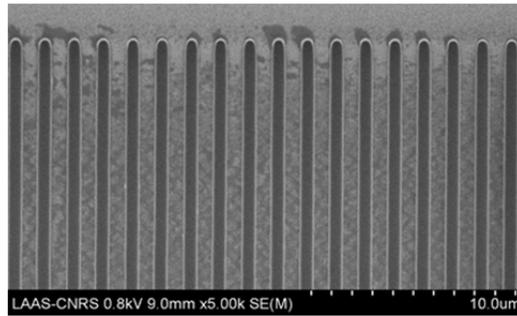


Figure 3-20 : Observation d'un réseau de période  $1,5\mu\text{m}$  avec un facteur de forme de 0,5. dose =  $2500\text{J}/\text{m}^2$  ; focus =  $-0,5\mu\text{m}$  ; révélation :  $2'30''$  dans l'isopropanol.

Si la résolution du motif semble satisfaisante, des traces de résine entre les bandes du réseau témoignent d'une révélation incomplète. C'est pourquoi il a semblé important de faire évoluer le mode de révélation. En effet, un bain de  $2'30''$  dans l'isopropanol est sûrement bien adapté pour des structures avec une période de quelques dizaines de microns comme celles que réalisait Remy Bossuyt [159] mais semble insuffisant pour des structures beaucoup plus résolues comme celles-ci. Plusieurs solutions existent pour permettre une révélation plus efficace :

- Répéter le bain d'isopropanol en renouvelant le solvant afin d'éviter la saturation
- Effectuer le bain sous ultra-sons
- Plasma  $\text{O}_2$  après révélation

La révélation a finalement été optimisée de la manière suivante :

- 3 x  $2'30''$  dans l'isopropanol avec renouvellement du solvant
- $1'30$  dans l'isopropanol avec Ultrason 130kHz
- 20' dans l'isopropanol avec substrat à l'envers (réseaux vers le bas)

La combinaison de ces trois modes de révélation s'est avérée efficace et a finalement permis d'obtenir des échantillons avec neuf différentes structures correctement révélées pour une dose de  $2800\text{J}/\text{m}^2$ . Ce qui signifie que l'optimisation de la révélation a permis d'élargir la gamme de dosage de chacun des motifs à faible période par rapport à la figure 3-19.

#### II-B-4 Caractérisations microscopiques des structures

La caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB S4800, Hitachi) et microscopie à force atomique (AFM ICON, Bruker) des échantillons est présentée figure 3-22 et figure 3-21.

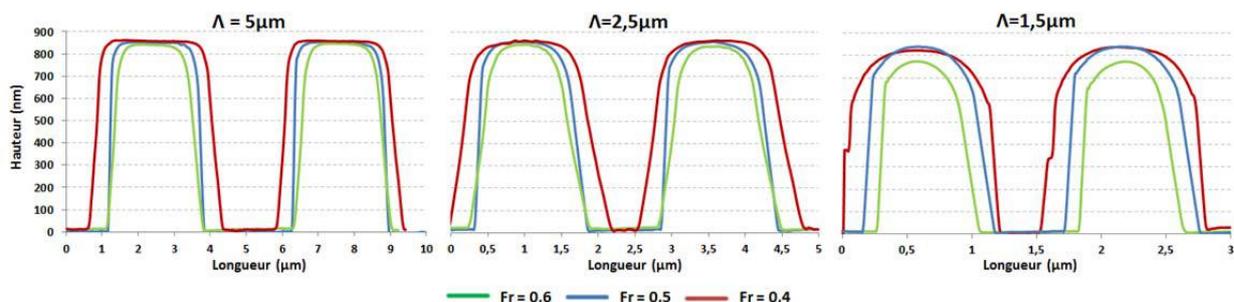


Figure 3-21 : Caractérisation des différents réseaux de diffraction par AFM. dose =  $2800\text{J}/\text{m}^2$  ; focus =  $-0,5\mu\text{m}$  ; révélation optimisée.

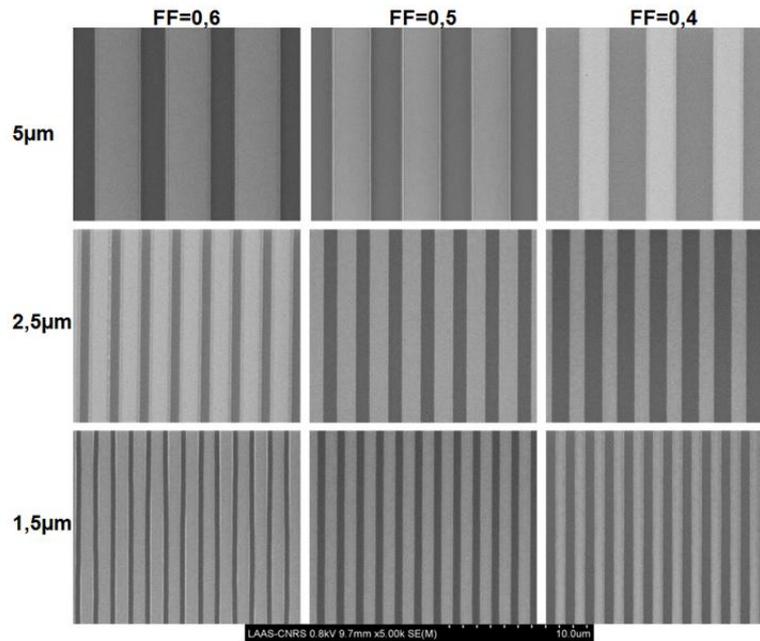


Figure 3-22 : Observation des différents réseaux de diffraction au MEB.  
dose = 2800J/m<sup>2</sup> ; focus= -0.5µm ; révélation optimisée.

Ces caractérisations microscopiques permettent de constater que les périodes et facteurs de remplissage obtenus ne sont pas exactement semblables à ceux visés. Des disparités d'épaisseur peuvent aussi apparaître selon la période ou le facteur de remplissage. Les données microscopiques visées, codées et obtenues sont récapitulées dans le tableau 5.

Les images MEB permettent de définir la période et le facteur de remplissage alors que la hauteur de dent est tirée des caractérisations AFM. Ces dernières laissent parfois apparaître une forme de dent arrondie or, s'il est probable que les réseaux ne soient pas parfaitement rectangulaires (notamment pour les réseaux de 1,5µm où la dent semble partiellement attaquée), le profil observé dépend également de la pointe utilisée (Arrow NC, NanoWorld [160]) pour la caractérisation.

$\Lambda$ visé	5µm			2,5µm			1,5µm		
$F_R$ visé -objectif-	0,4 (2µm)	0,5 (2,5µm)	0,6 (3µm)	0,4 (1µm)	0,5 (1,25µm)	0,6 (1,5µm)	0,4 (0,6µm)	0,5 (0,75µm)	0,6 (0,9µm)
$F_R$ codé -masque-	0,43 (2,15µm)	0,53 (2,65µm)	0,63 (3,15µm)	0,46 (1,15µm)	0,56 (1,4µm)	0,66 (1,65µm)	0,5 (0,75µm)	0,6 (0,9µm)	0,7 (1,05µm)
$F_R$ mesuré – wafer-	0,42 (2,1µm)	0,52 (2,6µm)	0,62 (3,2µm)	0,44 (1,1µm)	0,54 (1,35µm)	0,64 (1,6µm)	0,46 (0,69µm)	0,56 (0,84µm)	0,66 (0,99µm)
$\Lambda$ mesuré	≈5µm			≈2,5µm			≈1,5µm		
hd moy mesuré (nm)	858	858	857	859	857	856	840	838	773

Tableau 5 : Récapitulatif des caractérisations microscopiques. Le facteur de remplissage ( $F_R$ =proportion de creux sur l'échantillon c'est-à-dire la proportion de zone masquée sur le réticule) est indiqué avec, en italique entre parenthèse, la largeur de creux correspondante ( $L_c$ =largeur de creux sur l'échantillon, soit la largeur de la zone masquée sur le réticule) :  $F_R=L_c/\Lambda$ . La largeur de dent correspondante est  $L_d=\Lambda-L_c$ .

Le facteur de remplissage codé n'est pas exactement le même que celui visé car des effets de diffraction étaient pris en compte. En effet, pour une résine négative, les bandes polymérisées (dents du réseau) sont généralement plus larges que les zones ouvertes du masque et cet effet peut même être préalablement calculé selon les dimensions des motifs et les résines utilisées lorsqu'il s'agit de résines d'utilisation courante (type SU8). Ne connaissant pas exactement ces effets pour la résine ULIS et les motifs visés, nous avons considéré que chaque bande révélée allait s'élargir de 150nm de largeur de part et d'autre par rapport à la zone ouverte sur le masque, soit de 300nm au total. Les facteurs de remplissage obtenus sont généralement plus élevés que ceux visés, ce qui signifie que l'effet avait été légèrement surestimé. On peut en effet constater que la différence entre l'échantillon et le masque codé est de seulement 50 à 60nm, ce qui signifie qu'il y a un élargissement d'environ 25-30nm par bord. Il n'y a en revanche pas de différence notable entre la période codée sur le masque et obtenue dans la résine.

On remarque également une variation de la hauteur de dent selon le pas, particulièrement pour les réseaux de faible période. En effet, les motifs au pas de 1,5 $\mu$ m sont plus fins que les motifs de période plus élevée. De plus, on constate une différence d'épaisseur selon le facteur de remplissage, là aussi spécifiquement pour les structures d'1,5 $\mu$ m de période. Cela témoigne de l'aspect critique des motifs à faible période qui, malgré leurs aspects corrects, ne sont pas parfaitement insolés. Comme le montrait la figure 3-19, il reste donc compliqué d'obtenir la dose optimale pour chacun des facteurs de remplissage à cette dimension.

Il semble donc que la limite de résolution de la résine ULIS sur verre est atteinte avec les motifs de 1,5 $\mu$ m de période par ce procédé.

### **II-B-5 Répétabilité et homogénéité**

Si le procédé défini a permis d'obtenir des structures correctes dont les caractérisations sont présentées figure 3-21 et figure 3-22, il semblerait que ce ne soit pas toujours le cas. En effet, lorsqu'on répète le procédé, certaines des structures les plus critiques ne sont pas révélées de la même manière sur un wafer entier, voir à l'intérieur d'un même réseau de diffraction de 6x6mm. Si on trouve majoritairement un aspect microscopique satisfaisant, ce n'est pas le cas partout et certaines zones sont défectueuses. La figure 3-23 représente les défauts généralement observables sur certains réseaux pourtant bien révélés de manière générale.

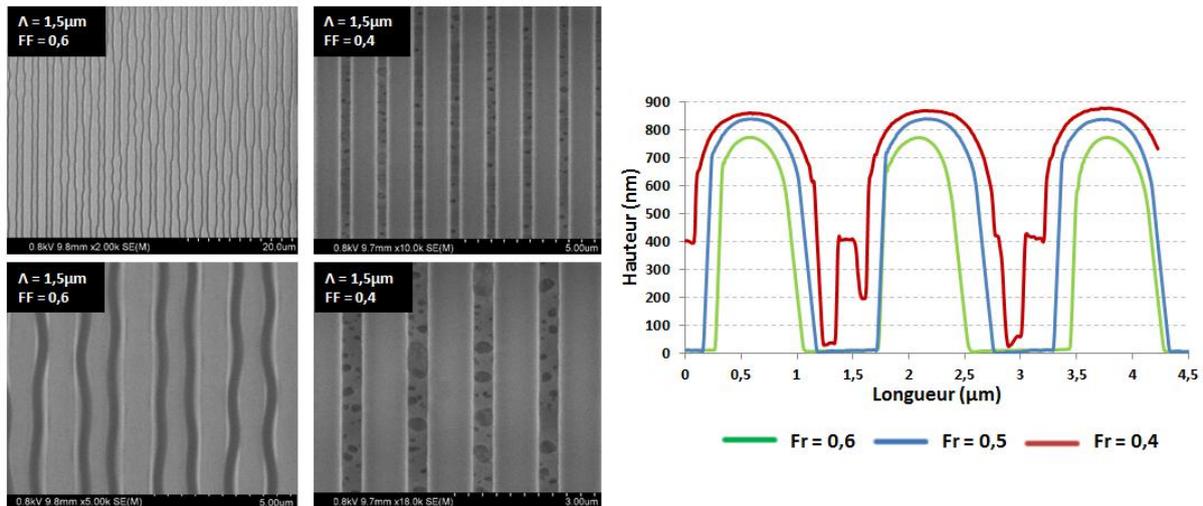


Figure 3-23 : Caractérisation des différents défauts par MEB et AFM.  
*dose = 2800J/m<sup>2</sup> ; focus = -0.5μm ; révélation optimisée.*

Si le procédé mis en place permet d’obtenir des réseaux de 850nm d’épaisseur avec une période de 5 et 2,5μm sans trop de problèmes, la réalisation de réseaux d’1,5μm est plus problématique, particulièrement pour des facteurs de formes éloignés de 0,5. Pour Fr=0,6, les dents du réseau ont tendance à onduler à cause d’une mauvaise adhérence alors que pour Fr=0,4, de la résine partiellement polymérisée peut se trouver entre les dents.

A-t-on atteint les limites de résolutions de la résine ou le procédé est-il améliorable ? Quelles sont les étapes qui pourraient rendre le procédé plus reproductible ? Les voies à explorer sont énumérées ci-dessous :

- Suppression des réflexions parasites : La problématique a été abordée par l'utilisation d'un film bleu en face arrière mais lors du laminage de celui-ci, des bulles d’air sont parfois emprisonnées et peuvent alors provoquer des modifications d’insolation sur une partie du wafer. L’achat d’un nouveau support ou de substrat adaptés peuvent être des solutions qui s’avèrent plus reproductibles.
- Optimisation des recuits SB et PEB : si la durée du PEB a été raccourcie par rapport au procédé développé par Remy Bossuyt [159], ces deux recuits n’ont pas été optimisés. L’utilisation de substrats en verre, l’ajout du film bleu et l’impression de structures fines (hauteur de dent, période) nécessitent peut-être de retravailler ces paramètres.
- Optimisation de la révélation : La procédure de révélation est actuellement longue et implique plusieurs étapes, augmentant les possibilités d’erreurs et de variations pouvant conduire aux inhomogénéités constatées.
- Vieillesse et fatigue de la résine ULIS : la résine est conservée au congélateur à -40°C afin d’optimiser sa durée de vie. Il est ainsi impératif de laisser décongeler le pot de résine avant chaque dilution. Le temps de décongélation est identique d’une fois sur l’autre mais il est possible que les décongélation successives fassent peu à peu évoluer la résine.

L'optimisation des différents paramètres peut légèrement améliorer la reproductibilité des impressions par photolithographie mais la révélation de réseaux de  $1,5\mu\text{m}$  avec différents facteurs de remplissage et une même dose d'insolation est plus critique.

Il devrait être plus facile de révéler des réseaux de diffraction avec un seul facteur de remplissage même s'il paraît peu probable de pouvoir obtenir des périodes inférieures au micromètre avec cet instrument et cette résine sur substrat transparent.

## II-C Adaptation du procédé pour réduire la hauteur de dent (hd=130nm)

Dans le but de pouvoir évaluer l'influence de la hauteur de dent sur la diffraction de réseaux imprégnés de cristaux liquides mais aussi afin de se rapprocher des conditions d'optique guidée, des réseaux de  $130\text{nm}$  d'épaisseur ont été réalisés. Nous allons donc décrire comment le procédé de photolithographie a dû être adapté pour réduire la hauteur de dent des réseaux réalisés partie II-B.

Il est tout d'abord nécessaire de modifier la dilution de la résine en augmentant la quantité de solvant ajoutée (780% de Dowanol PM, voir figure 3-14). Les paramètres de photolithographie doivent ensuite être définis avec un ajustement du focus ( $-0,05\mu\text{m}$ ), une réduction de la dose d'insolation ( $3200\text{J}/\text{m}^2$ ) et de la durée du PEB ( $80^\circ\text{C}$ ,  $30''$ ). Les trois périodes avec un facteur de remplissage de  $0,5$  ont été caractérisées par AFM (figure 3-24).

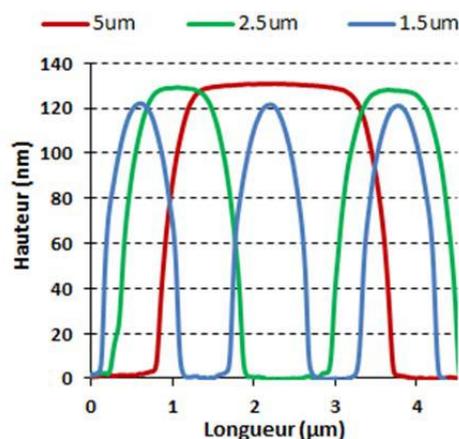


Figure 3-24 : Caractérisation des différents réseaux de facteur de forme  $0,5$  par MEB et AFM. dose =  $3200\text{J}/\text{m}^2$  ; focus =  $-0,5\mu\text{m}$  ; révélation optimisée.

On constate sur la figure 3-24 que les réseaux de  $1,5\mu\text{m}$  de période sont toujours moins profonds ( $121\text{nm}$ ) que pour des périodes plus élevées ( $129$  pour  $2,5\mu\text{m}$  et  $131$  pour  $5\mu\text{m}$ ).

Le fait que le facteur de forme soit moins critique élargit la gamme de la dose d'insolation pour laquelle les réseaux sont bien révélés. La reproductibilité est ainsi légèrement améliorée par rapport aux réseaux de  $850\text{nm}$  d'épaisseur. Cependant, même avec une hauteur de dent d'une centaine de nanomètres, la période d' $1,5\mu\text{m}$  semble toujours être critique pour la photolithographie de résine ULIS sur verre.

### III Développement de réseaux sub-micrométriques par nano-impression

Afin de caractériser des structures avec une période inférieure au micromètre, des échantillons complémentaires ont été réalisés par nano-impression dont le principe général est détaillé dans le chapitre 2-I-B. Le procédé utilisé est schématisé figure 3-25.

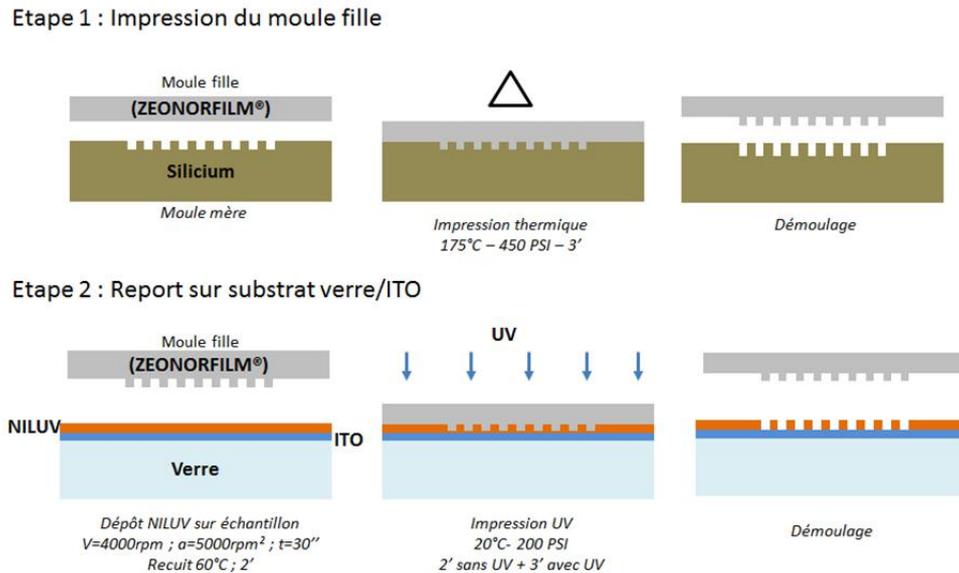


Figure 3-25 : Description générale la nano-impression.

Un moule mère a été réalisé par photolithographie sur silicium. Il comporte un réseau de 880nm de période ( $Fr=0,55$ ) et de 120nm de hauteur de dent (caractérisations microscopiques sur figure 3-26).

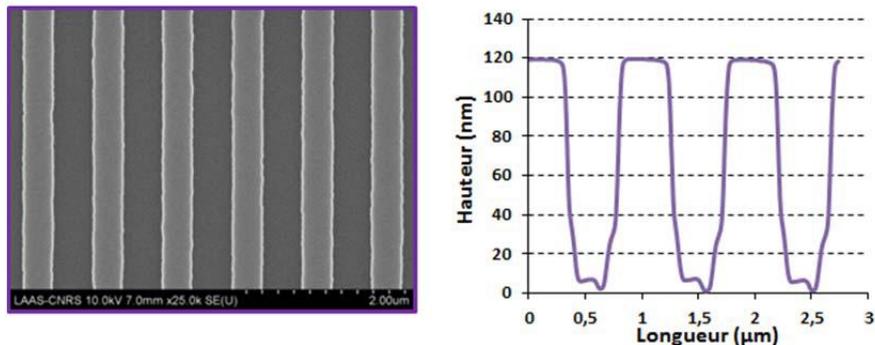


Figure 3-26 : Caractérisation microscopiques du moule mère en silicium utilisé pour réaliser un échantillon par nano-impression. Une image MEB est présentée à gauche (zones creuses foncées et dents claires) et le profil AFM à droite. La pointe AFM utilisée pour mesurer ce profil (ART-NCHR, NanoWorld) est plus fine et adaptée à des structures avec des dimensions critiques de par son rapport d'aspect élevé (5:1) [161].

La structure du moule mère est transférée par impression thermique dans un moule souple en ZEONORFILM® (Zeon Chemicals) appelé moule fille. On utilise pour cela la Nanonex NX2500 avec une pression de 450psi à 175° pendant 3 minutes.

Un substrat en verre AF32 (Schott) recouvert d'ITO (SOLEMS) est ensuite enduit par spin coating ( $v=4000rpm$ ,  $a=5000rpm^2$ , 30'' + recuit 60°C, 2') de 140nm d'une résine photosensible (NILUV,

développée en interne au LAAS spécialement pour ce type de procédé) ; son indice de réfraction est proche de l'indice ordinaire des cristaux liquides ( $n_{\text{NILUV}} \approx 1.52$  à 635nm)

La structure obtenue sur le moule fille (figure 3-27, à droite) est ensuite transférée dans la résine lors d'une deuxième étape d'impression UV avec la Nanonex à 200 psi pendant 5 minutes (2' sans UV + 3' avec UVs). Ainsi les motifs sont reportés sur l'échantillon (figure 3-27, à gauche). On obtient le même réseau que celui caractérisé sur le moule mère avec une épaisseur 120nm et une période de 880nm.

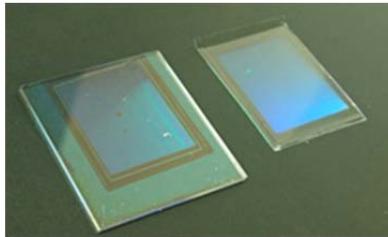


Figure 3-27 : Photographie des réseaux de diffraction obtenus sur le moule fille (à droite) et sur le substrat en verre-ITO (à gauche).

La lithographie par nano-impression, qui sera utilisée par la suite pour réaliser les structures GMRF (Chapitre 4-III-E), nous a finalement permis d'obtenir des réseaux de 880nm de période ( $Fr=0,57$ ) avec une hauteur de dent de 120nm. La résine formant la structure n'est pas la même que celle utilisée en photolithographie mais son indice de réfraction est relativement proche. Les mêmes substrats en verre recouvert d'ITO ont en revanche été utilisés.

## **IV Réalisation et observation de cellules**

Le choix du cristal liquide s'est porté sur le E7 (EM Industries Inc) dont l'indice ordinaire ( $n_o=1,519$  à température ambiante) est proche de l'indice de réfraction de la résine ULIS ( $n_{\text{ULIS}}=1,52$ ) et de la résine NILUV ( $n_{\text{NILUV}}=1,52$ ) autour de 630nm [158]. L'indice extraordinaire de ce cristal liquide est d'environ 1,73 dans ces mêmes conditions. Le cristal liquide E7 a une anisotropie diélectrique  $\Delta\epsilon$  positive et s'oriente donc parallèlement au champ électrique. Il s'agit d'un matériau comprenant une phase nématique stable en température (entre -10 et 60°C) qui justifie son utilisation courante dans la littérature.

Nous allons maintenant décrire l'assemblage de cellules permettant d'imprégner les réseaux de diffraction de cristaux liquides (IV-A). Nous caractériserons ensuite l'alignement des molécules entre polariseurs croisés (IV-B).

### **IV-A Réalisation de cellules à cristaux liquides**

Afin d'imprégner les réseaux de diffraction de cristaux liquides, des cellules doivent être réalisées (figure 3-28).

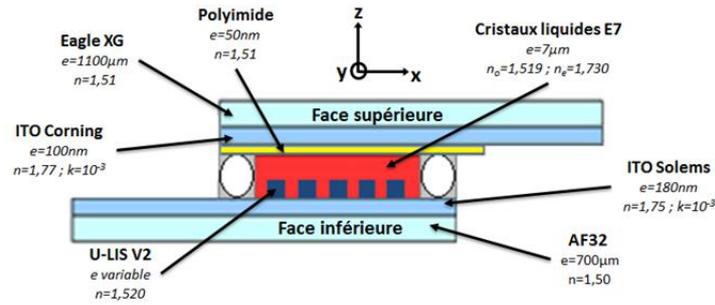


Figure 3-28 : Schématisation des cellules à cristaux liquides réalisées. Par convention, nous nommerons la surface recouverte de polyimide la « face supérieure » et la surface recouverte de réseaux la « face inférieure ». Nous conserverons aussi le plan  $(x, y, z)$  tel qu'il est représenté ici, c'est-à-dire avec  $x$  perpendiculaire aux réseaux,  $y$  parallèle aux réseaux et  $z$  dans l'épaisseur de la cellule.

Une cellule à cristaux liquides se compose de deux plaques de verres séparées de quelques micromètres grâce à l'utilisation de « spacers », c'est-à-dire des microparticules de taille régulière qui permettent de contrôler l'épaisseur entre les deux faces opposées. Ces spacers peuvent être dispersés directement sur une des deux plaques, ou dispersés dans la colle qui va servir à les assembler. Etant donné qu'il paraît préférable de ne pas ajouter ce type de billes dans des structures nanométriques à caractériser optiquement, nous préférons disperser les cellules dans la colle.

Dans un premier temps, il faut préparer la plaque supérieure, qui sera opposée aux motifs :

- Découpage en carré de 30 x 30 mm à partir d'une plaque de verre (Eagle XG, Corning, 1,1mm) avec une couche d'ITO (180nm-10Ω/sq)
- Dépôt d'une couche de polyimide (SUNEVER 5291, Nissan Chemical Industries) dilué à 50% dans du GBL (gamma-Butyrolactone) par spin-coating ( $v=2000\text{rpm}$ ,  $a=2000\text{rpm}^2$ , 30'' puis recuit à 200°C, 5') pour obtenir une épaisseur de 50nm environ
- Brossage de la couche afin d'orienter spontanément les cristaux liquides dans le plan du substrat parallèlement au sens du brossage. Les deux faces seront ensuite placées de manière à avoir le sens de brossage du polyimide parallèle aux réseaux de diffraction (selon  $y$ ) dans le but d'obtenir un alignement planaire sur toute l'épaisseur de la cellule.

Il est également nécessaire de découper les différents échantillons présents sur un wafer 6 pouces. Pour cela, une résine positive (ECI, MichroChemicals) est déposée puis recuite (105°C, 2') sur l'ensemble du wafer afin de protéger les réseaux de diffraction. Le wafer est alors découpé à la scie diamantée selon les croix de découpes préalablement inscrites dans le masque (figure 3-29). La résine est ensuite retirée à l'acétone pour obtenir les échantillons de 21\*24mm.

La colle est ensuite préparée de la manière suivante : dispersion de spacers (0,1% en poids) de 7µm de diamètre dans de la colle polymérisant aux UVs-A ou thermiquement à 105°C (Vitalit 1671, Panacol).

Celle-ci est alors déposée sur les échantillons structurés avec à une encolleuse montée sur un robot cartésien trois axes (JR 2400 GLT, Janome). Il faut dans un premier temps définir le mouvement du robot pour obtenir la forme représentée figure 3-29. L'optimisation de la vitesse du mouvement, du diamètre de la pointe et de la pression appliquée permettent de réduire la largeur du cordon de colle

déposé. En déposant à 10mm/secondes avec une pointe de 0,25'' de diamètre (Precision Dispensing Tips 7018462, Nordson) et une pression de 4,5bars on obtient un trait de colle d'environ 1mm de large une fois étalé. Afin que le cordon de colle soit continu, il faut que la pointe soit extrêmement proche de l'échantillon (distance pointe-substrat de l'ordre de la dizaine de micromètres).

La face supérieure est ensuite déposée dans le sens adéquat (sens de brossage du polyimide selon y, parallèlement aux réseaux) avant d'être pressée pour étaler la colle. Le pressage est effectué manuellement, ce qui ne garantit pas un étalement uniforme et reproductible de la colle et engendre donc une certaine incertitude sur l'épaisseur de la cellule. Une exposition sous UV d'une minute puis un recuit à 105°C de 20 minutes permettront finalement de polymériser la colle.

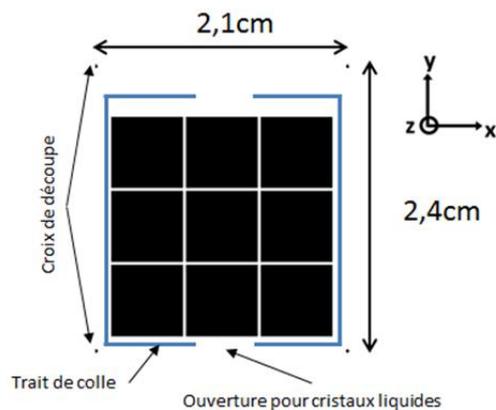


Figure 3-29 : Schématisation de l'échantillon à encapsuler avec le trait de colle à l'échelle (1mm environ).

Il ne reste plus qu'à déposer une goutte de cristal liquide nématique E7 ou de liquide d'indice devant une ouverture pour introduire le liquide dans la cellule par capillarité. Une photographie d'une cellule dans laquelle un liquide d'indice 1,52 est en train de s'introduire, éteignant la diffraction, est présentée en figure 3-30.

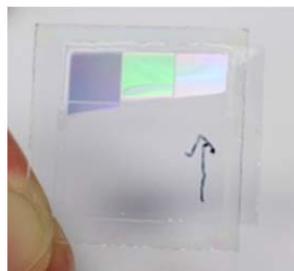


Figure 3-30 : Imprégnation d'une cellule avec un liquide d'indice 1,52 éteignant la diffraction.

Afin d'appliquer un champ électrique dans la cellule plus simplement, des fils électriques sont soudés directement sur l'ITO grâce à une soudeuse à ultrasons.

## IV-B Caractérisation entre polariseurs croisés

Avant de caractériser la diffraction des structures réalisées, l'observation entre polariseurs croisés des échantillons est un premier témoin de l'alignement des cristaux liquides. Il s'agit en effet d'une méthode de caractérisation simple et efficace des matériaux anisotropes qui consiste à observer l'échantillon au microscope en le plaçant entre un premier polariseur et un second, appelé analyseur, placé perpendiculairement au premier.

Si l'on observe un matériau isotrope entre polariseurs croisés, la lumière polarisée linéairement par le premier polariseur n'est pas transmise par l'analyseur. En revanche, pour des matériaux anisotropes comme les cristaux liquides, l'observation est différente selon leur orientation :

- Lorsque le premier polariseur est parallèle à l'une des lignes neutres du matériau (direction de polarisation linéaire pour lesquelles la lumière se propage comme dans un milieu isotrope, figure 3-31) ; l'onde incidente garde sa polarisation. Elle est donc coupée par l'analyseur croisé et on observe une extinction comme pour un matériau isotrope.
- Si ce n'est pas le cas (le cas critique étant lorsque la polarisation incidente est orientée à  $45^\circ$  par rapport aux lignes neutres), la biréfringence du matériau a une influence sur la polarisation incidente. On obtient une lumière polarisée elliptiquement dont une partie est transmise par l'analyseur.

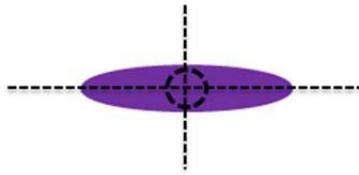


Figure 3-31 : Représentation des trois lignes neutres d'une molécule de cristal liquide.

Ainsi, en observant des cristaux liquides entre polariseurs croisés, on peut remonter à leurs orientations mais aussi à la qualité de leurs alignements. La présence de défauts va en effet être directement observable par l'apparition lumineuse de la biréfringence.

### IV-B-1 Observation des cellules sans tension

L'alignement des cristaux liquides dans les réseaux de diffraction de période  $1,5$  à  $5,0\mu\text{m}$  avec une hauteur de dent de  $850\text{nm}$  (effectués par photolithographie) est étudié entre polariseurs croisés sur la figure 3-32. Le polariseur et l'analyseur sont orientés respectivement selon les axes perpendiculaire et parallèle aux réseaux (x et y).

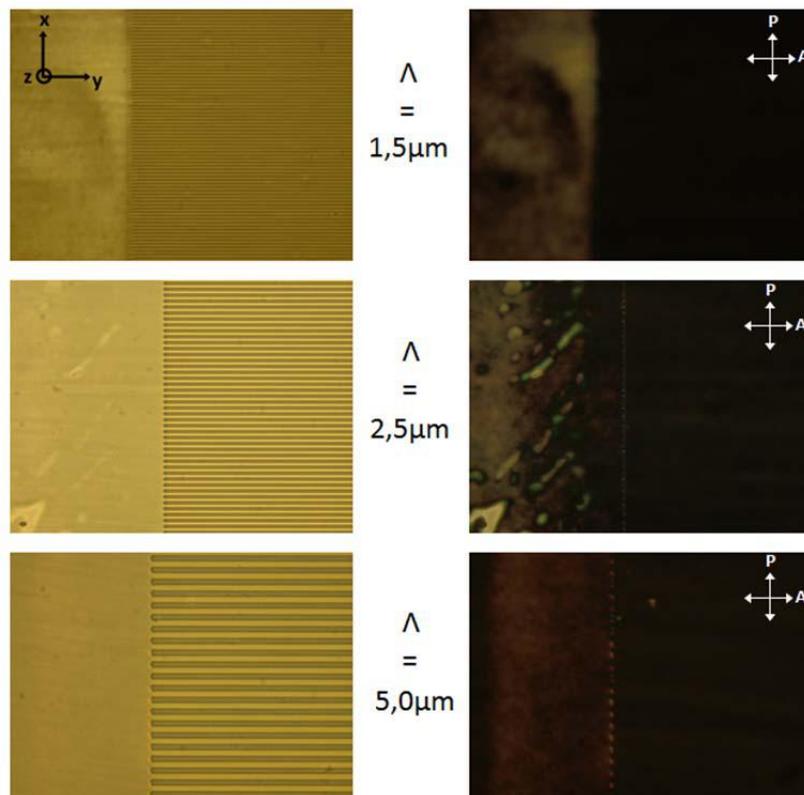


Figure 3-32 : Image au microscope (x50) des réseaux sans analyseur (à gauche) et entre polariseurs croisés (à droite) pour une période de 1,5 à 5,0 $\mu\text{m}$ .

Les zones noires correspondent aux zones dans lesquelles sont situés les réseaux de diffraction. L'extinction témoigne d'un alignement homogène dans l'épaisseur de la cellule avec une des lignes neutres parallèle au polariseur. Sachant que le polyimide est brossé selon y et que les cristaux liquides sont censés s'aligner dans le sens des réseaux, on déduit que l'alignement est planaire selon y. Dans les zones sans réseaux, l'apparition de lumière issue de la biréfringence des cristaux liquides indique que l'alignement est imparfait. Ceci est dû à l'absence d'alignement imposé par la surface inférieure (la face supérieure étant toujours recouverte de polyimide brossé).

Ces photographies de réseaux de diffraction imprégnés de cristaux liquides, sans tension, témoignent de la capacité des réseaux de diffraction avec une période de 1,5 à 5,0 $\mu\text{m}$  à aligner les molécules. L'absence de biréfringence au niveau des réseaux nous permet d'estimer que les cristaux liquides sont alignés de manière homogène sur toute l'épaisseur de la cellule, l'intérieur de la structure inclus.

#### IV-B-2 Mise sous tension de la cellule

La figure 3-33 présente des photographies entre polariseurs croisés d'un échantillon à différentes tensions appliquées. La structure étudiée a une hauteur de dent de 850nm et une période de 5,0 $\mu\text{m}$ , permettant de mieux apercevoir les réseaux avec un grossissement x50.

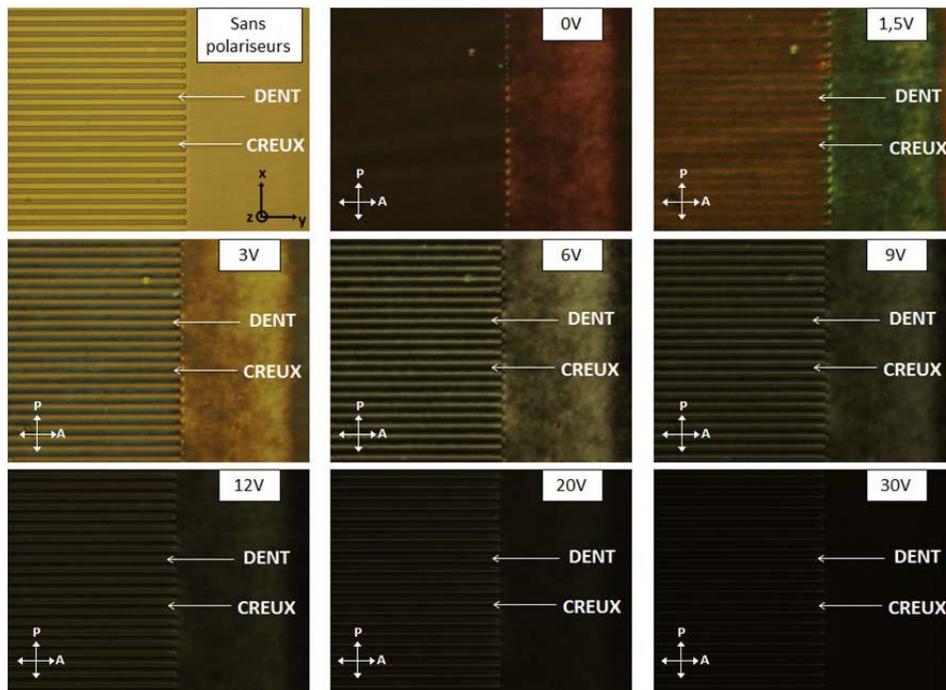


Figure 3-33 : Photographies au microscope x50 entre polariseurs croisés des réseaux de pas  $5\mu\text{m}$  et de  $850\text{nm}$  de hauteur de dent à différentes tensions appliquées dans la cellule.

Une intensité lumineuse apparaît sur le réseau lors de la mise sous tension. Cette lumière est due à la biréfringence des cristaux liquides et témoigne d'un alignement des molécules avec un certain angle par rapport au polariseur et à l'analyseur.

D'une part, on observe l'apparition d'une biréfringence assez faible dans les creux pour une tension de 1,5 à 3V qui semble totalement éteinte à 6V. D'autre part, on note une coloration très intense au niveau des dents qui atteint son maximum pour une tension de 3V puis diminue progressivement.

Lorsqu'on augmente la tension jusqu'à 30V, l'image s'assombrit de manière générale car les cristaux liquides s'alignent selon z et donc avec une ligne neutre parallèle au polariseur. Cependant, on distingue toujours une très légère biréfringence au niveau des transitions dents/creux.

En regardant plus précisément les figures pour des tensions supérieures à 6V, on constate que le profil est plus complexe : la biréfringence semble être localisée dans les zones de transition creux/dents. La figure 3-34 présente une photographie entre polariseurs croisés pour une tension de 12V avec une coupe représentant le profil d'intensité mesurée (en unités arbitraires). Pour des tensions inférieures, le profil est un peu moins évident car les pics d'intensité élevée sont saturés.

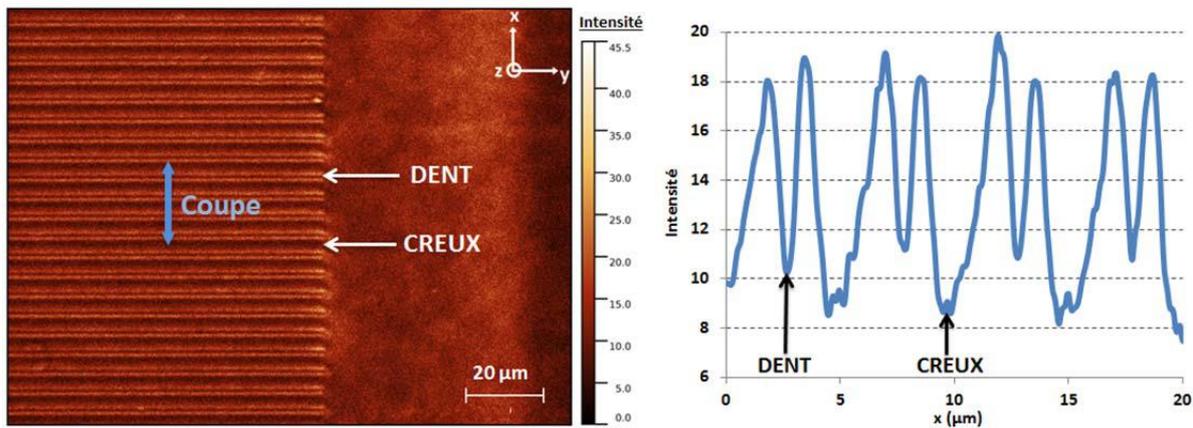


Figure 3-34 : Photographies au microscope  $\times 50$  entre polariseurs croisés de réseaux de pas  $5\mu\text{m}$  et de  $850\text{nm}$  de hauteur de dent pour une tension appliquée de  $12\text{V}$  (à gauche) avec une coupe de l'intensité selon  $x$  (à droite).

Les cristaux liquides imprégnant le réseau de diffraction semblent bien alignés selon  $y$  lorsqu'aucune tension n'est appliquée et selon  $z$  pour une tension supérieure à  $30\text{V}$  car aucune lumière n'est transmise lorsqu'on les observe entre deux polariseurs croisés (alignés selon  $x$  et  $y$ ). Toutefois, à des tensions intermédiaires, on repère l'apparition de biréfringence dans différentes zones.

Les creux du réseau, d'une part, dans lesquels on aperçoit de la biréfringence à basse tension, entre  $1$  et  $4\text{V}$ . Ceci peut témoigner d'une orientation progressive des cristaux liquides, dans le plan  $(y,z)$ , passant de l'alignement planaire initial (selon  $y$ ) à l'alignement homéotrope suivant le champ électrique appliqué (selon  $z$ ).

D'autre part, on remarque l'apparition de biréfringence intense dans les zones de transition dents/creux. Plusieurs phénomènes peuvent être à l'origine de cette observation :

- Une couche d'ancrage verticale avec un alignement perfectible des cristaux liquides sur les bords du réseau.
- Des inhomogénéités de champ dans la cellule engendrées par la présence du réseau de diffraction. Nous allons développer cette idée dans la partie suivante.

### IV-B-3 Inhomogénéités du champ électrique

La résine ULIS, constituant le réseau de diffraction, et les cristaux liquides n'ont pas la même permittivité. Ainsi, le champ résultant de l'application du potentiel aux bornes de la cellule aura une distribution non-homogène.

Cette variation de champ électrique va engendrer un décalage vertical des équipotentielles entre les deux zones. Si les lignes de champ sont considérées bien verticales au centre des zones concernées (dents et creux), ce n'est plus le cas lorsqu'on est entre les deux.

Un exemple de l'inhomogénéité du champ local dans la structure (que ce soit l'intensité ou la direction) est proposé figure 3-35, résultat d'une simulation effectuée via le logiciel libre de calcul scientifique ONELAB (Open Numerical Engineering LABORatory).

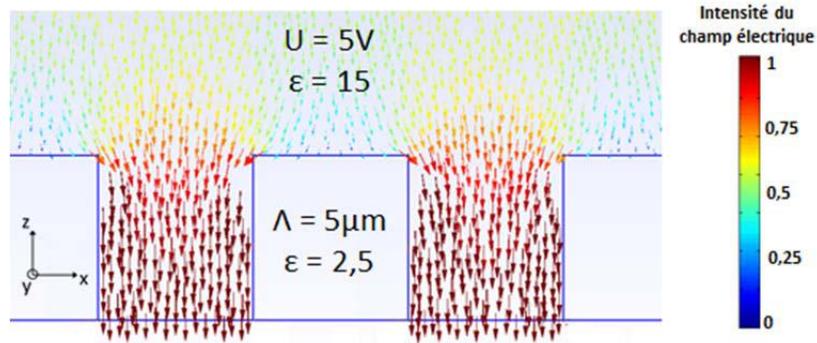


Figure 3-35 : Exemple d'orientation du champ électrique pour un réseau de  $5\mu\text{m}$  de période et une hauteur de dent de  $850\text{nm}$  avec une permittivité de 15 pour le CL ( $\epsilon$ = du E7) et de 2.5 pour la résine.

Ainsi, lorsque le champ électrique est appliqué, les cristaux liquides situés en bord de dent ne devraient pas réellement être orientés selon  $z$  mais dans le plan  $(x,z)$ , selon le champ tel qu'il est représenté sur la figure 3-36.

Ces inhomogénéités de champ, qui sont présentes quelle que soit la tension appliquée, pourraient être à l'origine de la biréfringence observée au niveau des zones de transition dents/creux entre polariseurs croisés.

Le fait que l'intensité de la biréfringence diminue avec la tension est dû à l'effet des molécules alignées de manière homéotrope sur les autres, réduisant la zone mal alignée.

## V Caractérisation monochromatique

Nous avons mis en place un banc de caractérisation (figure 3-36) pour effectuer les mesures en transmission.

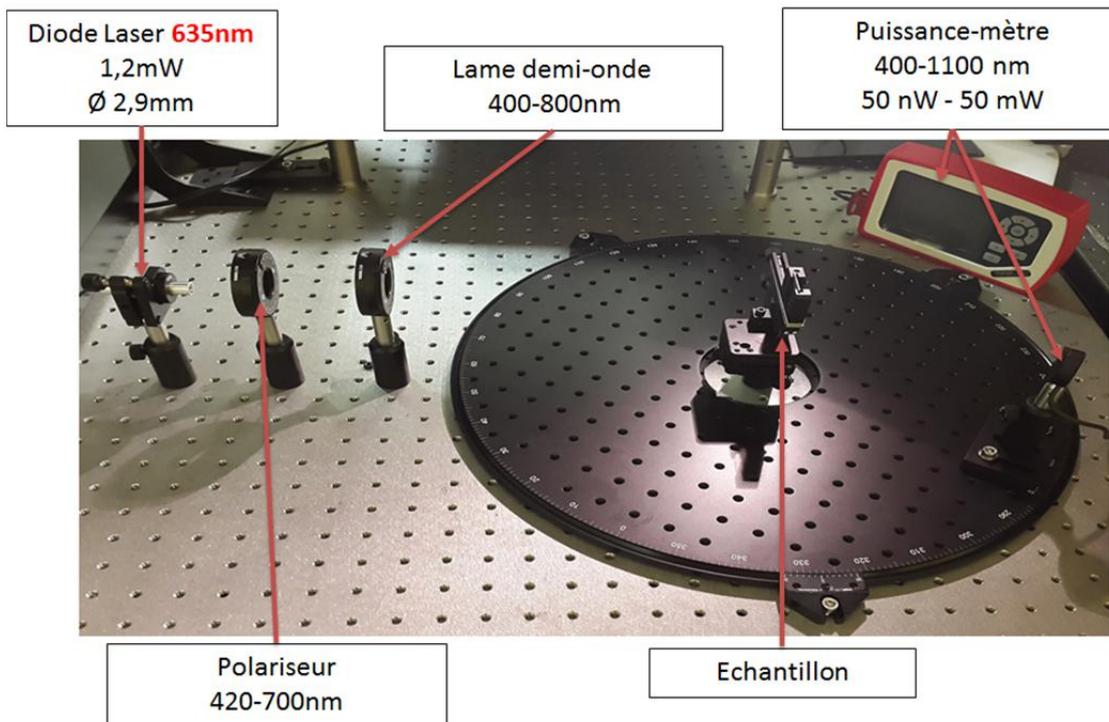


Figure 3-36 : Banc de caractérisation en transmission.

Il est constitué :

- d'une diode laser de longueur d'onde 635nm et de 1,2mW de puissance (CPS635R, ThorLabs). Il s'agit de la longueur d'onde pour laquelle les courbes de dispersion de la résine ULIS et de l'indice ordinaire des cristaux liquides E7 semblent se croiser (figure 3-12).
- d'un polariseur linéaire.
- d'une lame demi-onde (AHWP10M-600, ThorLabs) permettant de faire varier la polarisation incidente du faisceau.
- d'un plateau tournant de 450mm de diamètre (RBB450A, ThorLabs) sur lequel est positionné, au centre de rotation, la cellule échantillon (figure 3-28), et sur le rayon extérieur, un puissance-mètre (S120C, ThorLabs) pour la mesure de l'intensité lumineuse des différents ordres de diffraction.

L'échantillon est placé de façon à recevoir le faisceau en incidence normale par la face arrière (celle portant le réseau sub-lambda). Le dispositif permet de mesurer l'intensité à différents angles autour de l'échantillon et ce pour différents états de polarisation de l'onde incidente.

L'intensité de diffraction est mesurée et convertie en pourcentage de diffraction par rapport à l'intensité de l'onde incidente  $I_0$ .

$$\%diffraction = \frac{I_{mesurée}}{I_0} \times 100$$

Afin d'illustrer le principe, quatre configurations simples d'interactions entre une lumière polarisée et un réseau de diffraction imprégné de cristaux liquides sont schématisés figure 3-37.

Dans les deux cas sans tension (CAS1, CAS2), l'alignement supposé des cristaux liquides est celui induit par le sens de brossage des parois internes des plaques formant la cellule à cristaux liquides. La différence entre les CAS 1 et CAS 2 vient la polarisation du faisceau incident :

- En polarisation S (CAS 1, figure 3-37), le champ électrique du faisceau incident est parallèle au directeur des cristaux liquides et l'indice des cristaux liquide vu par le faisceau est  $n_e$ . L'écart  $\Delta n$  avec les dents du réseau est donc élevé et la diffraction attendue est maximale.
- En polarisation P (CAS 2, figure 3-37), le champ électrique est perpendiculaire au directeur des cristaux liquides et l'indice vu par le faisceau est  $n_o$  :  $\Delta n$  est donc quasi-nul et la diffraction attendue est minimale.

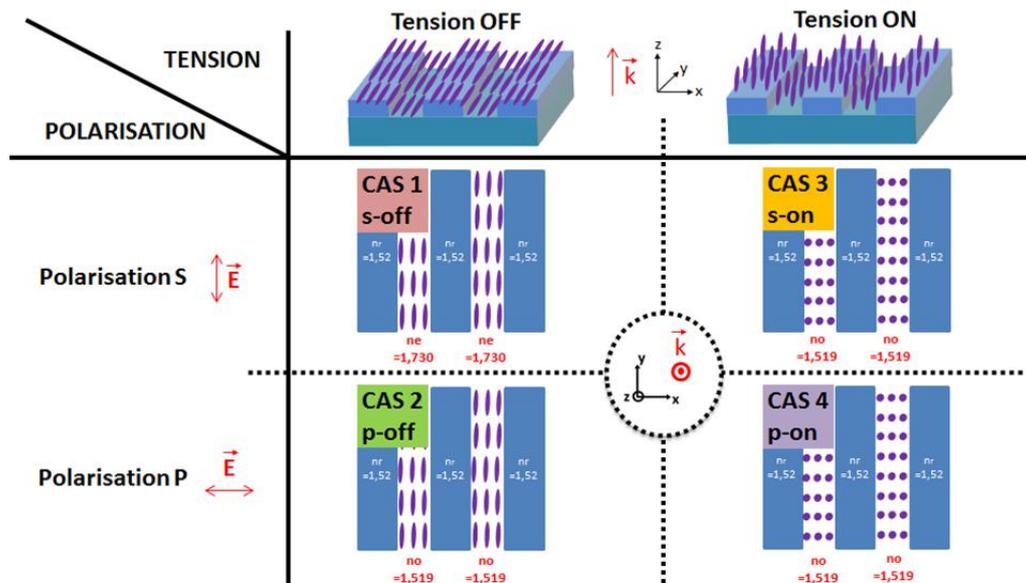


Figure 3-37 : Représentation des différents cas de figures selon l'orientation des cristaux liquides et la polarisation de la lumière. Le vecteur  $k$  représente la direction de la lumière incidente et  $E$  la polarisation de l'onde incidente.

Pour les CAS 3 et CAS 4, un champ électrique est appliqué perpendiculairement au substrat afin d'aligner les cristaux liquides de manière homéotrope. En supposant que les cristaux liquides soient parfaitement alignés suivant le champ électrique, le faisceau perçoit l'indice de réfraction ordinaire des cristaux liquides quel que soit la polarisation de la lumière (CAS 3 et 4, figure 3-37). La diffraction attendue est donc minimale.

Ces cas sont des configurations idéales et le but des caractérisations suivantes est justement d'estimer s'il est possible de s'en approcher ou si la présence d'une couche d'ancrage l'en empêche.

Nous commencerons par étudier les CAS 1 et CAS 2 comme témoin de l'alignement spontané des cristaux liquides à l'intérieur du réseau de diffraction (V-A). L'évolution de l'intensité diffractée lors de la mise sous tension en polarisation S pour passer du CAS 1 au CAS 3 permettra d'évaluer la mobilité des cristaux liquides (V-B). Identiquement, la mise sous tension en polarisation P, passant du CAS 2 au CAS 4, nous donnera des informations complémentaires (V-C).

Les différents échantillons dont la réalisation est détaillée partie II seront étudiés. Nous nous sommes cependant restreints à la présentation des résultats pour l'ordre 1 de diffraction des réseaux à facteur de remplissage proche de 0,5. La caractérisation de l'ordre 2 ou des réseaux à facteur de remplissage asymétrique n'ayant finalement pas apporté plus d'informations.

Afin de faciliter la lecture, nous généraliserons les structures à deux hauteurs de dents différentes : épaisses pour 850nm et fines pour 130nm même si, expérimentalement, cette hauteur varie selon la période (voir tableau 5 et figure 3-24). En revanche, tout résultat de simulation présenté prend en compte l'aspect microscopique exact mesuré.

Les résultats obtenus avec les structures réalisées par nano-impression ( $\lambda=880\text{nm}$ ,  $h_d=120\text{nm}$ ) seront superposés à ceux obtenus par photolithographie ( $\lambda=1,5$  ;  $2,5$  et  $5,0\mu\text{m}$ ) avec des faibles hauteurs de dent ( $h_d=120$  à  $130\text{nm}$ ). Ceci permet d'observer l'évolution des résultats pour une

période sub-micrométrique. Cependant, les résultats ne seront pas commentés au même titre que ceux réalisés par photolithographie, le matériau constituant le réseau de diffraction étant différent.

## V-A Etude de la diffraction des cellules sans tension

Nous allons dans un premier temps caractériser l'efficacité de diffraction des différents réseaux encapsulés dans une cellule en absence de tension (figure 3-28). En modulant la polarisation, nous allons ainsi étudier les deux premiers états schématisés en figure 3-37 (CAS 1 et CAS 2), c'est-à-dire l'alignement spontané des cristaux liquides dans une structure périodique.

### V-A-1 Etude du spectre de diffraction

Le spectre de diffraction ( $\lambda_{\text{incident}}=635\text{nm}$ ) des réseaux avec une hauteur de dents de 130nm pour des périodes allant de 1,5 à 5,0  $\mu\text{m}$  est présenté figure 3-38 pour les CAS 1 et CAS 2.

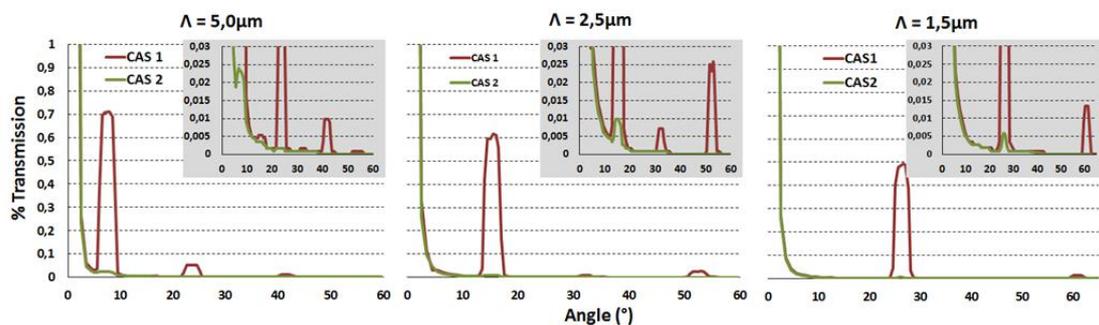


Figure 3-38 : Mesure du pourcentage de transmission (ordonnée) selon l'angle (abscisse) pour le CAS 1 (en rouge) et le CAS 2 (en vert) afin d'estimer le bruit de l'ordre 0 sur l'ordre 1.

Le premier constat est le passage d'un état diffractant (CAS 1, rouge) à un état peu ou non diffractant (CAS 2, vert) confirmant la théorie. En zoomant sur les faibles intensités, on remarque qu'un premier ordre de diffraction est également mesurable pour le CAS 2. Les ordres de diffraction plus élevés semblent en revanche beaucoup plus faibles dans le CAS 2.

Cette mesure du spectre de diffraction nous permet d'évaluer la précision du signal sur l'ordre 1 qui sera essentiellement mesuré par la suite. En effet, une part du signal provenant de l'ordre 0, qui est très intense, s'étend sur l'ordre 1. Cette part est négligeable quand on considère la mesure de diffraction dans le CAS 1 mais devient relativement importante dans le CAS 2. Evidemment, plus l'angle de diffraction est faible, plus on se rapproche de la normale et de l'ordre 0, plus l'influence de l'ordre 0 sur l'ordre 1 est importante. On a donc finalement un effet significatif pour une période de 5  $\mu\text{m}$  (dont la diffraction du premier ordre se situe à environ 8°) et beaucoup plus réduit pour une période d'1,5  $\mu\text{m}$  (angle de diffraction de 26°).

On évalue l'influence de l'ordre 0 sur l'ordre 1 à 0,017% pour une période de 5,0  $\mu\text{m}$ , 0,003% pour 2,5  $\mu\text{m}$  et 0,001% pour 1,5  $\mu\text{m}$ . Ces chiffres sont équivalents quelles que soit les hauteurs de dent des réseaux et le CAS considéré. Tous les résultats présentés par la suite prendront en compte ce bruit de l'ordre 0 qui sera soustrait à la valeur mesurée.

### V-A-2 Mesure de l'ordre 1 de diffraction et simulation RCWA

Les résultats expérimentaux sont récapitulés dans le tableau 6 et le tableau 7 et comparés avec des simulations effectuées par RCWA. Pour les calculs théoriques, la cellule a été décrite dans son

intégralité en prenant en compte les indices de réfraction à 635nm présentés figure 3-28. Les courbes de dispersion de chacune des couches ont été mesurées par éllipsométrie à l'exception des cristaux liquides E7, où l'on considère un indice de réfraction expérimental à 25°C tel que donné par Li *et al.* [158]. Les dimensions réelles des réseaux (tableau 5) sont également prise en compte. Les cristaux liquides sont ici considérés comme un milieu homogène d'indice  $n_e$  en polarisation S et  $n_o$  en polarisation P, c'est-à-dire comme parfaitement alignés.

Polarisation S (CAS 1)	$\Lambda_1=5\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	<b>0,71%</b> / 0,68%	<b>0,62%</b> / 0,64%	<b>0,48%</b> / 0,55%
$h_d = 0,85\mu\text{m}$	<b>19,8%</b> / 20,8%	<b>19,1%</b> / 17,8%	<b>17,6%</b> / 17,6%

Tableau 6 : Efficacité du premier ordre de diffraction en transmission (CAS 1).  
Comparaison **expériences** / simulations.

Dans le tableau 6 sont répertoriées les valeurs maximales de diffraction, lorsque la polarisation de l'onde incidente est parallèle à l'alignement des cristaux liquides (CAS 1, figure 3-37). Les valeurs de diffraction mesurées sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par simulation avec, toutefois, une certaine marge d'erreur qui sera discutée plus bas (V-A-4).

Polarisation P (CAS 2)	$\Lambda_1=5,0\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	<b>0,009%</b> / $2 \cdot 10^{-5} \%$	<b>0,007%</b> / $2 \cdot 10^{-5} \%$	<b>0,005%</b> / $2 \cdot 10^{-5} \%$
$h_d = 0,85\mu\text{m}$	<b>0,011%</b> / $7 \cdot 10^{-4} \%$	<b>0,006%</b> / $7 \cdot 10^{-4} \%$	<b>0,005%</b> / $6 \cdot 10^{-4} \%$

Tableau 7 : Efficacité du premier ordre de diffraction en transmission (CAS 2).  
Comparaison **expériences** / simulations.

Les mesures expérimentales du tableau 7 nous confirment une extinction drastique de la diffraction lorsque la polarisation est perpendiculaire au directeur des cristaux liquides (CAS 2, figure 3-37). On peut donc affirmer que l'alignement des cristaux liquides dans l'épaisseur de la cellule s'étend à l'intérieur du réseau de diffraction. On note cependant que la diffraction mesurée ( $5 \cdot 10^{-3}$  à  $1 \cdot 10^{-2} \%$ ) est bien supérieure à la diffraction calculée avec les courbes de dispersions des différents matériaux ( $2 \cdot 10^{-5}$  à  $7 \cdot 10^{-4} \%$ ). Ces simulations prennent en compte un indice de réfraction de l'ULIS de 1,520 contre 1,519 pour les cristaux liquides, soit un  $\Delta n = 10^{-3}$  à 635nm (figure 3-12).

Le principe général illustré par la figure 3-37 (CAS 1 et CAS 2) est vérifié et confirme donc l'alignement général des cristaux liquides dans la structure, comme le laissait supposer les images entre polariseurs croisés (figure 3-32). On note tout de même une faible différence entre les mesures expérimentales et les calculs théoriques. Cette différence provient-elle d'un léger défaut d'alignement des cristaux liquides ? Ou est-ce simplement une incertitude sur les paramètres physiques de la structure dans son ensemble ?

### V-A-3 Comparaison avec liquide d'indice

Afin de comparer les simulations avec plus de points expérimentaux et ainsi valider nos simulations, des cellules ont été préparées avec des réseaux de 850nm imprégnés de différents liquides d'indice (Cargille Labs) et caractérisées exactement de la même manière. Les résultats sont comparés avec des simulations où l'indice de réfraction entre les réseaux varie entre 1.5 et 1.75 (figure 3-39).

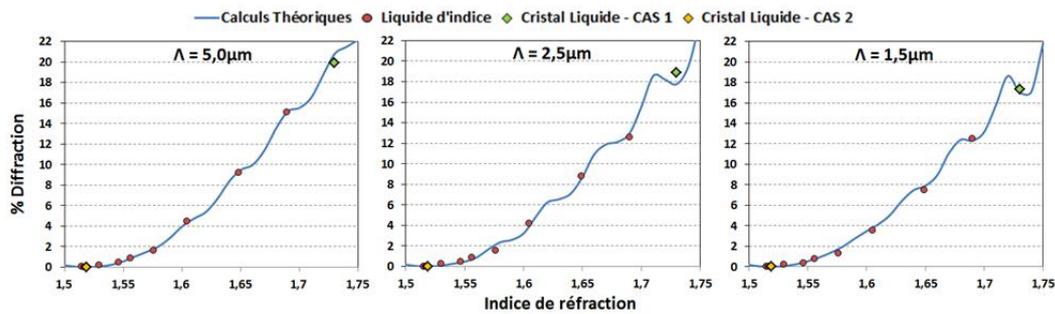


Figure 3-39 : Comparaison entre mesures expérimentales avec liquides d'indice ou cristaux liquides et calculs théoriques pour une hauteur de dent de 800nm.

Le pourcentage de diffraction théorique augmente logiquement le  $\Delta n$  du réseau de diffraction avec quelques oscillations dues aux interférences dans les couches épaisses. La comparaison avec les mesures expérimentales démontre d'une part, un très bon accord entre données expérimentales et simulation et d'autre part, une correspondance entre les valeurs mesurées avec cristal liquide ou liquide d'indice. En effet, les points de mesure entre CL et liquide d'indice sont analogues. On notera que pour la zone où le  $\Delta n$  est proche de zéro, la diffraction n'est pas complètement éteinte que ce soit avec des cristaux liquides ou des liquides d'indice. Les valeurs sont résumées dans le tableau 8.

	$\Lambda_1=5,0\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
<b>CAS 2, n=no</b>	<b>0,011%</b>	<b>0,006%</b>	<b>0,005%</b>
nL = 1,515	0,030%	0,029%	0,039%
nL = 1,517	0,019%	0,021%	0,016%
nL = 1,520	0,011%	0,012%	0,009%
nL = 1,53	0,22%	0,24%	0,23%

Tableau 8 : Efficacité du 1er ordre de diffraction en transmission pour des réseaux de 850nm de hauteur de dent (CAS 2). Comparaison cristal liquide / liquide d'indice.

On constate que le pourcentage de diffraction est extrêmement faible lorsqu'on s'approche d'un indice 1,52. Il est cependant difficile d'avoir un pourcentage de diffraction considéré comme parfaitement nul et donc non mesurable de par l'incertitude sur les courbes de dispersion des différents matériaux (résine U-LIS, cristal liquide ou liquide d'indice) qui est supérieur à  $10^{-3}$  (V-A-4).

Finalement, il semble donc que le cristal liquide se comporte comme des liquides d'indice  $n_o$  et  $n_e$  lorsque la polarisation incidente est parallèle ou perpendiculaire à son directeur et on peut ainsi considérer que les cristaux liquides sont parfaitement alignés dans les réseaux de diffraction. S'il existe parfois un léger décalage entre les simulations et la pratique, cela pourrait provenir de certains paramètres incertains sur le système.

#### V-A-4 Sources d'erreurs et incertitude

Sur la figure 3-39, les courbes théoriques comportent des oscillations qui peuvent varier selon l'épaisseur des couches du système. Or, si la plupart des épaisseurs considérées sont assez précises (substrats et couches déposées), ce n'est pas le cas de l'épaisseur de la cellule. En effet, les spacers de  $7\mu\text{m}$  dispersés dans la colle utilisée et l'encapsulation effectuée manuellement ne permettent pas d'obtenir une épaisseur complètement homogène. De plus, cette épaisseur est difficilement mesurable avec précision en présence des réseaux de diffraction.

Nous avons donc souhaité observer l'influence de différents paramètres de la structure (épaisseur de cellule, facteur de remplissage, hauteur de dent) sur les résultats des simulations de diffraction afin d'estimer les marges d'erreur. L'influence de ces paramètres est tout d'abord étudiée de manière indépendante en considérant les structures précédentes de  $5,0\mu\text{m}$  de période, imprégnés d'un liquide d'indice 1.73 (figure 3-40).

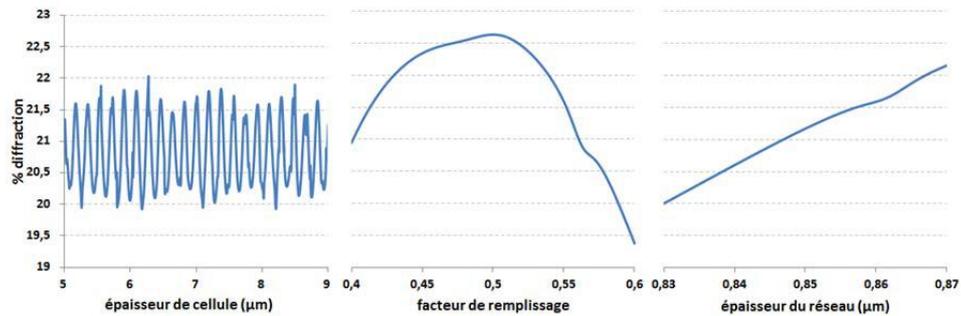


Figure 3-40 : Etude de l'influence théorique des différents paramètres incertains pris indépendamment.

On constate que chacun de ces paramètres dont on fait varier la valeur indépendamment peut modifier la diffraction théorique de 2 à 3%. On a alors voulu comparer les mesures expérimentales des cristaux liquides et liquides d'indice avec des calculs théoriques dans lesquels entre en compte une incertitude sur l'ensemble de ces paramètres. Les courbes tracées figure 3-39 sont alors remplacées par une « enveloppe » prenant en compte une marge d'erreur qui est à peu près la même quelle que soit la période (figure 3-41).

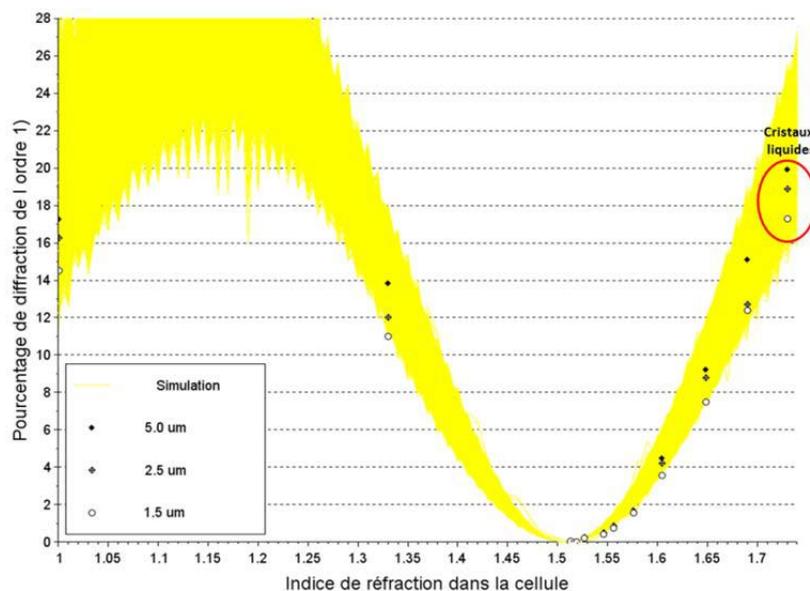


Figure 3-41 : Comparaison entre mesures expérimentales avec liquides d'indice ou cristaux liquides et calculs théoriques avec une épaisseur de cellule de  $6,5$  à  $7,5\mu\text{m}$ , un facteur de remplissage de  $0,5$  à  $0,6$  et une hauteur de dent de  $830$  à  $860\text{nm}$ .

Lorsque l'on prend en compte l'ensemble des incertitudes du système, on se rend compte que les valeurs mesurées expérimentalement sont bien en accord avec les simulations. Cela explique donc les quelques variations entre valeurs théoriques et expérimentales observées dans le tableau 6.

En plus des paramètres incertains discutés ci-dessus, il faut également considérer l'importance de l'incertitude sur la courbe de dispersion des matériaux. En effet, le  $\Delta n$  théorique entre  $n_o$  et  $n_{ULIS}$  à 635nm est estimé à  $10^{-3}$  sans prendre en compte l'incertitude sur les indices de réfraction :

- L'indice de réfraction de la résine U-LIS est mesuré par éllipsométrie. L'erreur sur la mesure est estimée à  $5 \cdot 10^{-3}$ .
- Concernant l'indice ordinaire des cristaux liquides qui dépend, en plus, de la température, l'erreur est estimée à  $1 \cdot 10^{-3}$  [158]. Cette incertitude est amplifiée par un angle de pré-tilt inconnu (angle entre le plan de la surface et le directeur des cristaux liquides dépendant de la nature de la couche d'alignement, voir chapitre 2-I-C-2) et est finalement estimée à  $5 \cdot 10^{-3}$ .
- Pour ce qui est des liquides d'indice, une valeur est donnée sur l'indice à 587,56nm ( $n_d$ ) et 656,27nm ( $n_c$ ) avec une approximation de  $1 \cdot 10^{-3}$ . Ces données sont ensuite interpolées pour obtenir l'indice à 635nm, ce qui accentue l'incertitude.

**L'erreur sur l'indice de réfraction étant doublée lorsque l'on considère le  $\Delta n$  du réseau de diffraction, on considère une incertitude d'environ  $10^{-2}$ .**

Si l'incertitude sur le  $\Delta n$  du réseau ( $10^{-2}$ ) a peu d'influence dans le CAS 1 où les valeurs de diffraction sont élevées, son impact ne peut être négligé pour les faibles valeurs du CAS 2 présentées dans le tableau 7 et le tableau 8. Cela sera discuté ultérieurement dans la partie VI, concernant la caractérisation des cellules avec une lumière blanche.

### V-A-5 Bilan

La caractérisation de la diffraction en transmission permet de constater que les cristaux liquides sont alignés à l'intérieur des réseaux de diffraction. Ce qui est en accord avec les observations faites au microscope optique entre polariseurs croisés.

L'extinction relative à la polarisation détermine le pourcentage d'atténuation de la diffraction obtenue en passant d'une polarisation S (CAS 1 diffractant) à une polarisation P (CAS 2 non-diffractant).

$$Extinction = \frac{\%diffraction(CAS1) - \%diffraction(CAS2)}{\%diffraction(CAS1)} \times 100$$

Les résultats sont récapitulés dans le tableau 9.

EXTINCTION	$\Lambda 1=5,0\mu m$	$\Lambda 2=2,5\mu m$	$\Lambda 3=1,5\mu m$
$h_d = 0,13\mu m$	98,73%	98,83%	98,96%
$h_d = 0,85\mu m$	99,94%	99,96%	99,97%

Tableau 9 : Diffraction dans le CAS 2 normalisées par rapport à la diffraction mesurée dans le CAS 1.

Avec une rotation de la polarisation de  $90^\circ$ , la diffraction s'éteint de 98,7 à 99,97% selon la période ou la hauteur de dent.

### V-B Etude de la polarisation S en tension

Afin d'étudier la mobilité des cristaux liquides dans le réseau, une tension est appliquée dans l'épaisseur de la cellule. Le champ électrique résultant permet d'orienter les cristaux liquides de manière homéotrope. Lorsque l'onde incidente est en polarisation S, on devrait éteindre ainsi la diffraction en passant du CAS 1 au CAS 3,.

### V-B-1 Mesure du pourcentage de diffraction sous tension

Les résultats de diffraction des différentes cellules soumises à une montée en tension progressive sont présentés figure 3-42. La lumière incidente est en polarisation S et la mise en tension de la cellule va ainsi permettre de s'approcher du CAS 3 (figure 3-37), en partant d'un état diffractif initial correspondant au CAS 1 caractérisé préalablement.

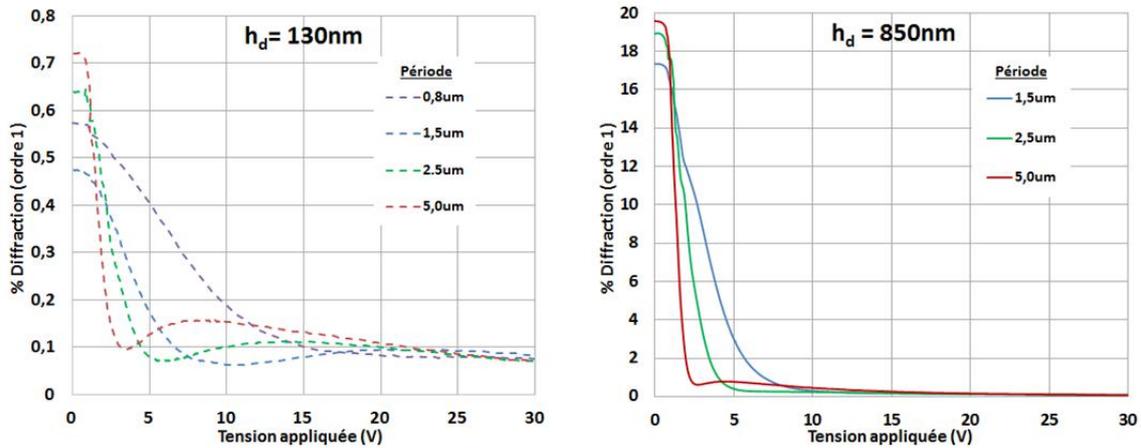


Figure 3-42 : Caractérisation de la diffraction (ordonnée) des réseaux avec montée progressive en tension (abscisse) pour un faisceau incident en polarisation S. La période du réseau est de 0,8 $\mu\text{m}$  (en violet), 1,5 $\mu\text{m}$  (en bleu), 2,5 $\mu\text{m}$  (en vert) ou 5,0 $\mu\text{m}$  (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (pointillé, à gauche) et de 850nm (continu, à droite).

Si la diffraction initiale n'est évidemment pas du même ordre pour chacune des hauteurs de dents, on remarque que l'allure des courbes est similaire. On peut en effet distinguer deux régimes différents dans la chute de la diffraction :

- un régime à forte variation de la diffraction à basse tension
- un régime à faible variation de la diffraction à tension élevée

Les valeurs de transition entre ces deux régimes sont récapitulées dans le tableau 10 en considérant que le régime à faible variation est atteint pour des pourcentages de diffraction inférieurs à 0,1% et 0,7% pour les hauteurs de dent de 130 et 850nm respectivement. Ces valeurs choisies arbitrairement correspondent au premier minimum obtenu pour  $\Lambda=5,0\mu\text{m}$ .

	$\Lambda_1=5,0\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	3V	4,2V	7,2V
$h_d = 0,85\mu\text{m}$	2,8V	4,3V	7,6V

Tableau 10 : Valeurs de la tension de transition entre les deux régimes (valeur prise lorsqu'on passe en dessous de 0,7% de diffraction avec les réseaux de 850nm et au-dessous de 0,1% avec les réseaux de 130nm).

Ces résultats montrent de manière assez évidente que la hauteur des dents n'a pas d'effet notable sur la tension de transition entre les deux régimes. En revanche, on remarque une influence significative de la période : plus la période du réseau est faible, plus cette tension de transition est élevée.

La chute de diffraction observée montre que les cristaux liquides commencent à s'orienter selon le champ électrique à l'intérieur du réseau à partir d'une tension d'1V quelle que soit la période de la structure. Un premier minimum de diffraction est atteint pour une tension d'environ 7,5V ; 4,2V et 3,0V pour des périodes de 1,5 ; 2,5 et 5,0 $\mu\text{m}$  respectivement.

L'observation entre polariseurs croisés d'une légère biréfringence pour des tensions d'1 à 3V entre les dents du réseau de 5,0 $\mu\text{m}$  de période (figure 3-33) est en accord avec ces observations.

### V-B-2 Etude du régime à forte variation de diffraction

En isolant les valeurs de diffraction dans le premier régime, on peut alors calculer la pente  $P_1$  de la courbe représentant le pourcentage de diffraction en fonction de la tension appliquée. La figure 3-43 illustre le calcul de la pente du premier régime à forte variation de diffraction pour les différentes structures.

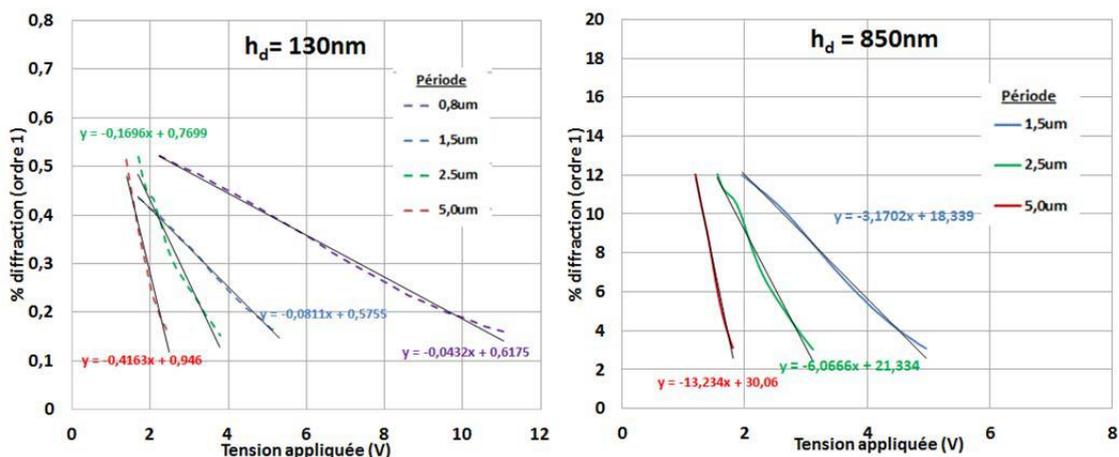


Figure 3-43 : Calcul du coefficient directeur  $P_1$  de la chute de diffraction lors du premier régime pour les différentes structures. La période du réseau est de 0,8 $\mu\text{m}$  (en violet), 1,5 $\mu\text{m}$  (en bleu), 2,5 $\mu\text{m}$  (en vert) ou 5,0 $\mu\text{m}$  (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (pointillé, à gauche) et de 850nm (continu, à droite).

Le tableau 11 indique les valeurs de  $P_1$  mesurées pour les différents réseaux.

Régime 1 - Pente	$\Lambda_1=5,0\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	0,42 $\text{V}^{-1}$ (0,60)	0,17 $\text{V}^{-1}$ (0,28)	0,08 $\text{V}^{-1}$ (0,17)
$h_d = 0,85\mu\text{m}$	13,23 $\text{V}^{-1}$ (0,66)	6,07 $\text{V}^{-1}$ (0,31)	3,17 $\text{V}^{-1}$ (0,18)

Tableau 11 : Pente  $P_1$  mesurée lors du premier régime pour les différents réseaux de diffraction caractérisés. La pente normalisée par rapport à la diffraction initiale est indiquée en italique entre parenthèse.

À période égale, la hauteur de dent a une influence significative sur pente. Cependant, lorsque ces valeurs sont normalisées par rapport au pourcentage de diffraction initial,  $h_d$  n'a plus d'effet. L'influence de la hauteur de dent sur la pente est donc due issue de l'intensité diffractive initiale.

Pour une même hauteur de dent en revanche, les réseaux de petites périodes ont une pente plus faible, qu'elle soit normalisée ou non. Le confinement des cristaux liquide a donc un effet direct sur leurs mobilités et l'augmentation de la surface spécifique (c'est à dire des flancs de réseaux) restreint le mouvement des molécules.

Lors de ce régime à faible tension, on remarque également que la période et la hauteur de dent ont un effet direct sur le pourcentage de diffraction du réseau comme le montre les valeurs du tableau 12, comparant le pourcentage de diffraction de chaque structure pour  $U=2,5\text{V}$ .

Régime 1 - % diffraction à 2,5V	$\Lambda_1=5,0\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	0,15%	0,29%	0,4%
$h_d = 0,85\mu\text{m}$	0,7%	5,7%	10,6%

Tableau 12 : Pourcentage diffraction des différents réseaux lors du premier régime ( $U=2,5V$ ).

Pour le premier régime, plus la période est élevée plus la diffraction est faible. La hauteur de dent a également une influence sur la diffraction car, comme à l'état initial, plus le réseau est épais, plus le pourcentage de diffraction du premier ordre est élevé.

Le confinement des cristaux liquides dans des structures de faibles périodes contraint leurs mobilités. Ainsi la chute de diffraction du premier régime est plus lente pour une structure de faible période. À tension fixe lors de ce régime, la hauteur de dent et la période ont une influence significative sur la diffraction. La présence de couches d'ancrage sur les bords verticaux et horizontaux du réseau justifie l'influence de la période et de la hauteur de dent (voir partie I-C). En effet, plus la période est faible et la hauteur de dent élevée, plus la surface spécifique du réseau est importante et donc, plus les couches d'ancrage ont une influence sur la diffraction.

### V-B-3 Etude du régime à faible variation de diffraction

Après la chute de la diffraction, correspondant au premier régime, on atteint un second régime dans lequel la variation de la diffraction est beaucoup plus faible. Les valeurs du coefficient directeur  $P_2$ , calculées figure 3-44, sont récapitulées dans le tableau 13.

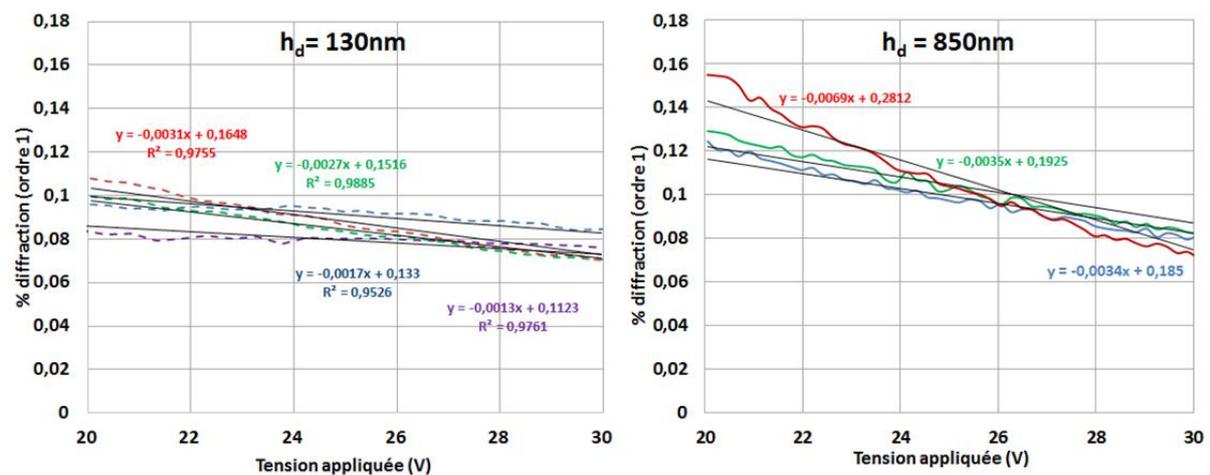


Figure 3-44 : Calcul du coefficient directeur  $P_2$  de la chute de diffraction lors du deuxième régime pour les différentes structures. La période du réseau est de  $0,8\mu\text{m}$  (en violet),  $1,5\mu\text{m}$  (en bleu),  $2,5\mu\text{m}$  (en vert) ou  $5,0\mu\text{m}$  (en rouge) pour une hauteur de dent de  $130\text{nm}$  (pointillé, à gauche) et de  $850\text{nm}$  (continu, à droite).

Régime 2 - Pente	$\Lambda_1=5\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
$h_d = 0,13\mu\text{m}$	$0,003 \text{ V}^{-1}$	$0,003 \text{ V}^{-1}$	$0,002 \text{ V}^{-1}$
$h_d = 0,84\mu\text{m}$	$0,007 \text{ V}^{-1}$	$0,003 \text{ V}^{-1}$	$0,003 \text{ V}^{-1}$

Tableau 13 : Pente  $P_2$  mesurée lors du deuxième régime pour les différents réseaux de diffraction caractérisés.

La diffraction tend vers un minimum à haute tension avec une pente beaucoup plus faible que durant le premier régime. L'influence de la période et de la hauteur de dent sur cette pente n'est plus significative (tableau 11).

On remarque en effet que le pourcentage de diffraction tend vers des valeurs similaires quelles que soient la hauteur de dent et la période du réseau. La figure 3-45 sur laquelle sont superposées les évolutions de la diffraction en fonction de la tension des deux hauteurs de dent illustre cela.

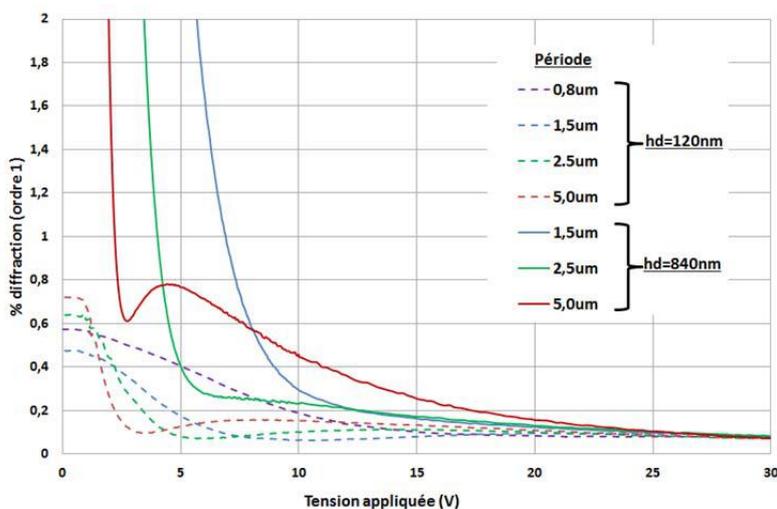


Figure 3-45 : Caractérisation de la diffraction (ordonnée) des différents réseaux avec montée progressive en tension (abscisse) pour un faisceau incident en polarisation S. La période du réseau est de 0,8µm (en violet), 1,5µm (en bleu), 2,5µm (en vert) ou 5,0µm (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (pointillé) et de 850nm (continu).

Si les valeurs de diffraction initiale sont très différentes, les courbes commencent à se rapprocher autour de 10-15V pour être quasiment superposées à 30V.

Régime 2 - % diffraction à 30V	$\Lambda_1=5\mu\text{m}$	$\Lambda_2=2,5\mu\text{m}$	$\Lambda_3=1,5\mu\text{m}$
hd=0,13µm	0,071%	0,070%	0,084%
hd=0,85µm	0,074%	0,083%	0,079%

Tableau 14 : Pourcentage diffraction des différents réseaux lors du deuxième régime (U=30V).

La diffraction tend vers une valeur comprise entre 0,07% et 0,085% à 30V indépendamment de la période ou de la hauteur de dent. Ces valeurs de diffraction correspondent à un  $\Delta n$  d'environ 0,05 pour un réseau de 130nm de hauteur et à  $\Delta n=0,01$  pour  $h_d=850\text{nm}$ .

À partir de 15-20V, la forme de la structure (période ou hauteur de dent) ne semble plus avoir d'influence sur la diffraction. La diffraction continue cependant de diminuer très faiblement pour des tensions appliquées supérieures à 30V.

La diffraction résiduelle à 30V, qui est d'environ 0,075%, est bien supérieure à celle mesurée pour le CAS 2 ( $\approx 0,01\%$ ). Ainsi, si l'on considère que la diffraction dans le CAS 2 est due à une incertitude sur le  $\Delta n$  entre l'indice ordinaire des cristaux liquides et la résine ULIS, ce n'est pas le cas ici.

Il y a donc une partie des cristaux liquides qui ne sont pas parfaitement alignés de manière homéotrope selon le champ électrique appliqué. La période ou la hauteur de dent du réseau n'ayant pas d'influence sur la diffraction résiduelle, on peut estimer que les couches d'ancrage verticales sont négligeables (voir partie I-C).

**La diffraction résiduelle, à haute tension, est ainsi due à la présence de couches d'ancrage horizontales ou à l'alignement des molécules selon les inhomogénéités de champ (observées entre polariseurs croisés).**

### V-B-4 Normalisation de la diffraction

Afin de pouvoir mettre en évidence la capacité des cristaux liquides à éteindre la diffraction, les résultats précédents ont été normalisés par rapport à la diffraction de l'ordre 1 dans le CAS 1. Ainsi l'extinction de la diffraction peut être comparée selon la forme du réseau considéré (figure 3-46).

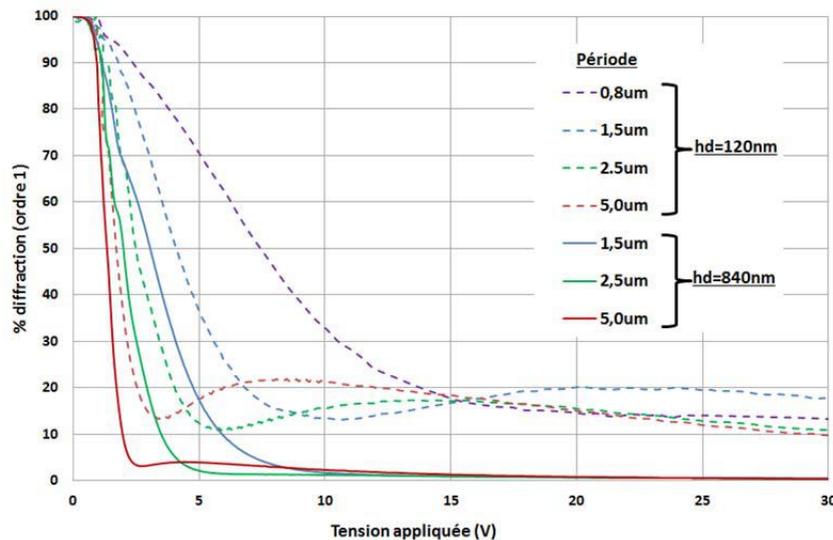


Figure 3-46 : Caractérisation de la diffraction normalisée par rapport à la diffraction initiale (ordonnée) des différents réseaux avec montée progressive en tension (abscisse) pour un faisceau incident en polarisation S. La période du réseau est de 0,8µm (en violet), 1,5µm (en bleu), 2,5µm (en vert) ou 5,0µm (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (pointillé) et de 850nm (continu).

Les résultats précédents montraient l'obtention d'un pourcentage de diffraction similaire quelle que soit la hauteur de dent du réseau. Logiquement, ce n'est pas le cas lorsque l'on normalise les résultats car la diffraction initiale est loin d'être équivalente.

La diffraction résiduelle, à 30V, représente environ 1% de la diffraction initiale pour des réseaux de 850nm de hauteur de dent et plus de 10% pour des réseaux de 130nm. Cela confirme la présence de couches d'ancrage horizontales qui, comme évoqué partie I-C, n'ont pas d'influence sur la diffraction brute mais sur la diffraction relative (en proportion à l'épaisseur).

Si l'intensité de diffraction de l'ordre 1 mesurée est très faible à haute tension, elle n'est donc pas négligeable relativement à la diffraction initiale dans le cas de réseaux peu profonds. Or ces dimensions de réseaux, d'une centaine de nanomètres d'épaisseur, correspondent à celles qui seront utilisées pour la réalisation de GMRF.

### V-B-5 Bilan

Pour conclure, on distingue deux régimes :

- un régime à forte variation de la diffraction à basse tension qui permet d'éteindre 97-98% de la diffraction initiale pour une hauteur de dent 850nm et 87-88% pour des réseaux de 130nm d'épaisseur. La tension pour arriver à ce minimum dépend de la période du réseau : il faudra environ 3V pour une période de 5,0µm, 5V pour une période de 2,5µm et 8V pour une période de 1,5µm et jusqu'à 15V pour  $\Lambda=880\text{nm}$ .

Au cours de ce régime, les cristaux liquides s'alignent progressivement à l'intérieur du réseau réduisant l'épaisseur des couches d'ancrage verticales et horizontales. On suppose qu'au

terme de ce régime, il ne reste que des couches d'ancrage horizontales, les couches d'ancrage verticales étant négligeables.

- un régime à faible variation de diffraction à haute tension (15-30V) qui permet d'éteindre plus de 90% ou 99% de la diffraction initiale pour les réseaux de respectivement 130 ou 850nm.

Au cours de ce régime, une faible diffraction résiduelle est progressivement et lentement éliminée. Cette diffraction est due à la présence d'une couche d'ancrage horizontale sur le réseau ou à la présence d'inhomogénéité de champ dont l'effet va être discuté dans la partie suivante.

On notera que l'évolution de la diffraction avec la tension est réversible. En effet, les résultats obtenus lors d'une diminution de la tension sont superposables à ceux présentés ici, lors de la mise sous tension de la cellule.

Entre ces deux régimes, on remarque un régime « transitoire » avec une montée très légère de la diffraction puis une redescende. Ce « rebond », faible en intensité, est probablement dû aux inhomogénéités de champ (IV-B-3).

## V-C Etude de la polarisation P en tension

La mise sous tension de la cellule pendant la caractérisation de l'ordre 1 en polarisation P permet de passer du CAS 2 au CAS 4.

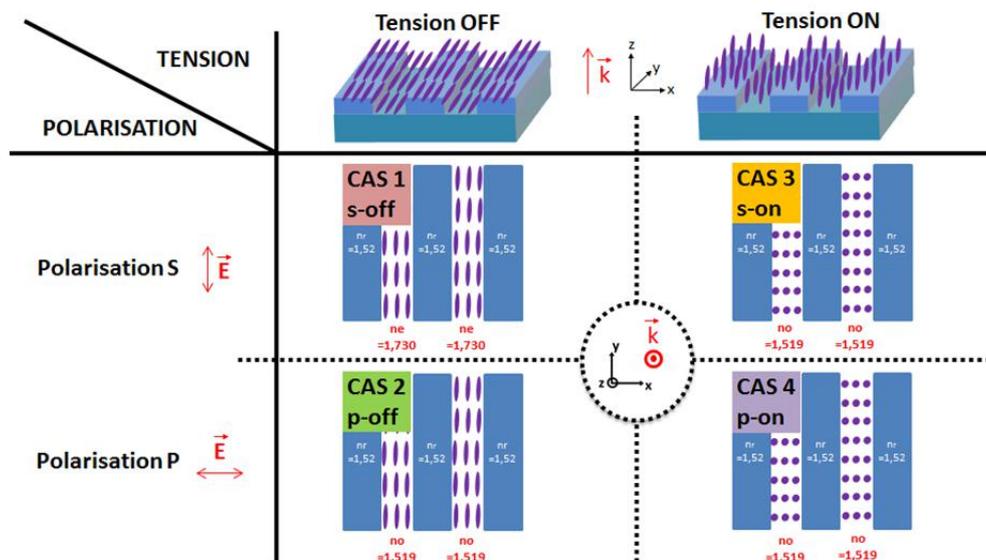


Figure 3-47 : Représentation des différents cas de figures selon l'orientation des cristaux liquides et la polarisation de la lumière. Le vecteur  $k$  représente la direction de la lumière incidente et  $E$  la polarisation de l'onde incidente.

Si on se réfère à la figure 3-47, la diffraction d'une cellule caractérisée par un faisceau incident de polarisation P devrait être nulle avec ou sans tension (CAS 2 et CAS 4). De plus, pour un alignement des cristaux liquides intermédiaire entre planaire et homéotrope, une onde incidente en polarisation P ne devrait voir que l'indice ordinaire des cristaux liquides (figure 3-48)

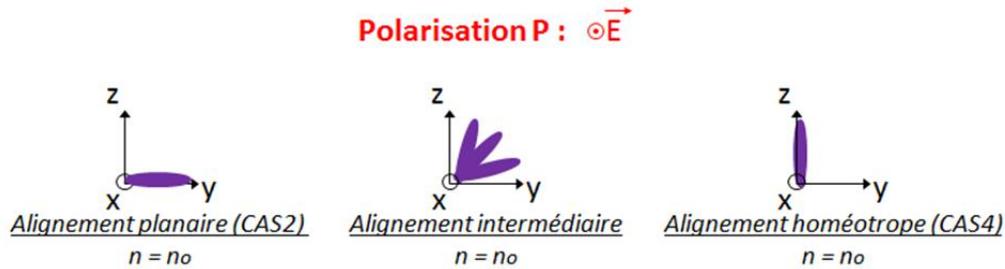


Figure 3-48 : Processus d'alignement des molécules lors de l'application du champ électrique selon z depuis l'état initialement planaire à l'état homéotrope.

Ainsi, une éventuelle couche d'ancrage, voire une molécule en transition entre son alignement initial (selon y) et son orientation selon le champ électrique (selon z), ne devrait avoir aucune influence sur la diffraction en polarisation P (selon x). La diffraction, initialement très faible dans le CAS 2 (voir partie V-A-2), ne devrait donc pas évoluer lors de l'application d'une tension.

### V-C-1 Mesure du pourcentage de diffraction sous tension

Les mesures présentées en figure 3-49 démontrent pourtant une modulation de l'intensité diffractée selon la tension appliquée.

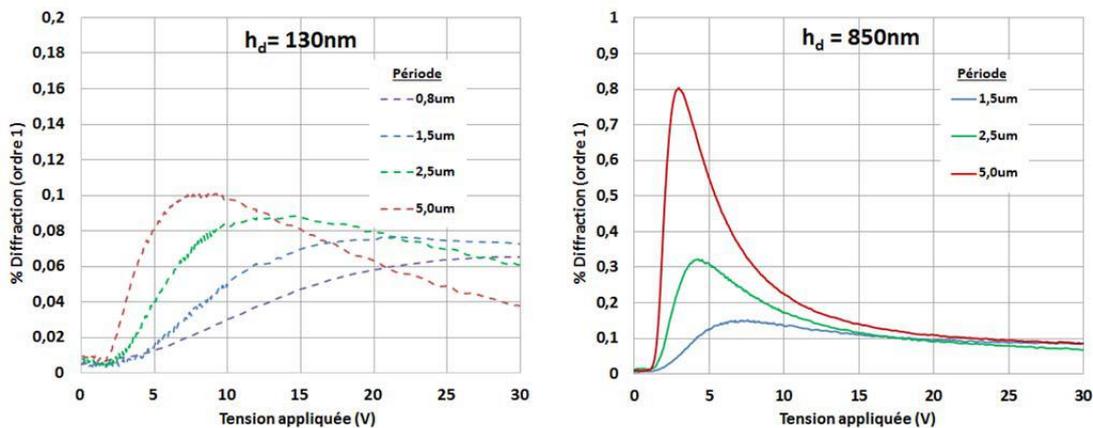


Figure 3-49 : Caractérisation de la diffraction (ordonnée) des différents réseaux avec montée progressive en tension (abscisse) pour un faisceau incident en polarisation P. La période du réseau est de 0,8 $\mu$ m (en violet), 1,5 $\mu$ m (en bleu), 2,5 $\mu$ m (en vert) ou 5,0 $\mu$ m (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (pointillé, à gauche) et de 850nm (continu, à droite).

L'évolution de la diffraction en polarisation P ne peut pas être expliquée par une éventuelle couche d'ancrage telle que décrite précédemment. Un autre phénomène est donc à l'origine des résultats observés : il s'agit des inhomogénéités du champ électrique dans la cellule, définies partie IV-B-3.

Les effets de champ étant réguliers, avec une période égale à celle du réseau formé par la résine, ils peuvent donc être sources de diffraction. C'est en tout cas ce que semble révéler ces caractérisations. L'intensité diffractée créée par « ce réseau sur le réseau » semble atteindre un maximum, à une tension dépendant de la période et diminue ensuite.

Ces effets de champ peuvent être simulés dans un état fixe en faisant varier la période et la hauteur de dent du réseau, comme cela a été fait pour obtenir la figure 3-35. Mais pour simuler de manière dynamique le mouvement des cristaux liquides, le problème devient plus complexe. En effet, les cristaux liquides présentent une anisotropie diélectrique et si leur alignement dépend du champ électrique, les inhomogénéités de champ vont également dépendre de leurs orientations. Il existe donc une interdépendance des paramètres très complexe à simuler.

Si nous ne sommes pas allés plus loin dans ces calculs, on peut remarquer que la forme de l'évolution de la diffraction en fonction de la tension est du même type que ce qui a été observé par R.G Lindquist [106] avec des électrodes interdigitées (voir Chapitre 1-II-A-1). Or, la formation des inhomogénéités de champ est analogue avec des électrodes interdigitées.

### V-C-2 Comparaison de la montée en tension des polarisations S et P

Sur la figure 3-50, sont superposées la mise sous tension de la polarisation P (CAS 1 à CAS 3) et de la polarisation S (CAS 2 à CAS 4).

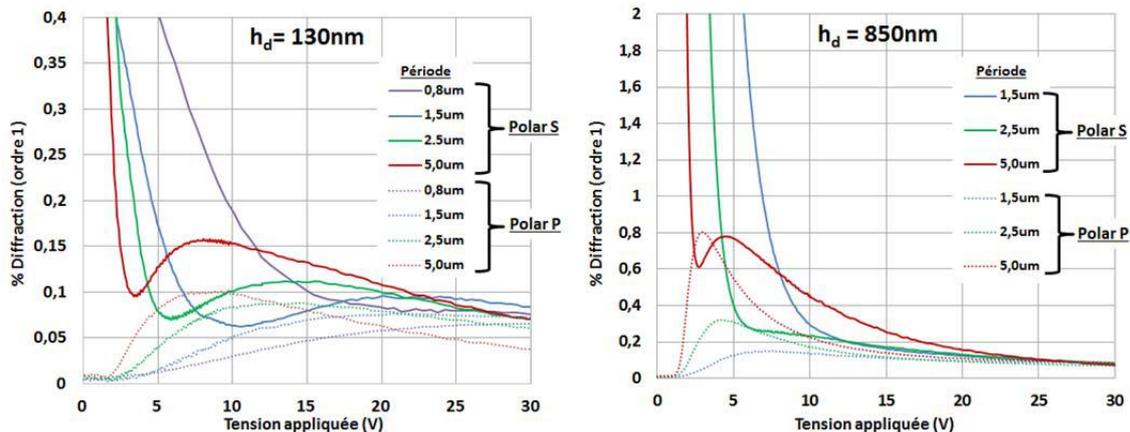


Figure 3-50 : Caractérisation de la diffraction (ordonnée) des différents réseaux avec montée progressive en tension (abscisse). Comparaison des deux polarisations incidentes S (continu) et P (pointillé). La période du réseau est de 0,8  $\mu\text{m}$  (en violet), 1,5  $\mu\text{m}$  (en bleu), 2,5  $\mu\text{m}$  (en vert) ou 5,0  $\mu\text{m}$  (en rouge) pour une hauteur de dent de 130nm (à gauche) et de 850nm (à droite).

On constate que la forme du « rebond » est comparable, en tension et en intensité, pour les deux polarisations. Les inhomogénéités de champ observés entre polariseurs croisés induisent un alignement intermédiaire des molécules de cristal liquide dans le volume (x,y,z). Une composante de l'indice extraordinaire des cristaux liquides est alors perceptible par l'onde lumineuse incidente dans les deux polarisations étudiées. Ce qui explique que le « rebond » apparaisse lors des caractérisations en polarisation S et en polarisation P.

### V-C-3 Bilan

Les caractérisations en polarisation P permettent de constater l'effet des inhomogénéités de champ sur la diffraction. Ces effets de champ sont sûrement à l'origine du rebond observé en polarisation P, comme en polarisation S.

Cependant, rien ne prouve que la diffraction résiduelle à plus de 30V soit uniquement due au réseau formé par les inhomogénéités de champ. En effet, le fait que la diffraction ne s'éteigne pas totalement dans les CAS 3 et CAS 4 peut être aussi le résultat du mauvais alignement des cristaux liquides en bord de réseau, formant des couches d'ancrage horizontales.

La figure 3-51 compare le demi-spectre de diffraction d'un réseau de 130nm de hauteur de dent pour une tension de 50V dans les deux polarisations ; S représentant le CAS 3 et P représentant le CAS 4.

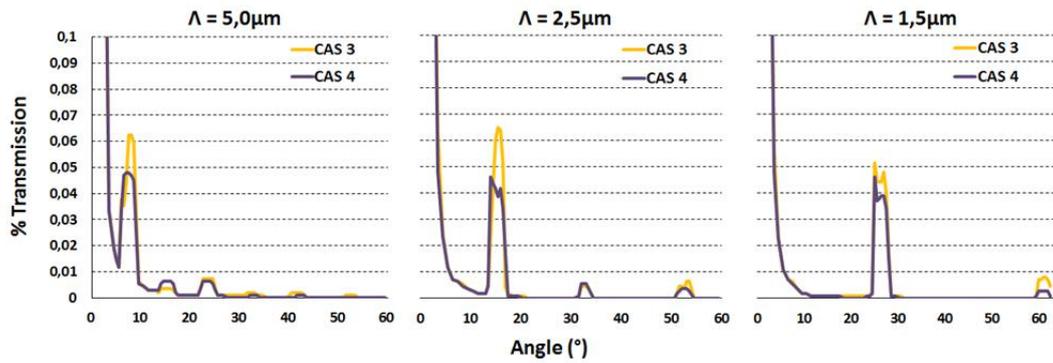


Figure 3-51 : Spectre de diffraction d'un réseau de 130nm de hauteur de dent et de période allant de 1.5 à 5 $\mu$ m lors de l'application d'une tension de 50V en polarisation S (CAS 3) et P (CAS 4).

## VI Caractérisation des cellules en lumière blanche

Afin de comparer les résultats de diffraction avec des simulations pour éventuellement répondre aux différentes interrogations, il est nécessaire d'avoir une multitude de points expérimentaux. Pour cela, des caractérisations en lumière blanche, permettant d'obtenir un spectre de diffraction dans le visible, ont été effectuées.

Le montage réalisé pour caractériser les échantillons avec une lumière blanche est schématisé sur la figure 3-52.

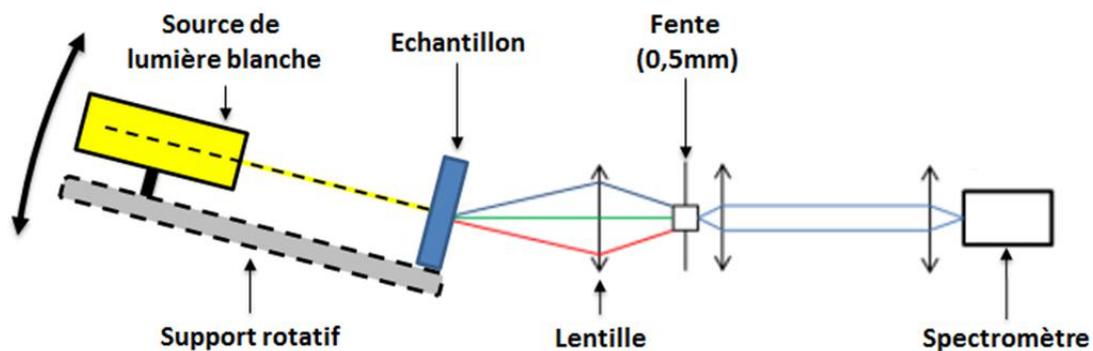


Figure 3-52 : Montage expérimental mis en place pour la caractérisation des échantillons en lumière blanche.

Une source de lumière blanche est placée en incidence normale par rapport à l'échantillon, tous deux placés sur un support tournant. La lumière blanche est décomposée par le réseau, chaque longueur d'onde étant diffractée à un angle particulier. Le signal diffracté est ensuite dirigé vers un spectromètre (QE65000, Ocean Optics) afin d'en mesurer l'intensité selon la longueur d'onde. Le support rotatif permet de modifier l'angle de détection, c'est à dire la longueur d'onde diffractée et mesurée par le spectromètre. Ainsi, il est possible de scanner la diffraction sur toute la gamme du visible en pivotant l'échantillon. Cette expérience permet donc d'obtenir le spectre d'efficacité de diffraction dans le visible du réseau étudié.

Nous allons dans un premier temps présenter les spectres de diffraction obtenus sans tension dans les deux polarisations (VI-A) avant d'étudier l'évolution du spectre en polarisation S lorsqu'un champ électrique est appliqué (VI-B). Nous comparerons ensuite les résultats avec des simulations

effectuées par RCWA (VI-C) pour conclure sur la difficulté de confronter résultats expérimentaux et calculs théoriques compte tenu des incertitudes (VI-D).

Nous présenterons seulement les résultats obtenus avec un réseau d' $1,5\mu\text{m}$  de période ( $Fr=0.5$ ) et de  $850\text{nm}$  de hauteur de dent. Cet échantillon est différent de celui dont les résultats de caractérisations sont présentés partie II, c'est pourquoi l'évolution de la diffraction à  $635\text{nm}$  en fonction de la tension de ce nouvel échantillon est présentée sur la figure 3-53. Le banc de caractérisation utilisé pour obtenir ce résultat est celui présenté figure 3-36.

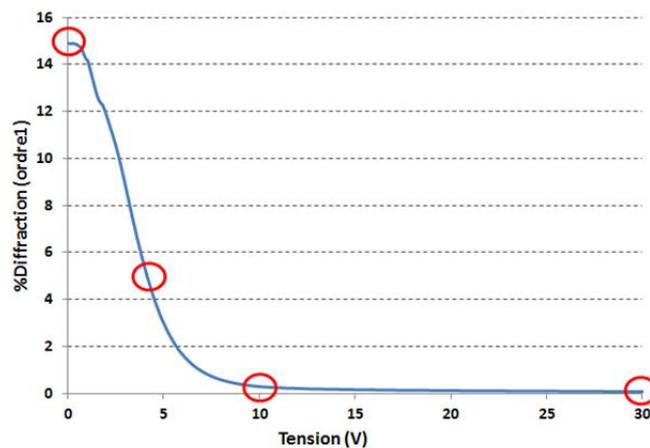


Figure 3-53 : Evolution du pourcentage de diffraction (ordonnée) en fonction de la tension (abscisse) pour le réseau de  $1,5\mu\text{m}$ . Les points pour lesquels l'ensemble du spectre de diffraction va être présenté sont entourés en rouge.

### VI-A Caractérisation sans tension

Les réseaux de diffraction réalisés par photolithographie sont tout d'abord caractérisés sans tension avec une onde incidente en polarisation S (CAS 1, diffractif) et P (CAS 2, non diffractif). La figure 3-54 présente les deux spectres de diffraction pour des longueurs d'ondes comprises entre  $500$  et  $800\text{nm}$ . Chaque courbe de Gauss représente une longueur d'onde diffractée et mesurée avec un certain angle et l'ensemble est obtenu en pivotant le support rotatif de quelques degrés. La courbe épaisse rouge représente le spectre de diffraction associé à ces mesures.

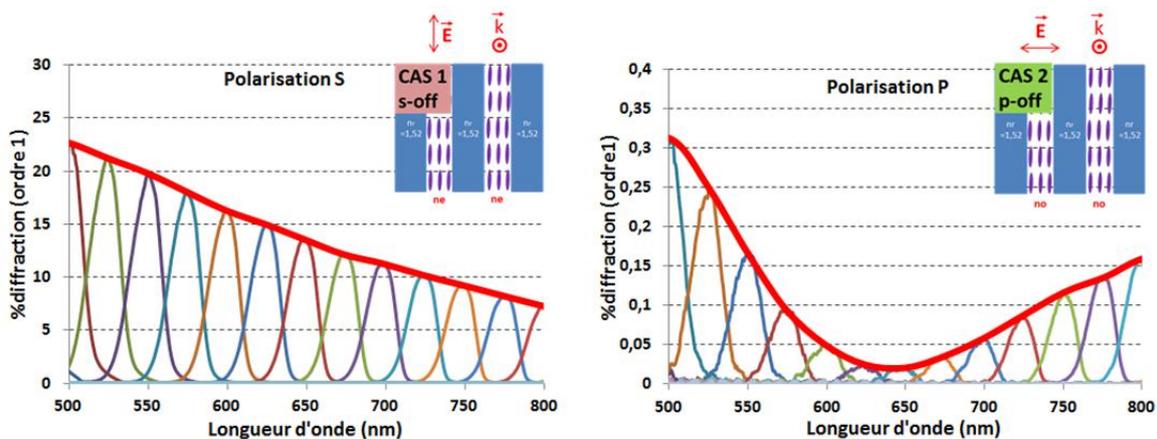


Figure 3-54 : Spectre de diffraction (en rouge, gras) obtenu grâce à la superposition de mesures expérimentales à différents angles de diffraction (couleurs fines) d'un réseau ( $\Lambda=1.5\mu\text{m}$ ,  $Fr=0.5$ ,  $hd=850\text{nm}$ ) imprégné de CL sans tension appliquée. Les deux polarisations S (CAS 1, à gauche) et P (CAS 2, à droite) sont représentées.

À 635nm, on obtient 15% de diffraction dans le CAS 1 ce qui est cohérent avec la figure 3-53 et environ 0,01% dans le CAS 2, ce qui correspond parfaitement aux résultats obtenus en lumière monochromatique à cette longueur d'onde.

Concernant la forme du spectre de diffraction, un maximum de diffraction (22,7%) est observé à 500nm dans le CAS 1 avec une diminution progressive jusqu'à 800nm (7,2%). Pour le CAS 2, le spectre de diffraction passe par un minimum à 635nm (0,012%). La diffraction reste relativement faible avec des maximums de 0,31% à 500nm et 0,16% à 800nm.

L'allure de ces spectres de diffraction s'explique parfaitement lorsque l'on observe la courbe de  $|\Delta n|$  en fonction de la longueur d'onde. La figure 3-55 présente l'évolution de la différence d'indice de réfraction entre la résine ULIS, constituant les réseaux, et le cristal liquide E7. L'indice extraordinaire (polarisation S, CAS 1), et l'indice ordinaire (polarisation P, CAS 2) sont considérés séparément.

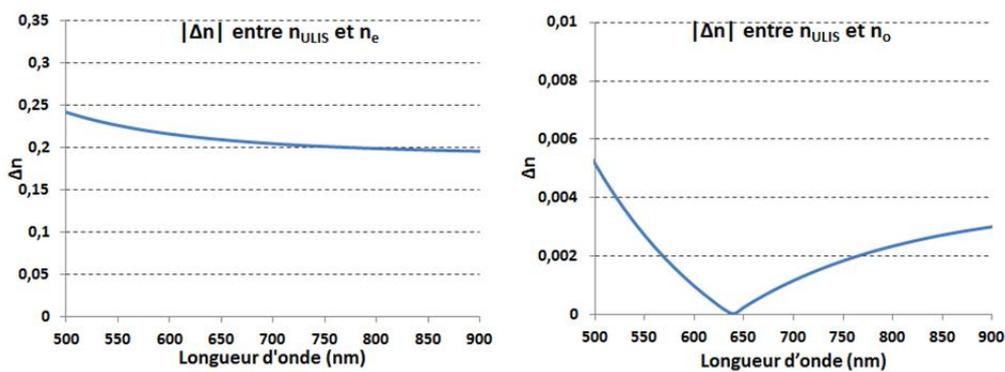


Figure 3-55 :  $|\Delta n|$  entre l'indice de réfraction de la résine ULIS et les cristaux liquides en considérant l'indice extraordinaire (à gauche) et l'indice ordinaire (à droite) [158].

Les formes de  $n_{ULIS}-n_e$  et  $n_{ULIS}-n_o$  sont étroitement liées avec les spectres de diffraction obtenus respectivement en polarisation S et en polarisation P. On a bien une décroissance dans le premier cas et un minimum à 635nm (quand les courbes de dispersion se croisent) dans le deuxième.

## VI-B Mise sous tension

L'échantillon est maintenant mis sous tension afin d'être caractérisé de la même manière. La figure 3-56 présente le spectre de diffraction pour une tension appliquée de 4, 10 et 30V.

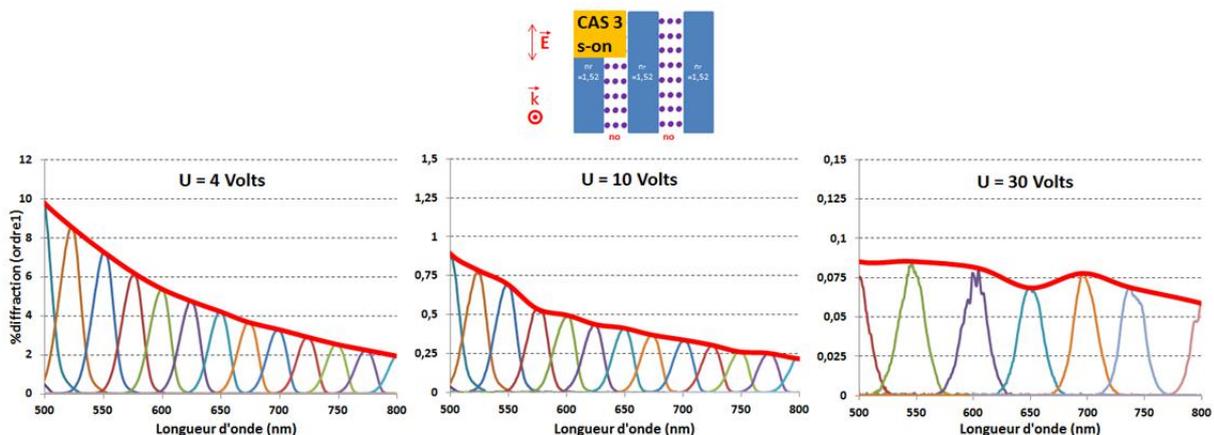


Figure 3-56 : Spectres de diffraction (en rouge, gras) obtenus grâce à la superposition de mesures à différents angles de diffraction (couleurs fines) d'un réseau ( $\Lambda=1.5\mu\text{m}$ ,  $Fr=0.5$ ,  $hd=850\text{nm}$ ) imprégné de CL pour une tension de 4V (à gauche), 10V (au centre) ou 30V (à droite). La lumière incidente est en polarisation S.

Encore une fois, les valeurs obtenues pour une longueur d'onde de 635nm sont cohérentes avec les résultats de caractérisation en lumière monochromatique (Figure 3-53) car on obtient 4,7% pour une tension de 4V, 0,4% à 10V et 0,07% à 30V.

Concernant l'allure de la courbe, elle est similaire à celle obtenue en polarisation S avec une cellule sans tension correspondant à l'écart d'indice entre la résine ULIS et l'indice extraordinaire du cristal liquide E7. Pour une tension de 30V, on note tout de même un minimum entre 600 et 700 nm, rappelant la forme de l'écart d'indice entre la résine ULIS et  $n_o$ .

Concernant le CAS 4, c'est-à-dire la mise sous tension de la cellule avec une onde incidente de polarisation P, les résultats sont relativement similaires. La forme des spectres obtenus est la même avec des valeurs différentes mais toutefois cohérentes avec les caractérisations monochromatiques.

## VI-C Comparaison avec des simulations RCWA

Les résultats obtenus en caractérisant les différentes structures avec une lumière blanche ont été comparés avec des simulations RCWA. Les simulations sont effectuées en considérant l'ensemble de la cellule (figure 3-28). La courbe de dispersion de chaque couche est obtenue par ellipsométrie exceptée celle des cristaux liquides extraite de mesures expérimentales étendues par un modèle de Cauchy à trois coefficients [158]. La dimension des structures est issue de caractérisations MEB et AFM (voir partie II-B-4).

La figure 3-57 compare les résultats expérimentaux et théoriques obtenus pour des réseaux de 1,5 ; 2,5 et 5,0 $\mu\text{m}$  ( $Fr=0,5$ ) et une hauteur de dent de 850nm. L'exemple est donné pour une cellule sans tension avec une polarisation P (CAS 2). Le cristal liquide est considéré comme parfaitement aligné avec un indice de réfraction homogène dans l'ensemble du réseau.

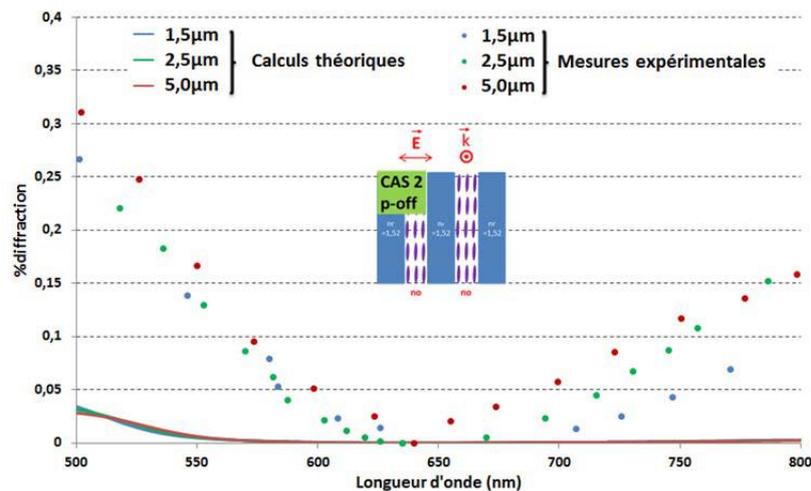


Figure 3-57 : Comparaison des résultats expérimentaux et théoriques obtenus pour des réseaux de 1,5 ; 2,5 ou 5,0 $\mu\text{m}$  ( $Fr=0,5$ ) et une hauteur de dent de 850nm considérant une cellule sans tension avec une polarisation P (CAS 2). Les cristaux liquides sont supposés parfaitement alignés, c'est-à-dire avec un indice de réfraction homogène.

On constate que la diffraction obtenue expérimentalement est bien supérieure à celle obtenue avec les simulations RCWA.

Comme nous l'avons constaté dans la partie I-B-2, l'ajout d'une couche d'ancrage dans un système décrivant un état non-diffractif est à l'origine de diffractions parasites. Les calculs ont donc été effectués avec une couche d'ancrage, de la forme décrite partie I-B-1. En modifiant séparément l'épaisseur des couches d'ancrage verticales ( $e_{a,v}$ ) et des couches d'ancrage horizontales ( $e_{a,h}$ ), nous n'avons pourtant pas réussi à obtenir des résultats cohérents correspondant aux points expérimentaux.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, on peut également supposer qu'une certaine incertitude sur les indices de réfraction de la résine ULIS et des cristaux liquides est à l'origine des différences observées entre théorie et résultats expérimentaux. On estime en effet une incertitude de  $5 \cdot 10^{-3}$  sur la résine ULIS et les cristaux liquides, c'est-à-dire de  $10^{-2}$  sur le  $\Delta n$  (voir partie V-A-4).

À partir des résultats expérimentaux, nous avons souhaité calculer un «  $\Delta n$  expérimental », c'est-à-dire la différence d'indice permettant d'obtenir la diffraction mesurée à la longueur d'onde considérée. Les résultats sont présentés figure 3-58.

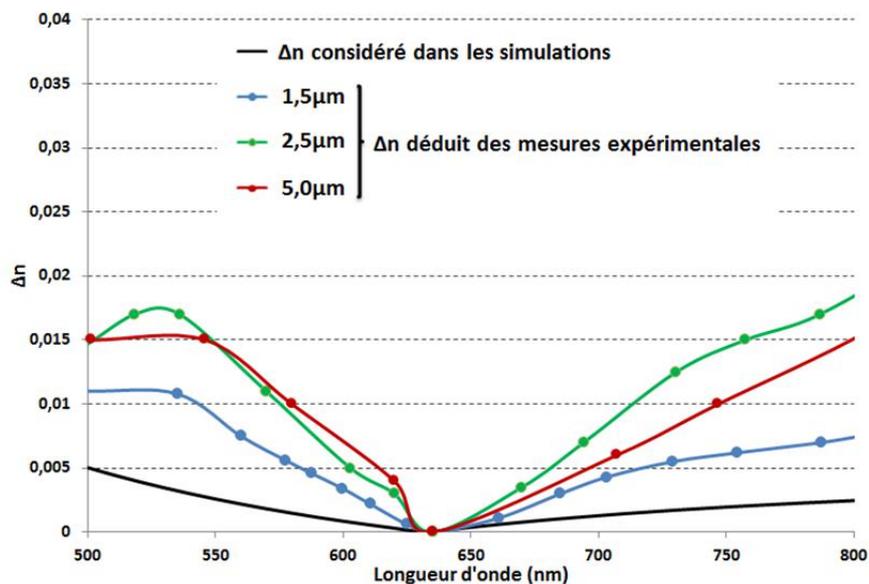


Figure 3-58 : Calcul d'un «  $\Delta n$  expérimental » et comparaison avec le  $\Delta n$  actuellement considéré dans les simulations.

On constate alors qu'une erreur d'au plus  $10^{-2}$  sur le  $\Delta n$  pourrait être à l'origine des écarts entre expérience et théorie. Il s'agit justement de l'incertitude sur le  $\Delta n$  théorique, ce qui explique la difficulté à corréler les résultats expérimentaux et théoriques.

## VI-D Bilan

La caractérisation des cellules à cristaux liquides avec une lumière blanche a permis d'obtenir le spectre de la lumière diffractée par les réseaux dans la gamme visible. Les résultats sont cohérents avec ceux obtenus à 635nm et l'allure du spectre de diffraction est relative à celle de la différence d'indice entre la résine constituant le réseau et les cristaux liquides.

En obtenant la diffraction en fonction des longueurs d'onde visibles, on dispose de plusieurs points expérimentaux pour comparer avec des simulations RCWA. Cependant, les nombreuses incertitudes

sur l'ensemble de la cellule à cristaux liquides, mais surtout sur les indices de réfraction des deux matériaux constituant le réseau de diffraction, ne permettent pas d'obtenir une superposition des données expérimentales et théoriques, avec ou sans couche d'ancrage.

Outre l'incertitude sur le  $\Delta n$ , on peut également remettre en question la forme des réseaux mais aussi des couches d'ancrage simulées. En effet, les dents du réseau sont codées comme parfaitement carrées alors que les caractérisations AFM présentent une forme arrondie. C'est aussi le cas des couches d'ancrage dont l'épaisseur le long du réseau peut être graduelle. On peut ajouter à cela l'effet des lignes de champ sur les cristaux liquides en bord de dent, dont la dimension selon la tension est méconnue.

La caractérisation en lumière blanche nous a également permis de mettre un point en évidence : la dépendance de l'extinction en longueur d'onde. En effet, à moins de trouver deux matériaux avec deux courbes de dispersion superposées sur l'ensemble de la gamme visible, l'extinction de la diffraction sera dépendante de la longueur d'onde.

Concernant l'application visée, cela signifie que la ligne d'adressage pourrait être adaptée à une longueur d'onde précise et que l'effet d'extinction serait moins efficace lorsqu'on s'en éloigne.

## **VII Conclusion**

La caractérisation de réseaux de diffraction imprégnés de cristaux liquides en transmission nous a permis d'apporter des réponses aux questions posées lors de l'introduction de ce chapitre.

- Comment les cristaux liquides s'alignent-ils dans un réseau de diffraction micrométrique voir sub-micrométrique ?

Lorsqu'aucun champ électrique n'est appliqué dans la cellule, l'observation des réseaux entre polariseurs croisés, mais aussi la comparaison des résultats de diffraction (CAS 1 et CAS 2) avec des simulations RCWA et des cellules remplies de liquides d'indice, témoignent d'un alignement quasi-parfait des molécules dans le réseau. La très faible diffraction mesurée expérimentalement dans le CAS 2 est considérée comme due aux incertitudes sur les courbes de dispersion.

- Est-il possible de faire commuter les cristaux liquides dans le réseau pour modifier significativement la diffraction ?

L'extinction de la diffraction lorsque la cellule est mise sous tension démontre la mobilité des cristaux liquides dans un réseau de diffraction (au moins jusqu'à une période de 880nm avec  $Fr=0,57$  correspondant à une cuve de 500nm de large). Cependant, la mesure d'une diffraction résiduelle non négligeable à haute tension (30V) semble indiquer qu'une partie des cristaux liquides n'est pas alignée de manière homéotrope parfaite. Cette diffraction résiduelle étant indépendante de la forme du réseau (période, hauteur de dent), elle semble être issue d'une couche d'ancrage horizontale et/ou de l'inhomogénéité du champ électrique local.

- Jusqu'à quelle dimension du réseau (période, hauteur de dent) va-t-on pouvoir observer une modulation de la diffraction significative ?

Si la diffraction résiduelle est indépendante du pas du réseau, la tension nécessaire pour l'atteindre dépend de la période. Ainsi, il faudra une tension d'environ 15V pour éteindre la diffraction d'un réseau de période sub-micrométrique (880nm) quand 2,9V suffisent pour une période de 5µm. L'épaisseur des cellules caractérisées étant de 7µm, on peut estimer le champ électrique correspondant ( $E = \frac{V}{ep}$ ) à 2,1 et 0,4V/µm pour, respectivement, les réseaux 0,8 et 5,0µm de période.

Le tableau 15 résume la tension nécessaire pour atteindre un seuil de diffraction minimal.

Période	5,0µm	2,5µm	1,5µm	0,8µm
Tension	2,9V	4,2V	7,4V	15V

Tableau 15 : Tension nécessaire pour atteindre un minimum de diffraction correspondant à la fin du premier régime à forte variation de diffraction (0,1 et 0,7% pour les hauteurs de dent de 130 et 850nm respectivement).

Concernant la hauteur de dent, elle ne semble influente ni sur la diffraction résiduelle, ni sur la tension à appliquer pour l'atteindre. En revanche, l'extinction relative de la diffraction initiale va significativement dépendre de la profondeur du réseau. Ainsi, 99,6% de la diffraction d'un réseau de 850nm d'épaisseur est éteinte contre seulement 88% pour  $hd=130nm$ .

Le tableau 16 résume les pourcentages de diffraction obtenus dans les différents cas selon la hauteur de dent. La figure 3-59 présente une photographie du premier ordre de diffraction dans les différents cas.

hd	Configuration	CAS 1	CAS 2	CAS 3	CAS 4
850nm	<i>Diffraction</i>	17-20%	0,005-0,01%	0,07-0,08%	0,07-0,08%
	<b>Diff. normalisée</b>	<b>100</b>	<b>0,04</b>	<b>0,4</b>	<b>0,4</b>
130nm	<i>Diffraction</i>	0,5-0,7%	0,005-0,01%	0,07-0,08%	0,07-0,08%
	<b>Diff. normalisée</b>	<b>100</b>	<b>1,2</b>	<b>12</b>	<b>12</b>

Tableau 16 : Récapitulatif de la diffraction mesurée dans les différents cas en fonction de l'épaisseur. Intervalle de la diffraction brute (en italique) et approximation de la diffraction normalisée par rapport à la diffraction initiale (en gras).

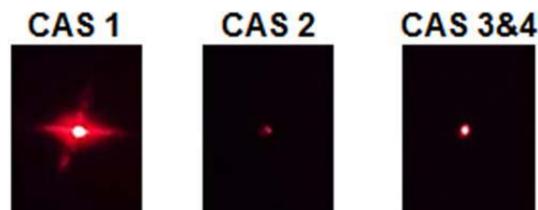


Figure 3-59 : Photographie de l'ordre 1 de diffraction pour réseaux de 850nm d'épaisseurs.

Ainsi, en réduisant la période, la diffraction devrait pouvoir être modulée mais le champ électrique à appliquer pour passer de l'état ON à l'état OFF pourrait significativement augmenter. Au contraire, une réduction de la hauteur de dent ne devrait pas avoir d'effet sur l'énergie à appliquer mais il est possible que la chute de diffraction devienne insignifiante.

Dans le domaine de l'affichage, le OFF représente la qualité du noir qui est un paramètre important pour définir le contraste d'une image.

De plus, pour qu'un guide d'onde adresse plusieurs pixels, il est nécessaire de minimiser les pertes du guide. Or, si l'état non diffractif extrait une partie de la lumière, cette extraction de lumière peut être assimilée à des pertes.

Dans le contexte de ce projet et pour l'application visée, il est donc primordial d'avoir un état OFF parfait.

Différentes solutions d'amélioration sont envisageables :

- La réalisation de cellules sans épaisseur supplémentaire aux réseaux de diffraction. On se dispense ainsi de toute diffraction créée par l'inhomogénéité du champ électrique dans l'épaisseur de la cellule. Aussi, avec une épaisseur de cellule réduite, un même champ électrique peut être obtenu avec des plus faibles tensions.

Cependant, ceci demande un ajustement plus précis des deux plaques constituant la cellule. Un procédé isolant l'ITO sur la majorité de la surface, gardant seulement une zone libre pour le contact, permettrait également d'éviter tout faux contact.

- L'utilisation d'une configuration avec l'état non diffractif sans tension, permettant de profiter de l'alignement initial des cristaux liquides. En gardant la configuration actuelle, cela est possible en optique guidé, avec le mode guidé transverse magnétique. En effet, si toutes les polarisations sont dans un état non-diffractif sous tension en transmission (figure 3-37), ce n'est pas le cas en optique guidé où le mode TM passe d'un état non diffractif sans tension à un état diffractif en tension (c'est l'inverse pour le mode TE). Ceci est expliqué chapitre 4-V-A-2 (figure 4-42).

Il est aussi possible de modifier l'indice de réfraction du réseau de diffraction avec par exemple, une structure dont l'indice de réfraction est proche de l'indice extraordinaire des cristaux liquides. Voire d'utiliser des cristaux liquides alignés initialement de manière homéotrope [90] avec une anisotropie diélectrique négative, et donc s'alignant perpendiculairement au champ électrique.

Cette dernière proposition permet d'obtenir un « OFF » sans tension de meilleure qualité avec les cristaux liquides alignés de manière homogène dans la structure plutôt qu'avec des inhomogénéités de champs voire des couches d'ancrages générées par l'application de tension. Aussi, elle présente l'avantage d'avoir un mode « ON » lorsqu'on active la tension. Alors, une tension de quelques volts pourrait suffire à activer la diffraction, même si elle n'est pas maximale.

L'écart d'indice nécessaire dans le cadre de la réalisation d'une ligne d'adressage est estimé dans le chapitre 5. Dans le chapitre suivant, nous allons appliquer le principe développé, ici en transmission, en optique guidée avec la réalisation et la caractérisation d'un GMRF.

# Chapitre 4

## Étude de l'extraction d'une lumière guidée par un GMRF imprégné de cristaux liquides

Dans ce chapitre 4, nous avons démontré la capacité des cristaux liquides à moduler la diffraction d'une structure périodique via la caractérisation de réseaux en transmission. Dans le but de réaliser des matrices actives transparentes, ce principe doit être appliqué en optique guidée afin se rapprocher du principe de fonctionnement de lunettes à fonctionnalité d'affichage développé dans le premier chapitre.

Au cours de ce chapitre, nous allons développer un procédé permettant de réaliser et de caractériser un GMRF (Guided Mode Resonance Filter) imprégné de cristaux liquides, afin de vérifier leurs capacités à moduler l'extraction de lumière depuis un guide d'onde planaire (figure 4-1).

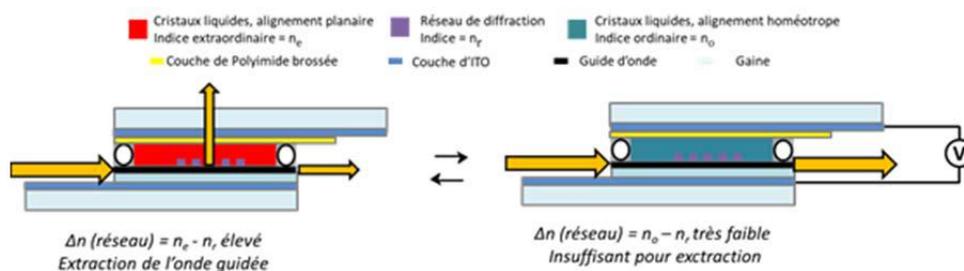


Figure 4-1 : Modulation de l'extraction d'une onde guidée par un GMRF imprégné de cristaux liquides. L'application d'un champ électrique dans une cellule à cristal liquide permet théoriquement de passer d'un état avec extraction de la lumière à un état sans extraction.

Si les cellules à concevoir sont globalement identiques à celles décrites chapitre 3, la nécessité de réaliser des réseaux de diffraction sub-micrométriques ainsi que le dépôt d'une gaine et d'un guide d'onde planaire change radicalement le procédé de réalisation.

Dans un premier temps, nous évoquerons les calculs théoriques permettant de dimensionner la structure et notamment de déterminer les épaisseurs de la gaine et du guide d'onde. Ces simulations permettront d'obtenir un guide monomode isolé de la couche conductrice par la gaine (Partie I).

Pour la réalisation de guides d'onde, nous utiliserons deux types de matériaux : des matériaux haut indice issus de la technologie sous vide et de la chimie sol-gel. L'avantage des premiers est de proposer des matériaux denses avec un indice de réfraction élevé (type  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) via un procédé de dépôt bien maîtrisé en salle blanche du LAAS. Si les matériaux issus de la chimie sol-gel sont généralement moins denses, ils présentent des avantages avérés comme un contrôle précis de

l'indice de réfraction ou encore la possibilité d'intégrer des espèces photoluminescentes dans la couche déposée. Dans une deuxième partie, nous aborderons donc l'étude de matériaux sol-gels pour la formation de guides d'onde planaires. Les propriétés (indice de réfraction, température de recuit, transparence) de deux oxydes seront comparées afin de déterminer le matériau pertinent pour intégrer des propriétés luminescentes au guide d'onde (Partie II).

Le procédé complet et les différentes étapes technologiques mises en place pour réaliser un GMRF imprégné de cristaux liquides pourra alors être détaillé. Nous évoquerons chronologiquement l'étape de lift-off permettant un dépôt partiel d'or, le dépôt de la gaine puis du guide d'onde et enfin la formation de réseaux de diffraction par nano-impression (Partie III). Cette technologie, décrite chapitre 2-I-B-3, est imposée par les dimensions sub-nanométriques des structures.

L'alignement des cristaux liquides dans la cellule sera ensuite étudié entre polariseurs croisés (Partie IV) avant de caractériser les propriétés d'extraction des structures. Concernant la caractérisation des GMRF, un aspect primordial sera évoqué sous plusieurs angles : le couplage dans le guide d'onde (Partie V). Différentes méthodes seront évoquées comme le couplage par prisme ou par sources secondaires. C'est pour ce dernier aspect que l'intégration d'espèces photoluminescentes dans les guides d'ondes réalisés par voie sol-gel prend sens. Cela permet d'intégrer directement dans le guide une source de lumière évitant les problématiques de couplage d'une source extérieure.

Les résultats seront finalement interprétés pour conclure sur la pertinence du principe pour l'application visée (Partie VI).

## **I Calculs préliminaires pour dimensionnement**

Chaque mode guidé se propageant dans un guide d'onde voit un indice effectif différent. Son angle d'extraction par un GMRF lui est donc propre. Afin de caractériser le découplage d'un mode guidé sans être perturbé par l'extraction de modes secondaires, **nous choisissons de réaliser un guide monomode TE-TM**. C'est-à-dire avec un seul mode dans chacune des polarisations. Les résultats des calculs effectués avec un solveur de mode nous permettront de déterminer les couples épaisseurs/indices du cœur de guide, permettant d'obtenir un guide monomode TE-TM (I-A).

Nous démontrons ensuite que la légère absorption de l'ITO peut créer des pertes de propagation considérables de la lumière guidée. Afin de pallier ce problème, nous calculerons l'épaisseur de gaine nécessaire pour isoler le mode guidé de la couche conductrice (I-B).

Les simulations ont été effectuées avec un solveur de mode 1D développé dans l'équipe photonique. Selon les dimensions et les indices de la structure mais aussi la longueur d'onde de la source, ce programme réalisé sur Scilab permet de calculer le nombre de modes guidés et leurs répartitions énergétiques dans des couches considérées comme infinies. Chacune des structures présentées ci-dessous sera simulée pour une onde parfaitement plane de 635nm, longueur d'onde ensuite utilisée expérimentalement.

## I-A Calcul de l'épaisseur du guide d'onde selon son indice

Pour procéder à ce calcul, nous ne considèrerons pas la couche conductrice (ITO) estimant qu'elle est isolée du mode guidé par la gaine. La structure simulée est présentée figure 4-2.

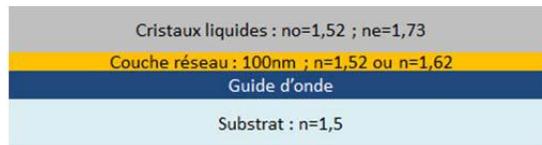


Figure 4-2 : Schématisation de la structure simulée pour calculer l'épaisseur de guide nécessaire selon l'indice.

L'indice de la couche réseau est défini en considérant une moyenne quadratique de la permittivité entre le matériau du réseau et les cristaux liquides :

$$n = \sqrt{\frac{n_R^2 + n_{CL}^2}{2}}$$

Pour un indice de guide entre 1,75 et 2,2, les épaisseurs minimales et maximales pour être monomode ont été calculées selon l'indice ordinaire ou extraordinaire des cristaux liquides. Les résultats sont présentés en figure 4-3.

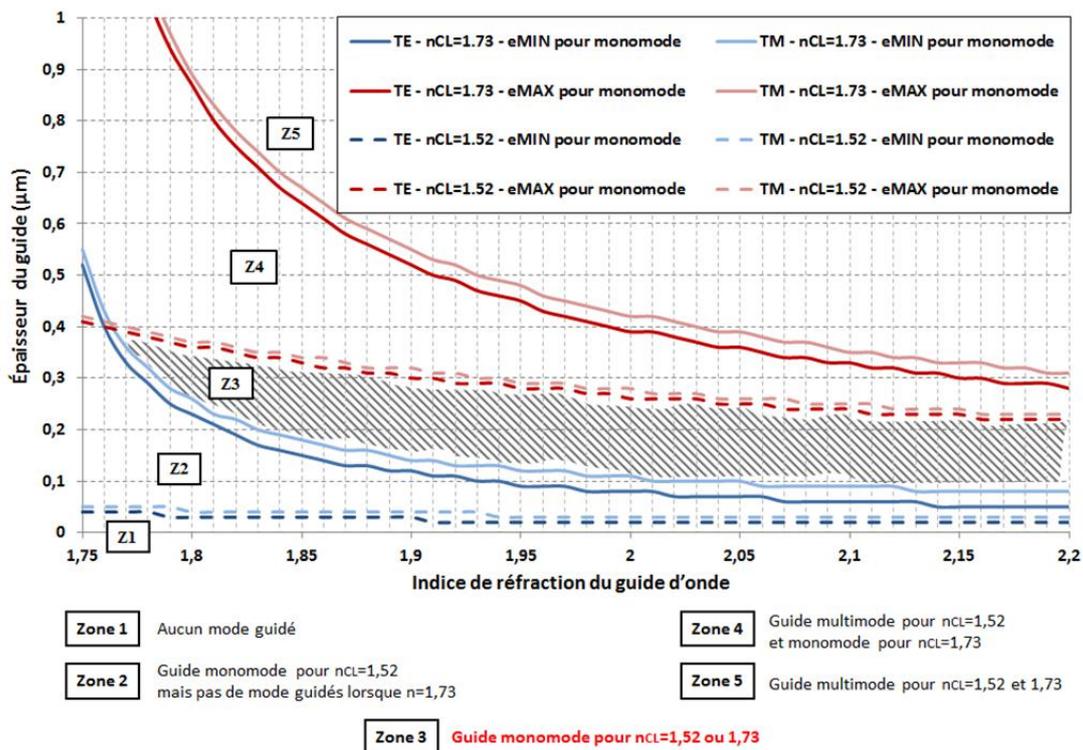


Figure 4-3 : Calcul du nombre de modes guidés selon l'épaisseur (en ordonnée) et l'indice de réfraction (en abscisse) du guide d'onde. Les résultats obtenus avec n<sub>CL</sub>=no (pointillée) et n<sub>CL</sub>=ne (continue) sont superposés. L'épaisseur minimale pour obtenir un guide monomode (en bleu) est confrontée à l'épaisseur minimale pour obtenir un guide multimode (en rouge).

La zone 3 définit le couple indice/épaisseur permettant d'avoir un guide monomode quel que soit l'alignement des cristaux liquides. La gamme d'épaisseur de cette zone se réduit lorsque l'indice de réfraction du guide diminue et devient nulle pour n<sub>guide</sub><1,76.

Afin d'optimiser le confinement du mode guidé, les mêmes calculs ont été effectués avec une condition sur le pourcentage de recouvrement des modes guidés. Un pourcentage de recouvrement élevé assure un bon confinement du mode guidé et une propagation non perturbée par les gaines. Les résultats sont présentés en figure 4-4 en fixant arbitrairement un pourcentage de recouvrement minimal à 60%.

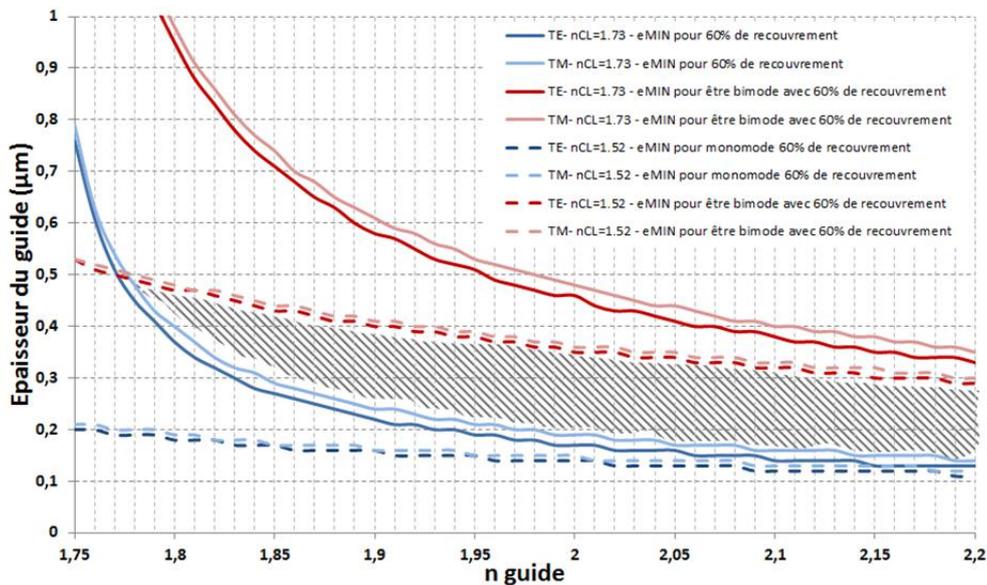


Figure 4-4 : Calcul du nombre de modes recouverts à 60% dans le guide d'onde selon son épaisseur (en ordonnée) et son indice de réfraction (en abscisse). Les résultats obtenus avec  $n_{CL}=n_o$  (pointillée) et  $n_{CL}=n_e$  (continue) sont superposés. L'épaisseur minimale pour obtenir un guide monomode avec au moins 60% de recouvrement (en bleu) est confrontée à l'épaisseur minimale pour obtenir un guide multimode avec plus 60% de recouvrement pour le second mode (en rouge).

Partant de ces deux résultats, on peut estimer l'épaisseur optimale pour être monomode avec 60% de recouvrement. Les cas critiques des deux figures précédentes sont donc comparés à savoir les conditions permettant d'obtenir un premier mode recouvert à 60% avec  $n_{CL}=1,73$  (en bleu, figure 4-5) et un second mode avec  $n_{CL}=1,52$  quel que soit son pourcentage de recouvrement (en rouge, figure 4-5). La gamme d'épaisseur permettant d'avoir un seul mode guidé avec plus de 60% de recouvrement quel que soit l'indice des cristaux liquides est répertoriée pour différents indices dans le tableau 17.

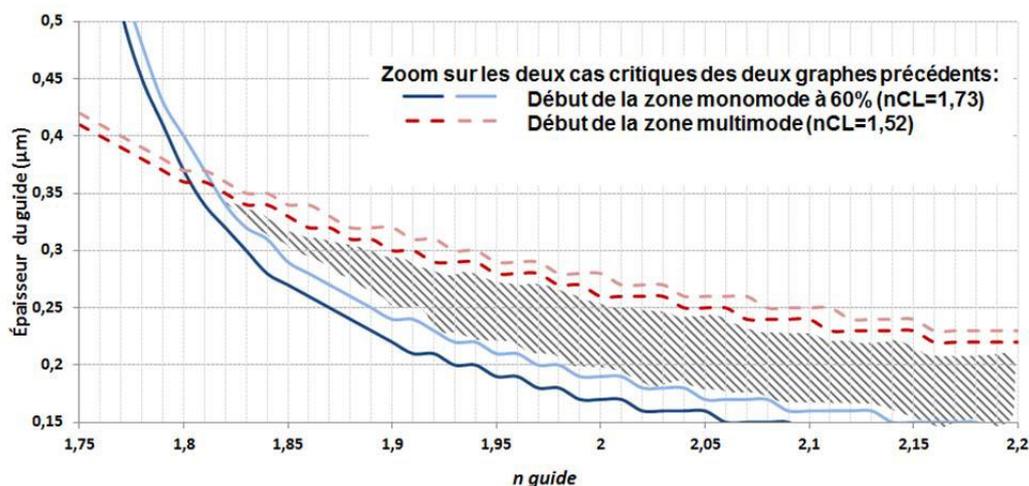


Figure 4-5 : Résultats des simulations représentant la zone (au-dessus des courbes bleues et en dessous des courbes rouges) pour être monomode TE-TM avec 60% de recouvrement quel que soit l'indice des cristaux liquides.

n	1,8	1,85	1,9	1,95	2	2,05	2,1
e (nm)	380	290-330	240-300	210-280	190-260	170-250	160-240

Tableau 17 : Gamme d'épaisseur de guide nécessaire pour être monomode TE-TM avec 60% de recouvrement selon l'indice du guide d'onde.

Un guide d'onde avec un indice de réfraction élevé tolérera une plus grande incertitude sur l'épaisseur et sur l'indice de réfraction. Par exemple avec un indice de 2, on obtient les conditions optimales pour une épaisseur comprise entre 200 et 250nm tout en pouvant se permettre une incertitude sur l'indice d'environ 0,05. Ce n'est plus le cas pour un indice de réfraction de l'ordre de 1,85 où l'exigence sur la précision des paramètres devient plus élevée.

Pour des indices inférieurs à 1,8, il devient impossible d'avoir un guide monomode recouvert à plus de 60% sans être multimode. De plus, une incertitude de 0,02 sur l'indice devient très problématique : par exemple, un guide d'onde avec un indice de 1,79 doit avoir une épaisseur supérieure à 400nm pour être monomode avec 60% de recouvrement quand un guide d'indice 1,77 nécessite une épaisseur supérieure à 500nm.

Quel que soit le choix du matériau utilisé pour le guide d'onde, l'indice doit être maximisé pour obtenir les meilleures conditions de guidage et tolérer des variations sur les paramètres physiques et optiques du matériau. **Afin d'obtenir un guide monomode quel que soit l'indice des cristaux liquides, il est nécessaire que l'indice du guide d'onde soit supérieur à 1,77. Cette valeur s'élève à 1,8 si l'on veut un pourcentage de recouvrement supérieur à 60%.**

Comme nous l'avons précisé précédemment (Chapitre 2-I-A-3), cette contrainte élimine les matériaux organiques qui ont un indice de réfraction de l'ordre de 1,5-1,6. Pour obtenir un indice plus élevé, nous utiliserons donc des matériaux issus de la chimie sol-gel ou déposés par PECVD.

## I-B Calcul de l'épaisseur de gaine pour isolation de l'ITO

Le coefficient d'extinction  $k$  (c'est-à-dire la partie imaginaire de l'indice de réfraction complexe) de l'ITO est mesuré à  $10^{-3}$  pour une longueur d'onde de 635nm. Cette valeur, qui est le résultat de caractérisations ellipsométriques, est cohérente avec les données retrouvées dans la littérature [162]

[163] [164]. Si ce chiffre est faible et qu'une telle absorption semble négligeable pour influencer sur la transparence d'un matériau, ce n'est pas le cas en optique guidée. Le chemin optique parcouru par l'onde guidée est considérable et une telle absorption est réhibitoire pour une propagation de l'ordre du centimètre.

Le coefficient d'absorption  $\alpha$  est calculé en fonction de longueur d'onde  $\lambda$  et du coefficient d'extinction  $k$  :

$$\alpha (cm^{-1}) = \frac{4\pi \cdot k}{\lambda (cm)}$$

Ce coefficient permet de déterminer l'intensité du signal guidé en fonction de l'intensité initiale  $I_0$  injectée dans le guide d'onde et de la longueur parcourue  $L$  :

$$I = I_0 e^{-\alpha \cdot L}$$

En pratique, le pourcentage de recouvrement  $R$  du mode guidé dans la couche absorbante est à prendre en compte :

$$I = I_0 e^{-R \cdot \alpha \cdot L}$$

Concernant l'ITO,  $k=10^{-3}$  pour  $\lambda=635nm$ , ce qui donne un coefficient d'absorption  $\alpha=197,9cm^{-1}$ . Ainsi, en prenant l'exemple d'un mode guidé recouvert à 10% dans l'ITO ( $R=0,1$ ), plus de 80% de l'intensité initiale est absorbée après 2mm de propagation ( $L=0,2$ ):  $\left(\frac{I}{I_0}\right) = e^{-\alpha \cdot R \cdot L} = e^{-0.1 \times 197.9 \times 0.2} = 19\%$ .

On comprend donc la nécessité d'isoler le mode guidé de l'ITO mais aussi l'importance d'avoir un guide d'onde avec une absorption totalement nulle à la longueur d'onde de caractérisation (635nm).

Les pertes par absorption en DB/cm sont obtenues de la manière suivante :

$$Pertes (DB) = 10 \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = 10 \log(e^{R \cdot \alpha \cdot L}) = 10 \log(e) R \alpha L \cong 4,34 R \alpha L$$

**Avec  $R$  le pourcentage de recouvrement du mode guidé dans un matériau de coefficient d'absorption  $\alpha$ , les pertes relatives en DB/cm sont finalement :**

$$Pertes (DB/cm) = 4,34 R \alpha$$

Connaissant le coefficient  $\alpha$  de l'ITO, il est donc possible de calculer les pertes par absorption selon le pourcentage de recouvrement du mode guidé. Afin de minimiser ces pertes en isolant l'ITO, nous allons calculer le pourcentage de recouvrement du mode guidé dans l'ITO selon l'épaisseur de gaine. Nous considérerons une gaine en silice ( $n=1,5$ ) et un guide d'indice compris entre 1,8 et 2 (figure 4-6).

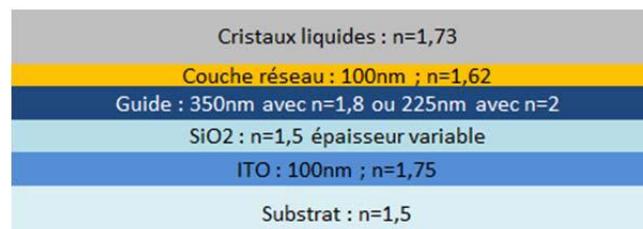


Figure 4-6 : Structure simulée pour calculer l'épaisseur de gaine.

Sur la figure 4-7 sont tracées les pertes par absorption dans l'ITO (en DB/cm) selon l'épaisseur de la gaine pour deux configurations différentes : un guide haut indice ( $n=2,0$ ) et un guide d'indice plus faible ( $n=1,8$ ). Le fait de mettre l'indice extraordinaire ou l'indice ordinaire des cristaux liquides ne change que très peu les résultats et les courbes sont quasi-superposées. Sont donc seulement présentés les résultats avec l'indice extraordinaire des cristaux liquides.

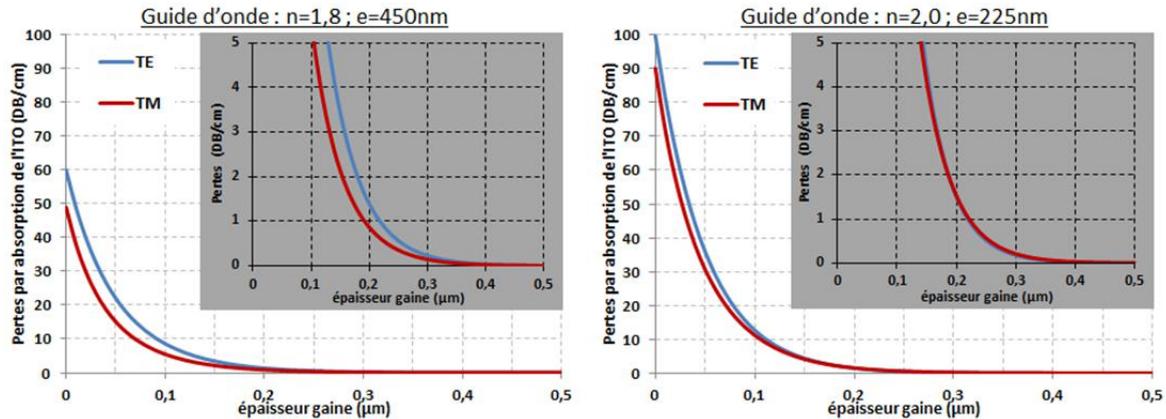


Figure 4-7: Calculs des pertes (DB/cm) par absorption dans l'ITO en fonction de l'épaisseur de gaine pour un guide bas indice (à gauche) et un guide haut indice (à droite).

L'objectif de ces calculs est de fixer une épaisseur optimale de gaine afin de minimiser les pertes par absorption en isolant l'ITO du mode guidé. Cependant, il ne faut pas que la gaine soit trop épaisse car elle réduit également le champ électrique entre les deux plaques d'ITO.  
**Avec une gaine de 0,4μm, les pertes par absorption de l'ITO sont négligeables et nous fixerons donc cette épaisseur de gaine en SiO<sub>2</sub> pour la suite.**

## II Réalisation de guides d'onde par voie sol-gel

Le procédé sol-gel permet d'élaborer des matériaux vitreux, céramiques ou hybrides par la succession de deux réactions : une première réaction d'hydrolyse (mise en solution) suivie d'une réaction de condensation (gélification).

Dans un premier temps, nous allons décrire le procédé sol-gel de manière générale afin d'aborder les bénéfices de ce type de matériau (II-A). La mise en œuvre de deux oxydes par voie sol-gel (TiO<sub>2</sub> et ZrO<sub>2</sub>) sera ensuite comparée pour la réalisation de guides d'onde (II-B). Finalement, nous choisirons le matériau le plus adapté pour réaliser des guides d'onde luminescents (II-C).

### II-A Principe du procédé Sol-Gel

La chimie sol-gel est une réaction de polymérisation inorganique. Les précurseurs de départ sont en général des alcoxydes, de la forme M(OR)<sub>4</sub> avec M=Si, Ti, Zr par exemple et R un groupement alkyle. La figure 4-8 présente un exemple de réaction à base de silice pour former un oxyde de silicium [165].

La réaction se déroule en deux étapes

- L'hydrolyse des précurseurs réagissant avec l'eau pour former des groupements M(OH)<sub>4</sub>.
- La condensation des entités M(OH)<sub>4</sub> entre elles jusqu'à l'obtention d'un réseau 3D.

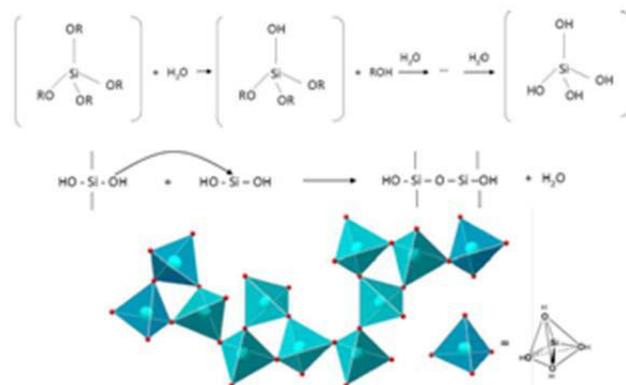


Figure 4-8 : Exemple de réaction de chimie sol-gel à base de silice avec une étape d'hydrolyse formant des silanols puis une étape de condensation conduisant à la formation de pont siloxanes (en haut). Le schéma représente en trois dimensions l'arrangement des tétraèdres formés de silanes entourés d'oxygènes conduisant à la formation d'un solide amorphe (en bas).

On passe de manière contrôlée d'un milieu liquide (sol) à un solide (gel). Si le solvant n'a pas le temps d'être évacué, il est emprisonné dans les pores de la structure, c'est pourquoi on parle de gel. En évaporant le solvant, on obtient un solide continu.

Le contrôle des cinétiques passe évidemment par celui de la température mais surtout par le pH de la solution (Figure 4-9). La synthèse en milieu basique permet de former des nanoparticules alors qu'en milieu acide, un dépôt par spin-coating permet d'obtenir des couches minces. Cette dernière technique sera utilisée pour la réalisation de guides  $\text{TiO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$ .

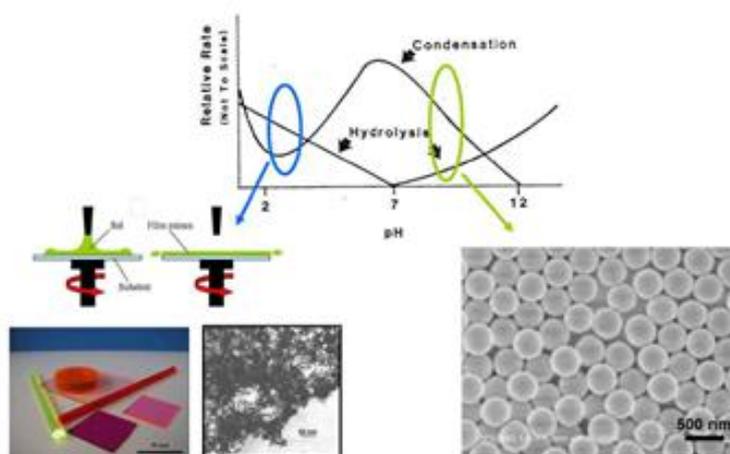


Figure 4-9 : Représentation de la vitesse de réaction relative des étapes d'hydrolyse et de condensation en fonction du pH (en haut). Deux cas particuliers sont illustrés ; la synthèse en milieu acide de monolithes ou de couches minces [166] ; en milieu basique de nanoparticules [167].

La chimie sol-gel présente de nombreux avantages. Il s'agit tout d'abord d'un procédé dit de « chimie douce » car il ne nécessite a priori pas de chauffage à haute température. Par ailleurs les solvants utilisés sont peu toxiques car il s'agit principalement d'eau ou d'alcools. De plus, il permet d'incorporer facilement d'autres entités (molécules, nanoparticules, etc...) dans la matrice, soit par greffage, soit simplement en les dispersant dans la solution. Elles se retrouvent alors piégées dans la

matrice après percolation. Les températures de recuit étant relativement basses (autour de 100°C), il est notamment possible d'incorporer des molécules organiques sans risque de dégradation.

De plus, le procédé sol-gel permet d'ajuster l'indice de réfraction des couches, par le choix du matériau, mais aussi des conditions de préparation.

Un procédé, mis au point par Guillemot [168], permet la fabrication de couches de silices poreuses d'indice très faible. Pour cela, des nanoparticules de latex sont incorporées à une couche de silice. Un recuit à 450 °C permet d'éliminer le latex permettant l'obtention d'une couche poreuse. La porosité est ajustable en fonction de la fraction volumique en latex et il est possible d'atteindre une porosité de l'ordre de 75 % correspondant à un indice de 1,15.

Par ailleurs, Bedu et al. [169] ont montré qu'une augmentation de la température de recuit permet de densifier une couche d'oxyde de titane et donc d'augmenter l'indice de réfraction des couches. Cette propriété est notamment très intéressante pour la réalisation de guide d'onde haut indice où le contrôle de l'indice de réfraction est primordial.

## **II-B Comparaison de deux matériaux : TiO<sub>2</sub> et ZrO<sub>2</sub>**

### **II-B-1 Préparation des sols**

Deux matériaux sol-gel ont été étudiés : l'oxyde de zirconium ZrO<sub>2</sub> et l'oxyde de titane TiO<sub>2</sub>. L'oxyde de titane est un matériau déjà beaucoup étudié au PMC, notamment pour la réalisation de guides d'onde planaires ou le dépôt de couches luminescentes. L'oxyde de zirconium est quant à lui connu pour présenter des hauts indices de réfraction avec des températures de recuit plus élevées, ce qui peut être avantageux selon le procédé mis en œuvre pour la réalisation de GMRF.

Les sols sont préparés selon les protocoles décrits par Mélanie Bedu [170] dont les proportions ont été définies pour optimiser la stabilité dans le temps des solutions avec un minimum de réactifs organiques. Afin d'obtenir des solutions plus concentrées en précurseurs permettant de déposer des couches plus épaisses par spin-coating, la quantité d'éthanol a été diminuée, au risque d'obtenir des sols moins stables. Si le solvant majoritairement utilisé est l'éthanol, une dilution dans l'isopropanol est également effectuée afin d'améliorer le séchage après dépôt par spin coating.

#### **Synthèse du sol de ZrO<sub>2</sub>**

*20mL d'une solution d'alcoxyde de zirconium composée de n-propoxyde de zirconium (44,6mmol, Sigma-Aldrich) à 70% dans du n-propanol sont mélangés avec 15,3mL (270mmol) d'acide acétique sous agitation magnétique à 50°C pendant 30 minutes. La formation d'un précipité blanc rend la solution opaque. Avec l'ajout, au goutte à goutte, de 7,2mL (400mmol) d'eau pour hydrolyser le propoxyde de zirconium, le précipité disparaît progressivement. Après 30 minutes sous agitation à température ambiante et ajout de 20mL d'éthanol, on obtient une solution transparente et incolore avec une concentration en précurseur de 0,7mol/L stable pendant environ deux mois à 5°C.*

*Le sol est ensuite filtré à 0,2µm et dilué dans l'isopropanol pour ajuster la concentration avant d'être déposé par spin-coating pendant 30 secondes à 2500rpm ( $\alpha=3000rpm^2$ ). Un recuit de 30 minutes à des températures comprises entre 100 et 400°C permet de terminer la réaction de condensation au sein de la couche.*

#### **Synthèse du sol de TiO<sub>2</sub>**

15mL (44mmol) de butoxyde de titane (Sigma-Aldrich) sont mélangés avec 8,1mL de butanol et agités vigoureusement. 22,7mL (400mmol) d'acide acétique sont ajoutés progressivement et la solution est agitée pendant 30 minutes à 50°C. Le mélange est alors refroidi dans un bain de glace pendant 1h. La réaction d'hydrolyse est ensuite effectuée en ajoutant 7,3mL (410mmol) d'eau au goutte à goutte et en agitant pendant 1h à 50°C. On obtient une solution incolore avec une concentration en précurseur de 0,7mol/L stable pendant environ trois semaines à 5°C.

Le sol est finalement filtré à 0,2 $\mu$ m puis dilué dans l'isopropanol pour ajuster la concentration avant d'être déposé par spin-coating pendant 30 secondes à 2500rpm ( $a=3000\text{rpm}^2$ ). Un recuit de 30 minutes à des températures comprises entre 100 et 400°C permet de terminer la condensation de la couche déposée.

## II-B-2 Etudes préliminaires

Les différents dépôts ont été caractérisés en ellipsométrie afin de déterminer l'épaisseur et l'indice des couches déposées.

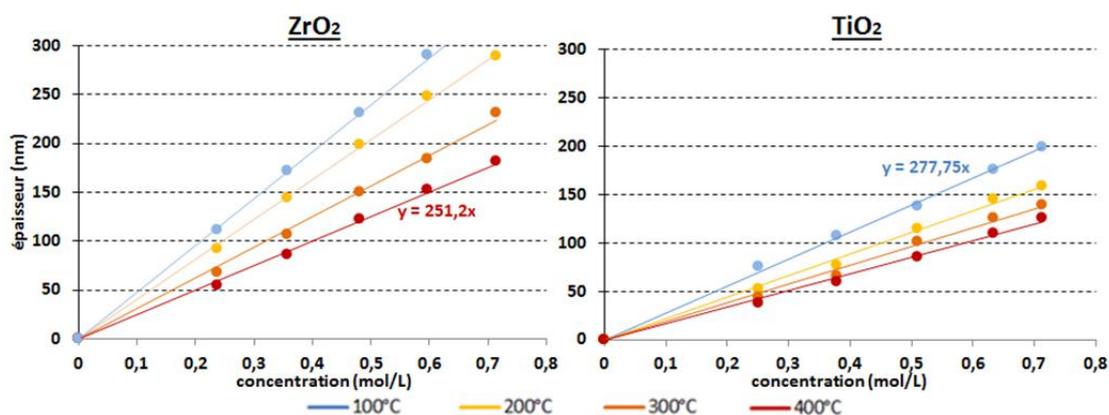


Figure 4-10 : Épaisseur d'une couche déposée par spin-coating selon la concentration en précurseur du sol pour deux matériaux ( $\text{TiO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$ ) et des températures de recuit comprises entre 100 et 400°C.

La figure 4-10 présente les variations d'épaisseur selon la concentration en précurseur du sol déposé pour différentes températures de recuit comprises entre 100 et 400°C. On constate une densification du film avec l'augmentation de la température du recuit se traduisant par une diminution de l'épaisseur. L'observation des films au microscope permet de constater l'apparition de craquelures à partir d'une certaine épaisseur déposée (figure 4-11).

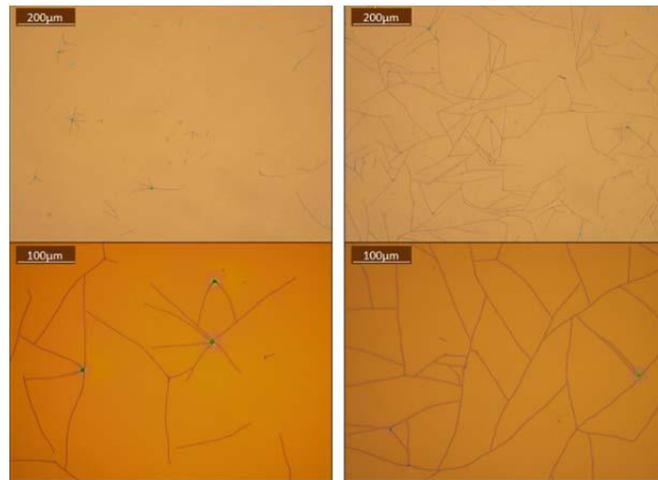


Figure 4-11 : Observations au microscope d'un film de  $TiO_2$  recuit à  $100^\circ C$  avec un début de craquelure ( $e=205nm$ , à gauche), craquelé ( $e=247nm$ , à droite).

On remarque que les craquelures apparaissent d'abord autour des défauts puis sur l'ensemble de la couche pour des épaisseurs plus élevées. À partir d'une certaine épaisseur, les contraintes imposées par la densification du film à la couche déposée, qui est solidaire au substrat rigide, permettent donc la propagation des défauts à l'ensemble de la couche.

Cette épaisseur limite dépend du matériau et de la température de recuit. Le tableau 18 donne un ordre d'idée des valeurs observées avant craquelures pour chacun des cas.

T° recuit	100°C	200°C	300°C	400°C
Epaisseur limite $ZrO_2$ (nm)	450-500	400-450	200-250	150-200
Epaisseur limite $TiO_2$ (nm)	200-250	150-200	100-150	100-150

Tableau 18 : Gamme de température maximale avant l'apparition de craquelures selon la température de recuit et le matériau considéré

Des mesures ellipsométriques ont été effectuées afin de déterminer la courbe de dispersion visible des dépôts effectués. L'erreur maximale obtenue sur l'indice d'un matériau recuit à la même température est d'environ 0,01.

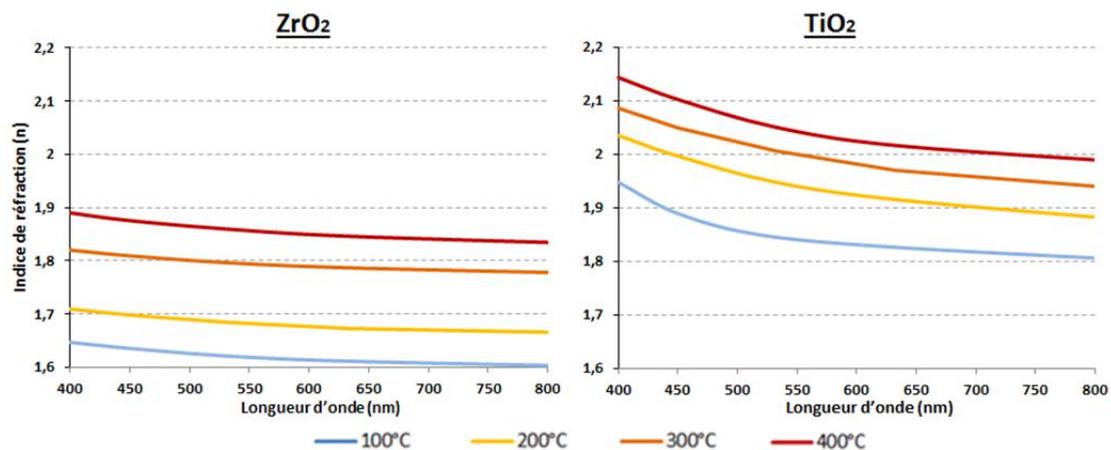


Figure 4-12 : Courbe de dispersion moyenne des deux matériaux synthésés pour des températures de recuit entre  $100$  et  $400^\circ C$ . Marge d'erreur sur chaque courbe d'environ  $0,02$ .

En accord avec la figure 4-10, la densification du matériau entraîne une augmentation de l'indice de réfraction. À température égale, l'indice de réfraction du  $\text{TiO}_2$  est bien plus élevé que celui du  $\text{ZrO}_2$ . Notons cependant que la température de cristallisation de ces matériaux n'est pas équivalente : environ  $150/200^\circ\text{C}$  pour  $\text{TiO}_2$  et  $450/500^\circ\text{C}$  pour  $\text{ZrO}_2$ . Il s'agit d'un paramètre important pour l'application visée car, comme la démontré expérimentalement Mélanie Bedu dans sa thèse [170], les joints de grains d'un matériau cristallisé agissent comme des défauts créant des pertes de propagation par diffusion et ne sont donc pas opportuns pour le guidage optique.

### II-B-3 Etude comparative

Afin de comparer les propriétés de ces deux matériaux, plaçons-nous dans les conditions quasi-maximales de recuit avant cristallisation, permettant d'obtenir un indice de réfraction comparable pour les deux matériaux :  $100^\circ\text{C}$  pour le  $\text{TiO}_2$  et  $400^\circ\text{C}$  pour le  $\text{ZrO}_2$ .

La figure 4-13 présente la mesure par ellipsométrie des coefficients réels (indice de réfraction  $n$ ) et imaginaire (coefficient d'extinction  $k$ ) de l'indice de réfraction complexe de ces deux matériaux. Les résultats sont comparés avec les courbes de dispersions des matériaux denses, déposés par PVD, tirés de la littérature [171].

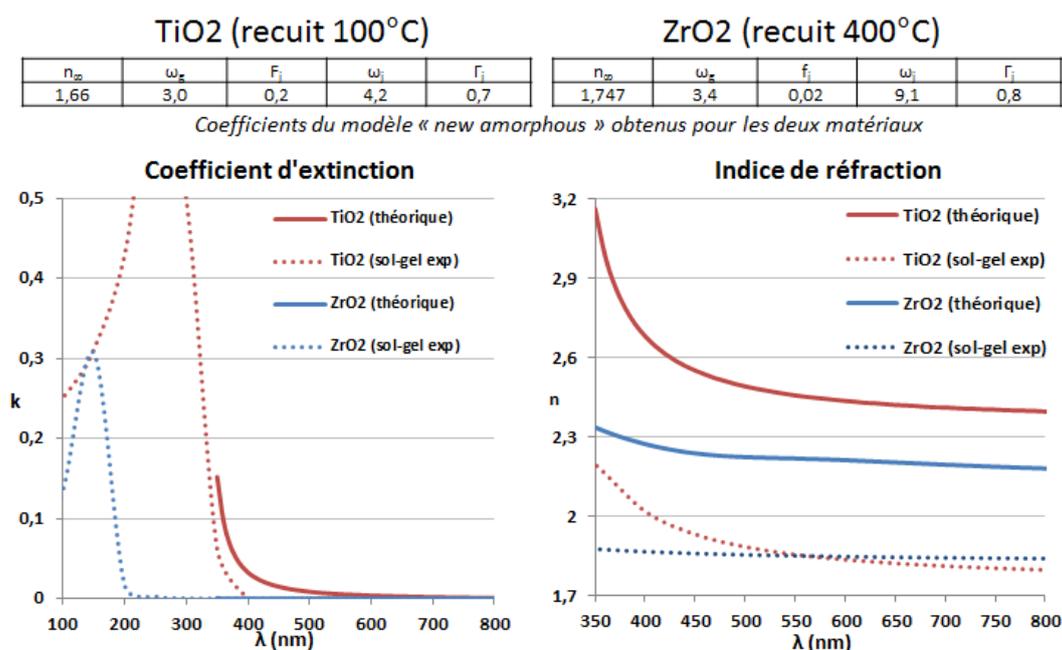


Figure 4-13 : Courbe de dispersion et coefficient d'extinction des deux oxydes obtenus par voie sol-gel comparé à celle du matériau dense [171]. Les coefficients du modèle new-amorphous [172] permettant d'obtenir ces résultats sont donnés à titre informatif.

On constate que l'allure des courbes de dispersion des matériaux obtenus est cohérente avec celles des matériaux massifs disponibles dans la littérature [171]. Il n'est cependant pas surprenant que l'indice de réfraction des matériaux sol-gel soit plus faible que le matériau sous sa forme cristalline. En effet, ces matériaux amorphes obtenus à basse température peuvent contenir une légère porosité voire une part organique résiduelle abaissant l'indice.

Considérant le coefficient d'extinction, il semble expérimentalement nul dans le visible pour les deux matériaux. Cependant, la bande d'absorption du TiO<sub>2</sub> est assez proche de 400nm et il est probable d'obtenir des valeurs de k non nulles et ainsi, une légère absorption de ce matériau dans le bleu.

Le tableau 19 permet de résumer les propriétés précédemment caractérisées des deux guides d'ondes d'indice 1,85 à 635nm, obtenus après dépôt par spin-coating et recuit à 100°C pour le TiO<sub>2</sub> et 400°C pour le ZrO<sub>2</sub>. Nous discuterons ensuite des avantages ou inconvénients de chacun de ces matériaux pour cette application.

ZrO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>
Recuit 400°C pour n≈1,85 (λ=635nm)	<b>Recuit 100°C pour n≈1,85 (λ=635nm)</b>
<b>Recuit max ≈ 500°C avant cristallisation</b>	Recuit max ≈ 200°C avant cristallisation
<b>Sol stable plusieurs mois</b>	Sol stable moins d'un mois
<b>Absorption nulle dans le visible</b>	Absorption non nulle pour λ<450nm
Epaisseur maximale 100/150nm	<b>Epaisseur maximale 200/250nm</b>

Tableau 19 : Tableau comparatif des deux matériaux sol-gel. En gras sont notées les caractéristiques avantageuses.

Si les deux matériaux permettent d'atteindre un indice proche de 1,85 en phase amorphe, ils présentent des caractéristiques différentes. La principale distinction qui pourrait permettre de déterminer le choix de l'un ou l'autre de ces deux matériaux selon le procédé utilisé est la température de recuit nécessaire. En effet, si le procédé complet dans lequel on souhaite intégrer un guide d'onde doit supporter des températures supérieures à 200°C, l'utilisation de l'oxyde de zirconium sera alors préconisée. Au contraire, si l'un des matériaux inclus dans le système ne doit pas subir des températures supérieures à 200°C, on préférera l'oxyde de titane.

L'oxyde de zirconium semble présenter quelques avantages certains comme une stabilité en solution plus élevée et une durée de synthèse réduite. Aussi, si les deux matériaux présentent un coefficient d'absorption nul dans la majorité du spectre visible, la bande d'absorption du ZrO<sub>2</sub> se situe dans les UV-C alors que celle du TiO<sub>2</sub> appartient aux UV-A, à des longueurs d'onde plus proche du visible. Il est alors courant de mesurer une très légère absorption de cet oxyde dans le bleu proche UV.

Si un coefficient d'absorption peut altérer la transparence du matériau, cela reste très léger pour l'oxyde de titane. C'est en revanche plus problématique en optique guidée car le trajet optique parcouru par une onde lumineuse guidée est très important. Dans le cadre de cette thèse, nous étudierons ces matériaux à 635nm et ce ne sera donc pas problématique mais cela pourrait le devenir si la longueur d'onde guidée était inférieure à 450nm.

Enfin, il subsiste encore quelques difficultés pour la réalisation de couches épaisses avec ces oxydes car des craquelures apparaissent à partir d'une certaine épaisseur. Il est évidemment impossible d'obtenir un guide d'onde avec un minimum de pertes en présence de ces craquelures. Plusieurs solutions peuvent permettre d'augmenter cette épaisseur limite comme l'utilisation d'autres précurseurs permettant d'obtenir une couche hybride organique/inorganique après condensation. La

modification des conditions de recuits avec des montées ou descentes en température lentes peut aussi permettre d'atténuer la propagation de ces fissures.

Les simulations réalisées partie I-A ont permis de constater qu'avec un indice de l'ordre de 1,85, l'épaisseur nécessaire pour obtenir un guide monomode est supérieure à 200nm. Pour éviter les craquelures, nous déposerons le guide en deux fois. Le procédé est défini partie III-C-2.

## II-C Réalisation d'un guide avec espèces luminescentes

L'un des atouts de l'utilisation de la chimie sol-gel pour la synthèse des matériaux composant le guide d'onde est la possibilité de fonctionnaliser le film en y ajoutant des molécules avec des propriétés précises.

Les luminophores, par exemple, sont des espèces capables d'absorber de la lumière pour passer d'un état fondamental à un état excité, la désexcitation s'accompagnant de l'émission de photon de plus basse énergie. L'insertion de ces espèces dans le guide d'onde, via la synthèse sol-gel, permet d'y intégrer directement une source de lumière évitant les problématiques de couplage d'une source extérieure. Il suffira d'éclairer une zone quelconque de l'échantillon pour obtenir une émission lumineuse générée au cœur du guide (V-C).

### II-C-1 Choix du luminophore

Notre choix s'est porté sur l'utilisation d'un émetteur moléculaire à base d'Europium : le complexe d'Europium  $\text{Eu}(\text{TTA})_3(\text{H}_2\text{O})_3$ , utilisant la thenoyltrifluoroacetylacétone (TTA) comme ligand. La molécule du chélate d'europium utilisé est présentée en figure 4-14.

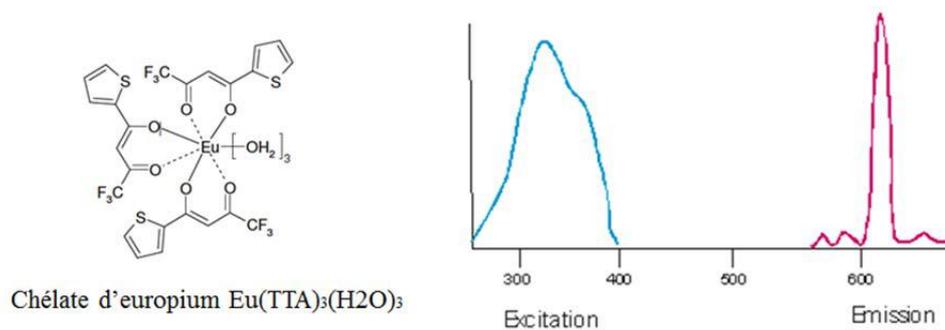


Figure 4-14 : Molécule de chélate d'europium synthétisée pour ajouter des propriétés luminescentes au guide (à gauche) avec son spectre d'excitation et d'émission sur lequel l'échelle d'intensité n'est pas respectée (à droite).

Cette molécule, utilisée dans plusieurs travaux au PMC comme durant la thèse de Mélanie Bedu [170] ou Lucie Devys [173] présente de nombreux avantages pour l'utilisation envisagée.

Son pic principal d'émission, caractéristique de l'europium, se situe dans le rouge ( $\lambda_{em} \approx 612\text{nm}$ ), une longueur d'onde proche de la longueur d'onde de caractérisation des guides d'onde non-luminescents. L'absorption se fait dans l'UV et la grande différence entre excitation et émission facilite les mesures optiques.

Par ailleurs, le complexe présente une faible section efficace d'absorption autour de  $\lambda_{em}$  limitant les effets de réabsorption. Les matrices sol-gel utilisées étant transparentes dans le visible, les pertes par absorption sont donc extrêmement faibles.

Le chélate d'europium est de plus très soluble dans l'éthanol, solvant utilisé pour la solution de  $\text{ZrO}_2$  et de  $\text{TiO}_2$ , ce qui lui permettra de se répartir de manière homogène dans l'ensemble de la couche.

Enfin, le rendement quantique du chélate en poudre est de 92 %. Déjà associée à des matrices de  $\text{TiO}_2$ , cette molécule s'est avérée être luminescente même à concentration très élevée dans la couche déposée [173].

## II-C-2 Synthèse du chélate d'euporium

Une procédure a été mise au point par Khalid Lahlil au laboratoire PMC [173] :

*Le HTTA (2,66g ; 12mmol, Sigma-Aldrich) est tout d'abord dissous dans 60mL d'éthanol absolu. La dissolution est instantanée et l'hydroxyde de potassium (12mL de KOH 1M ; 12mmol) peut être ajouté pour basifier la solution. Le chlorure d'euporium (1,464g ; 2mmol, Sigma-Aldrich), préalablement dissous dans 20mL d'eau est alors additionné goutte à goutte. Le mélange est ensuite chauffé à 60°C pendant 30minutes. Après refroidissement à 0°C pendant 10minutes, le produit est ajouté goutte à goutte dans 400mL d'eau glacée sous forte agitation, puis filtré sur verre fritté. Le rendement obtenu après séchage est de 60%.*

Le rendement a été amélioré par cette précipitation à froid. En effet, si le mélange et l'eau ne sont pas bien refroidis, on obtient un produit visqueux avec un rendement de 45% après séchage.

Afin de réaliser des guides d'ondes photoluminescents, le chélate d'euporium synthétisé doit être dispersé dans le sol de  $\text{TiO}_2$  ou  $\text{ZrO}_2$ . Le luminophore est très soluble dans l'éthanol, solvant utilisé pour la synthèse de ces deux matériaux. Cependant, comme les solutions utilisées sont assez concentrées et contiennent peu d'éthanol, il est préférable de diluer préalablement le luminophore dans de l'éthanol avant de l'ajouter aux solutions sol-gel. La quantité d'éthanol utilisée pour dissoudre le chélate d'euporium est prise en compte pour calculer la concentration de la solution.

Pour une solution de  $\text{TiO}_2$  ou  $\text{ZrO}_2$  concentrée à 0,7mol/L, on disperse 28mg de chélate d'euporium par 1mL de sol. Ce rapport luminophore / sol est fixé par rapport à la thèse de Lucie Devys [173]. Les essais de dépôts de guide luminescents sont traités partie II-C-3 alors que le procédé finalement utilisé pour réaliser des guides d'ondes est résumé partie III-C-3.

## II-C-3 Dépôt de couches photoluminescentes

Des premiers tests ont rapidement démontré qu'un recuit de plus de 200°C éliminait radicalement la luminescence des couches sol-gel. Il paraît donc compromis d'associer cette molécule avec des matrices  $\text{ZrO}_2$  qui nécessitent un recuit d'au moins 300°C pour obtenir un indice de l'ordre de 1,8. La matrice en oxyde de titane est donc utilisée et les premiers travaux vont concerner le temps et température de recuit de la couche sol-gel pour obtenir le meilleur compromis luminescence/indice de réfraction.

Pour réaliser un guide monomode, l'indice de réfraction doit être proche de 1,8 (I-A). Pour cela, il semble nécessaire de travailler à des températures comprises entre 150 et 200°C. En effet, les indices de réfraction obtenus pour les couches de  $\text{TiO}_2$  luminescents ( $\text{TiO}_2\text{-Eu}$ ) sont légèrement plus faibles que ceux obtenus sans euporium. La présence de molécules organiques dans la couche déposée réduit la densité du matériau déposé. Ainsi, pour une couche de  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$  déposée dans les mêmes conditions qu'un matériau  $\text{TiO}_2$  sans euporium, on obtient une épaisseur plus élevée avec un indice de réfraction réduit. Les températures maximales avant apparition de craquelures augmentent également légèrement avec l'ajout d'euporium.

L'influence de la température et la durée de recuit sur la luminescence (mesurée au spectrofluoromètre) ainsi que sur l'indice de réfraction et l'épaisseur (obtenues par ellipsométrie) a été étudiée. Les résultats sont présentés sur la figure 4-15.

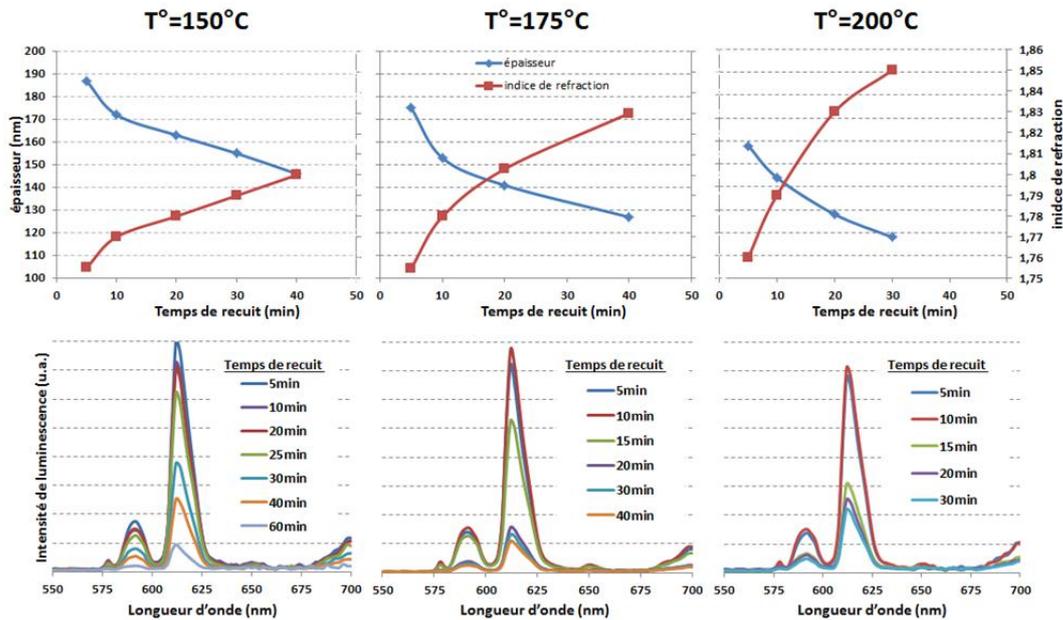


Figure 4-15 : Mesure simultanée de l'indice de réfraction (rouge, en haut), de l'épaisseur (bleu, en haut) et de la luminescence (en bas) selon le temps de recuit d'un guide d'onde de  $TiO_2$  pour une température de recuit de 150°C (à gauche), 175°C (au centre) ou 200°C (à droite).

Le temps de recuit semble avoir une importance cruciale sur l'indice et l'épaisseur mais surtout sur la luminescence qui va chuter à partir d'un certain temps. Ce palier est d'environ 25 minutes à 150°C, 15 minutes à 175°C et 10 minutes à 200°C.

Des mesures ellipsométriques ont alors permis d'évaluer la courbe de dispersion des couches pour ces différents recuits afin de voir lequel était maximal. Les résultats sont présentés sur la figure 4-16.

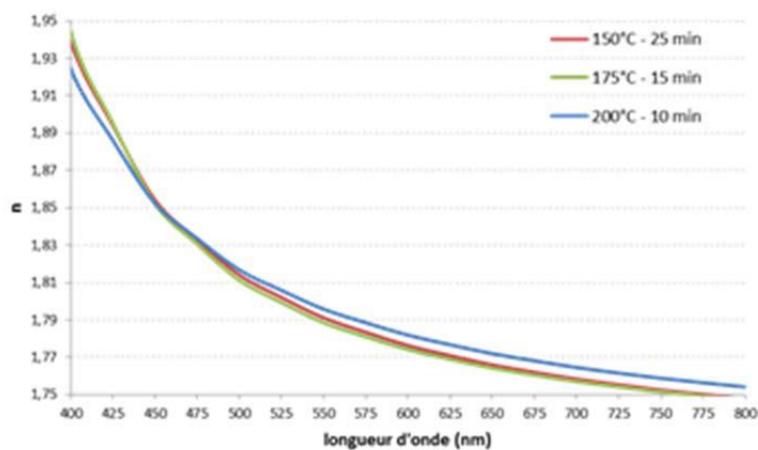


Figure 4-16 : Courbe de dispersion d'un guide d'onde  $TiO_2$  dopé europium avec différentes conditions de recuit optimisées.

Pour ces trois recuits avec un compromis temps/température permettant de maximiser l'indice de réfraction sans altérer la luminescence, la courbe de dispersion est à peu près équivalente et on obtient un indice d'1,78 à 612nm. On remarque, en revanche, une distinction entre ces trois cas au

niveau de l'épaisseur maximale que l'on peut déposer avant la propagation des fissures. Ces épaisseurs maximales sont résumées dans le tableau 20.

Recuit du matériau	150°C – 25minutes	175°C-15minutes	200°C-10minutes
Epaisseur max avant craquelures	200-250nm	170-220nm	120-170nm

Tableau 20 : Gamme de température maximale avant l'apparition de craquelures selon la température utilisée

Un recuit de 150°C pendant 25 minutes permet donc d'obtenir les matériaux les plus épais.

L'ajout d'espèces photoluminescentes réduit l'indice de réfraction qui est, au maximum, égal à 1,78 à 612nm (longueur d'onde d'émission de l'euporium). Les simulations réalisées partie I-A ont permis de constater qu'avec un tel indice, l'épaisseur nécessaire pour obtenir un guide monomode est supérieure à 250nm. Comme pour les guides TiO<sub>2</sub>, nous déposerons le guide en deux fois pour éviter les craquelures. Le procédé est défini partie III-C-3.

## II-D Bilan

Ce chapitre nous a permis de développer deux matériaux sol-gel avec un indice suffisamment élevé pour la réalisation de guides d'ondes. Si chacun comporte des défauts qui lui sont propres, ils sont complémentaires au niveau de la température de recuit car la mise en place d'un procédé va rapidement nous diriger vers le choix de l'un ou l'autre. Il est par exemple impératif d'utiliser un guide d'onde en oxyde de titane pour y intégrer des espèces photoluminescentes facilitant le couplage optique. En revanche, si le procédé mis en place nécessite des étapes avec des températures de recuit supérieures à 150°C, il faut privilégier l'oxyde de zirconium.

Les principales limitations de ce procédé sont dans les caractéristiques physiques et optiques que l'on peut obtenir, plus précisément sur l'épaisseur ou l'indice de réfraction :

- L'indice de réfraction maximal à 635nm est d'environ 1,90 pour les deux matériaux et l'ajout d'espèces luminescentes abaisse cet indice maximal à 1,78. Les simulations effectuées partie I-A montrent que cela est suffisant pour obtenir un guide monomode quel que soit l'indice des cristaux liquides (figure 4-3). Si ce n'est expérimentalement pas le cas, il faudra alors augmenter la température au risque d'obtenir un matériau cristallisé induisant des pertes de propagation. Pour les guides luminescents, une diminution de la concentration en europium dans le sol permet d'augmenter l'indice de réfraction mais la luminescence en pâtit. Sinon, d'autres matériaux à plus haut indice peuvent être synthétisés par voie sol-gel comme le Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [174].
- L'épaisseur limite est située autour de 200nm pour les deux matériaux. Une manière simple de contourner ce problème est de déposer et recuire la couche en plusieurs fois, ce qui a été effectué partie III-C. Une modification du procédé de dépôt pourrait également permettre d'augmenter l'épaisseur maximale. Le perfectionnement du recuit par exemple, en remplaçant les changements brutaux de température par des variations progressives, pourrait permettre d'éviter les craquelures. La synthèse peut également être modifiée en ajoutant des tensioactifs voire en changeant le précurseur de titane ou de zirconium. Il existe par exemple des précurseurs permettant d'intégrer une part organique dans la couche déposée pour

augmenter l'épaisseur limite avant craquelure. Toutefois, cela entraîne également une réduction de l'indice de réfraction.

On dispose ainsi de deux matériaux ( $\text{TiO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$ ) avec des températures maximales de recuits différentes ( $200^\circ\text{C}$  et  $450^\circ\text{C}$ ) permettant d'obtenir une couche de  $200\text{nm}$  d'épaisseur avec un indice maximal d'1,9 à  $635\text{nm}$ .

La synthèse d'un sel d'euporium soluble dans la solution sol-gel permet d'obtenir une couche luminescente. La matrice en  $\text{TiO}_2$  est alors privilégiée et permet le développement de couches de  $250\text{nm}$  d'épaisseurs avec un indice d'1,78 à  $612\text{nm}$  pour une température de recuit de  $150^\circ\text{C}$ .

Plusieurs dépôts successifs peuvent permettre d'obtenir des épaisseurs plus élevées.

### III Procédé de réalisation de GMRF imprégnés de cristaux liquides

La cellule à concevoir, illustrée figure 4-17, est composée de :

- Deux substrats en verre recouverts d'ITO permettant d'appliquer un champ électrique normal dans la cellule.
- Un contact métallique accessible, c'est-à-dire extérieur à la cuve de remplissage, permettant l'application d'un champ électrique une fois la cellule assemblée.
- Une gaine d'indice de réfraction faible permettant d'isoler le mode guidé de la couche conductrice afin d'éviter des éventuelles pertes par absorption dans l'ITO (démonstration I-B).
- Un guide d'onde avec un indice de réfraction supérieur à 1,76 (démonstration I-A).
- Des réseaux de diffraction avec un indice de réfraction proche de l'indice ordinaire des cristaux liquides afin de pouvoir éteindre l'extraction.
- Une couche de polyimide sur la face opposée aux réseaux de diffraction pour imposer un alignement planaire aux cristaux liquides dans l'ensemble de la cellule.
- De la colle avec spacers permettant de sceller la cellule et d'obtenir une épaisseur de cellule constante avant l'introduction de cristaux liquides par capillarité.

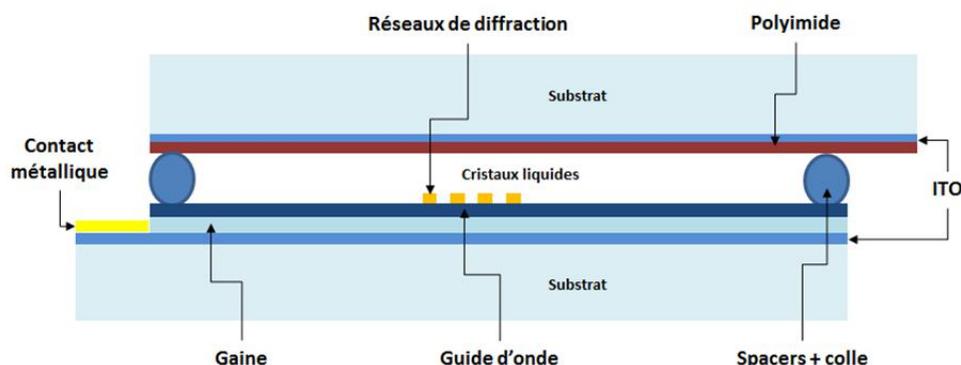


Figure 4-17 : Cellule avec GMRF imprégné de cristaux liquides.

Plusieurs étapes clés sont nécessaires et décrites dans cette partie

- Définition des contacts par lift-off Ti-Au assurant la prise de contact électrique sur l'ITO (III-A).

- Dépôt de la gaine isolante (III-B) et du guide d'onde (III-C).
- Ouverture des contacts par gravure localisée de la gaine et du guide (III-D).
- Structuration des dispositifs de découplage : nano-impression de réseaux de diffraction (III-E).
- Assemblage : dépôt de polyimide sur le substrat supérieur et encapsulation (Chapitre 3-IV-A)

### III-A Lift-off pour dépôt partiel d'or

Le procédé lift-off permettant de déposer partiellement de l'or sur le wafer afin de prendre le contact est brièvement décrit sur la figure 4-18. Le substrat utilisé est un wafer en verre (AF32, Schott) de 6 pouces de diamètre sur lequel sont déposés 100nm d'ITO par PVD (résistance carrée de 30Ω/sq, SOLEMS). Il s'agit du même type de substrat que ceux utilisés précédemment (Chapitre 3-II).

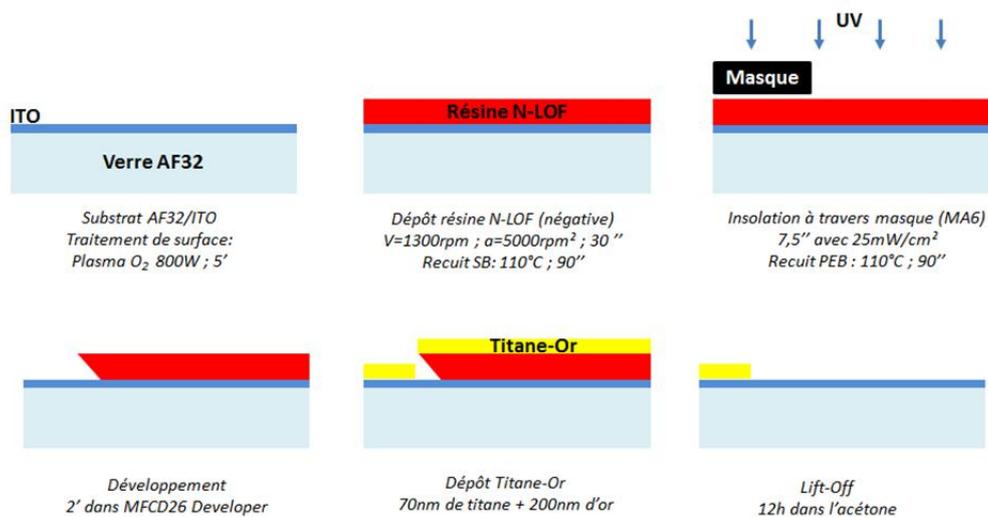


Figure 4-18 : Description générale du procédé lift-off utilisé.

La première étape consiste à déposer 5µm de résine négative (N-LOF, MicroChemicals) par spin-coating puis l'insoler à travers le masque présenté en figure 4-19. La révélation dans le développeur (MFCD26, MicroChemicals) se fait pendant 2'30'' afin d'obtenir des flancs inversés facilitant le lift-off. Après dépôt de 200nm d'or sur 70nm de titane (facilitant l'adhérence sur le substrat) par évaporation sous vide (EVA 600), une nuit dans l'acétone permet de libérer totalement le wafer de la résine.

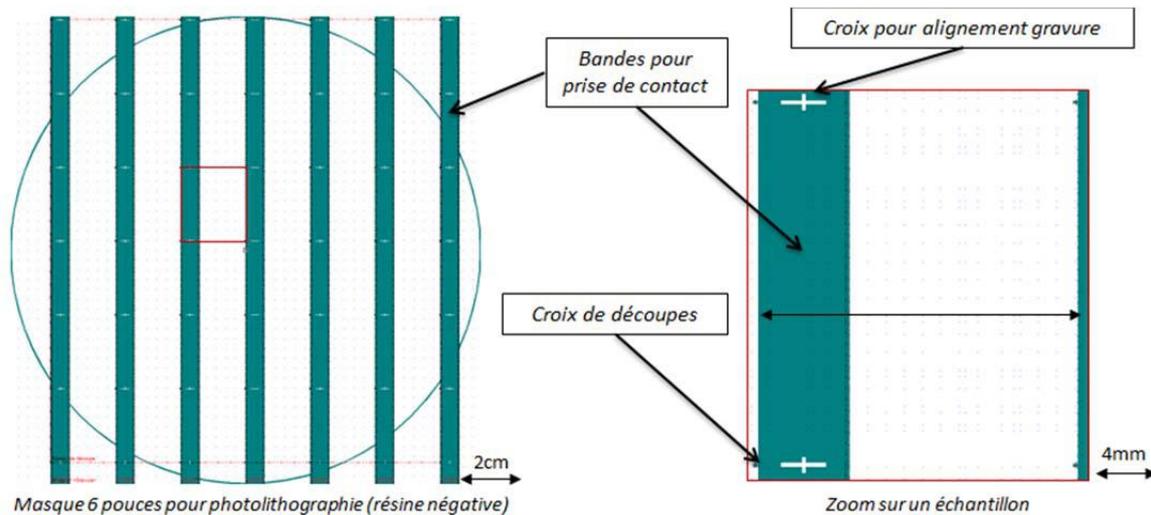


Figure 4-19 : Représentation du masque pour dépôt partiel d'or par lift-off.

Le masque comprend des bandes de chrome de 6mm. La résine étant négative, elle polymérise seulement lorsqu'elle est insolée et sera donc dissoute au niveau de ces zones masquées où sera finalement déposé l'or. Des repères (croix symétriques avec bandes de 100 $\mu$ m de large et 300 $\mu$ m de long) ont été introduits afin de pouvoir découper la plaque en plusieurs échantillons de 24x21mm. Des motifs permettant un alignement ultérieur avec le masque de gravure sont également ajoutés.

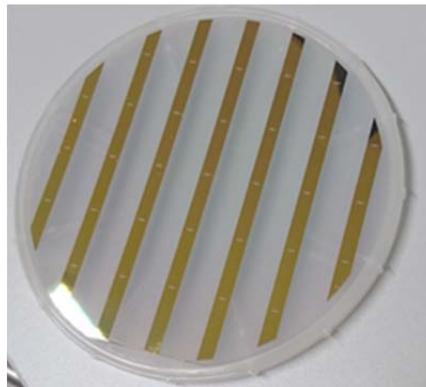


Figure 4-20 : Wafer après l'étape de lift-off.

Un substrat transparent avec des bandes d'or est ainsi obtenu (figure 4-20).

### III-B Dépôt de la gaine en SiO<sub>2</sub>

Le dépôt de la gaine en SiO<sub>2</sub> a été effectué par PECVD basse température (N<sub>2</sub>O et SiH<sub>4</sub> (4:1) à 100°C). L'utilisation d'un procédé de dépôt de 50 minutes a permis d'obtenir une épaisseur de couche de 400nm en moyenne de manière reproductible.

Chaque dépôt sur wafer 6 pouces a été cartographié en ellipsométrie permettant de mesurer l'indice et l'épaisseur de la couche déposée au centre de ce qui sera un échantillon après découpe. Une marge d'erreur sur l'indice est estimée en fonction de la répétabilité des mesures.

La courbe de dispersion présentée en figure 4-21 est obtenue. L'indice de réfraction des couches de silice déposées est de  $1,465 \pm 0,002$  pour une longueur d'onde de 635nm.

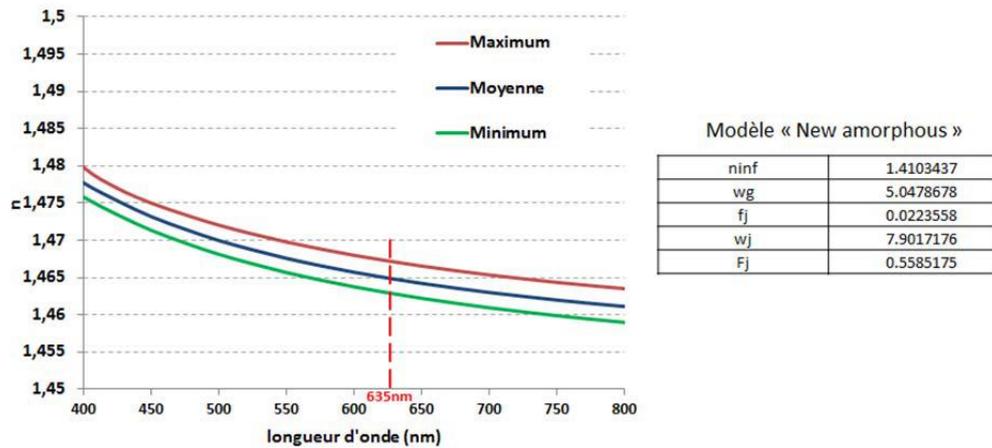


Figure 4-21 : Courbe de dispersion déduite de mesures ellipsométriques pour le dépôt de  $\text{SiO}_2$  par PECVD. Les coefficients utilisés avec le modèle new amorphous [172] sont donnés à titre indicatif.

Cet indice a ensuite été fixé afin de déterminer la variation d'épaisseur sur l'ensemble de l'échantillon. La cartographie de cette épaisseur est présentée figure 4-22. Une épaisseur de  $400 \pm 40 \text{ nm}$  est mesurée sur l'ensemble du wafer avec une variation Nord-Sud (le méplat étant considéré au Sud) répétable d'un échantillon à un autre.

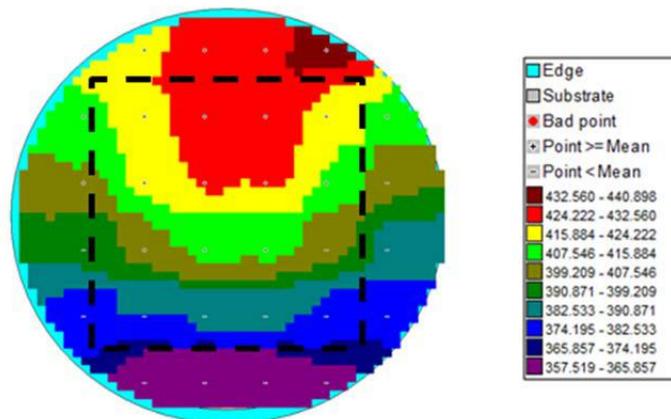


Figure 4-22 : Reconstruction colorimétrique des épaisseurs mesurée (nm) d'un dépôt de  $\text{SiO}_2$  par ICPECVD sur un substrat AF32 6'' (les croix représentent les points de mesure).

En considérant la zone utile du wafer (encadré en pointillés) ; l'épaisseur est comprise entre 380 et 430nm. Or, si l'on regarde les résultats présentés sur la figure 4-7, les pertes par absorption n'évoluent pas de manière drastique si l'on passe de 380 à 430nm d'épaisseur. Le manque d'homogénéité n'est donc pas gênant pour le rôle de gaine de cette couche.

### III-C Dépôt du guide d'onde

Pour cette partie, trois voies sont étudiées :

- Un dépôt par PECVD du guide d'onde en  $\text{Si}_3\text{N}_4$
- Deux dépôts par voie sol-gel :  $\text{TiO}_2$  ou  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$  (dopé europium)

#### III-C-1 Dépôt de $\text{Si}_3\text{N}_4$ par PECVD

Le dépôt du guide en  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a été effectué par PECVD basse température ( $\text{N}_2$  et  $\text{SiH}_4$  (1:0,9) à  $100^\circ\text{C}$ ). L'utilisation de ce procédé permet d'obtenir des couches d'un indice proche de 2 (figure 4-23). Si l'on

se réfère au tableau 17, il est nécessaire d'obtenir une épaisseur entre 190 et 260nm pour être monomode TE avec un recouvrement supérieur à 60% quel que soit l'indice des cristaux liquides. Un dépôt de 25 minutes permet d'obtenir des épaisseurs de couches de 224nm en moyenne de manière reproductible (figure 4-26).

Chaque dépôt est caractérisé par ellipsométrie de la même manière que la couche de SiO<sub>2</sub>. La courbe de dispersion obtenue est présentée sur la figure 4-23 et la cartographie de l'épaisseur sur la figure 4-24.

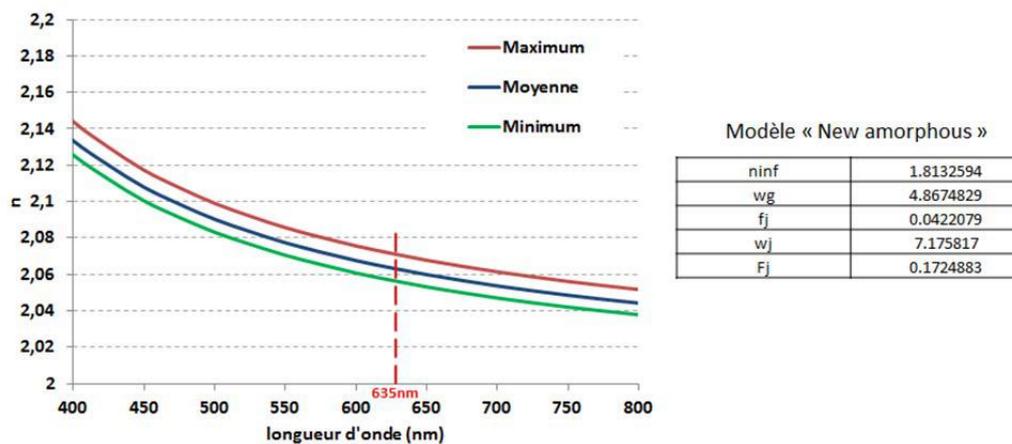


Figure 4-23 : Courbe de dispersion déduite de mesures ellipsométriques pour le dépôt de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> par PECVD. Les coefficients utilisés avec le modèle new amorphous [172] sont donnés à titre indicatif.

On obtient un indice de  $2,061 \pm 0,005$  à 625nm. La marge d'erreur sur l'indice est plus importante que pour le dépôt de SiO<sub>2</sub> mais reste raisonnable. En effet, les résultats de simulation présentés figure 4-5 démontrent qu'une telle variation de l'indice de réfraction, lorsque celui-ci est supérieur à 2, ne modifiera pas les conditions de guidage.

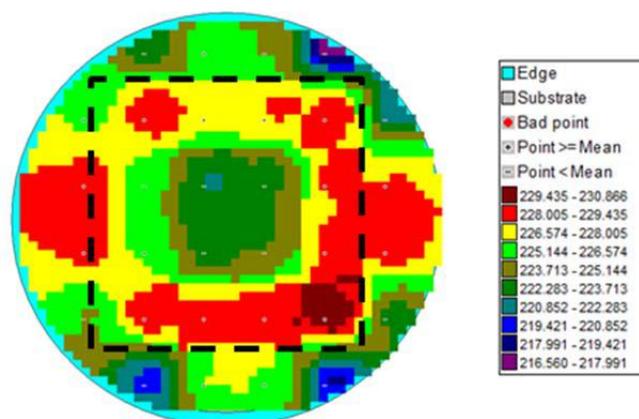


Figure 4-24 : Reconstruction colorimétrique des épaisseurs mesurée (nm) d'un dépôt de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> par ICPECVD sur un substrat AF32 6'' (les croix représentent les points de mesure).

On obtient un dépôt plus homogène que pour le SiO<sub>2</sub> avec une épaisseur de  $224 \pm 8$ nm sur l'ensemble de l'échantillon et de  $224 \pm 5$ nm sur la partie utile du wafer.

Les paramètres physiques et optiques des couches minces de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> obtenus sont largement satisfaisants pour être dans les conditions définies partie I-A (figure 4-5).

### III-C-2 Dépôt sol-gel de TiO<sub>2</sub>

Le détail de la réalisation de guide d'onde TiO<sub>2</sub> par voie sol-gel est donné partie II. On y démontre notamment qu'il est possible d'obtenir des guides d'onde d'indice 1,85 avec des recuits de l'ordre de 100°C. Un recuit de 150°C permet d'obtenir un guide d'onde d'indice 1,88 et, si l'on se réfère à la figure 4-5, il est nécessaire d'obtenir une épaisseur entre 260 et 300nm pour être monomode TE avec un recouvrement supérieur à 60% quel que soit l'indice des cristaux liquides. Or, avec ce procédé de synthèse et de recuit, il est impossible d'obtenir des couches de plus de 200nm d'épaisseur sans voir apparaître des craquelures (tableau 18).

Afin de pouvoir déposer une couche de 280nm non craquelée, nous décidons de la déposer en deux temps : deux dépôts de 140nm. Il est nécessaire de recuire la première couche déposée avant de procéder au deuxième dépôt afin de ne pas recuire l'ensemble simultanément (ce qui n'empêcherait pas les craquelures). Cependant, il est souhaitable de ne pas effectuer un recuit trop long de la première couche (qui subira également le deuxième recuit) afin de ne pas créer deux couches d'indices différents. **Des essais ont conduit à un recuit du premier dépôt de 7 minutes à 150°C avant de procéder au second dépôt.**

Le protocole suivant a ainsi été établi :

- 1) Prélever 5mL d'un sol de TiO<sub>2</sub> (C=0,7mol/L) synthétisé selon protocole décrit partie II-B-1
- 2) Ajout d'1mL d'éthanol et 1mL d'isopropanol pour obtenir une concentration de 0,5mol/L
- 3) Dépôt 2200rpm, a=3000rpm<sup>2</sup>, 30 secondes + recuit 150°C, 7 minutes
- 4) Dépôt 2200rpm, a=3000rpm<sup>2</sup>, 30 secondes + recuit 150°C, 20 minutes

L'indice de réfraction (figure 4-23) et l'épaisseur de la couche formée (figure 4-24) sont mesurés par ellipsométrie.

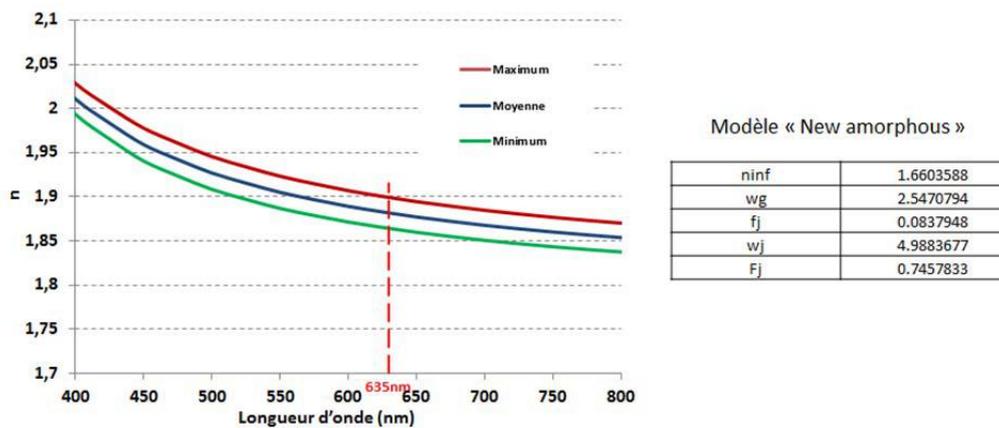


Figure 4-25 : Courbe de déduction de mesures ellipsométriques pour le dépôt de TiO<sub>2</sub> par voie sol-gel. Les coefficients du modèle new amorphous [172] utilisés sont donnés à titre indicatif.

On obtient un indice de  $1,88 \pm 0,02$  à 625nm. La marge d'erreur sur l'indice est assez importante et des variations peuvent être observées sur un même dépôt. La forte dépendance de l'indice du matériau à la température de recuit est probablement responsable de ces inhomogénéités.

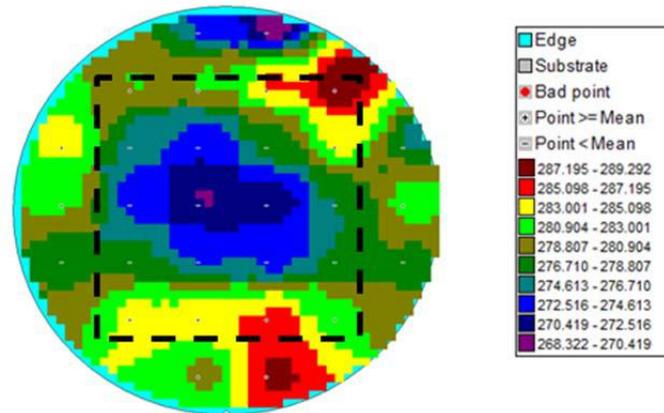


Figure 4-26 : Reconstruction colorimétrique des épaisseurs mesurée (nm) d'un dépôt de  $\text{TiO}_2$  par ICPECVD sur un substrat AF32 6'' (les croix représentent les points de mesure).

L'épaisseur obtenue est de  $275 \pm 15 \text{ nm}$  sur l'ensemble de l'échantillon avec une couche plus fine au centre de l'échantillon, qui s'épaissit sur les bords. Cette configuration est typique d'un dépôt par spin-coating.

Les paramètres physiques et optiques des couches minces déposés par voie sol-gel sont beaucoup plus variables que ceux obtenus par PECVD de par leurs fortes dépendances à la température de recuit. Cependant, cela reste satisfaisant pour que les échantillons d'un même wafer soient dans les conditions de guidage monomode définis figure 4-5.

### III-C-3 Dépôt par voie sol-gel de guides d'onde $\text{TiO}_2$ dopés europium

Si la voie sol-gel reste de manière générale une piste intéressante à explorer pour des raisons évoquées partie II-A, le but est aussi d'utiliser une manière alternative de couplage dans le guide d'onde : l'utilisation de sources secondaires.

On se servira pour cela des travaux effectués dans la partie II-C sur les guides d'onde  $\text{TiO}_2$  dopés europium permettant d'obtenir des couches minces luminescentes dans le rouge ( $\lambda_{\text{em}}=612 \text{ nm}$ ) lorsqu'on l'excite dans l'UV ( $\lambda_{\text{ex}} \approx 395 \text{ nm}$ ). La sensibilité à la température du sel d'europium utilisé est cependant limitante pour obtenir un indice de réfraction supérieur à 1,8. En optimisant les conditions de recuit ( $150^\circ \text{C}$  pendant 20 minutes), on obtient un indice de réfraction d'environ 1,78 à 612 nm.

Si l'on observe la figure 4-5 définissant l'épaisseur du guide d'onde en fonction de l'indice, on remarque qu'avec un cœur de guide d'indice 1,78, il est impossible d'avoir un guide monomode recouvert à plus de 60% quel que soit l'indice des cristaux liquides. Nous choisissons alors d'élaborer un guide monomode en priorité, même si le recouvrement n'est pas supérieur à 60%. On se concentre donc sur la figure 4-3 pour déterminer l'épaisseur nécessaire qui doit être entre 320 et 380 nm.

De la même manière que pour les guides  $\text{TiO}_2$ , le dépôt est réalisé en deux fois 175 nm afin d'éviter les craquelures apparaissant pour des épaisseurs supérieures à 250 nm (tableau 20). Afin d'obtenir une couche de 350 nm avec un indice maximal sans amoindrir la luminescence, le protocole suivant a ainsi été établi :

## Application en optique guidée

- 1) Prélever 5mL d'un sol de  $\text{TiO}_2$  ( $C=0,7\text{mol/L}$ ) synthétisé selon protocole décrit partie II-B-1
- 2) Diluer 140mg de sel d'euprium synthétisé selon protocole décrit partie II-C-2 dans 1mL d'éthanol. Il est parfois nécessaire de chauffer légèrement pour assurer la dilution.
- 3) Ajout du chélate d'euprium dilué dans la solution (4mg/mol de précurseur)
- 4) Ajout d'1mL d'isopropanol pour avoir une solution concentrée à 0,5mol/L
- 5) Dépôt 2500rpm,  $a=3000\text{rpm}^2$ , 30 secondes + recuit  $150^\circ\text{C}$ , 7minutes
- 6) Dépôt 2500rpm,  $a=3000\text{rpm}^2$ , 30 secondes + recuit  $150^\circ\text{C}$ , 20minutes

L'indice de réfraction (figure 4-27) et l'épaisseur de la couche obtenue (figure 4-28) sont mesurés par ellipsométrie.

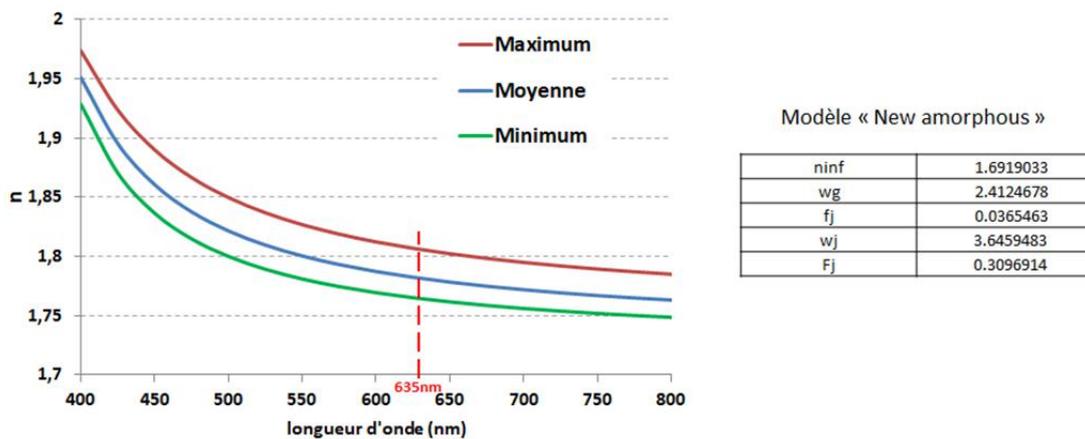


Figure 4-27 : Courbe de dispersion déduite de mesures ellipsométriques pour le dépôt de  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$  par spin-coating. Les coefficients du modèle new amorphous [172] utilisés sont donnés à titre indicatif.

On obtient un indice d'environ  $1,78 \pm 0,02$  à 612nm. Ici aussi, l'incertitude est assez élevée.

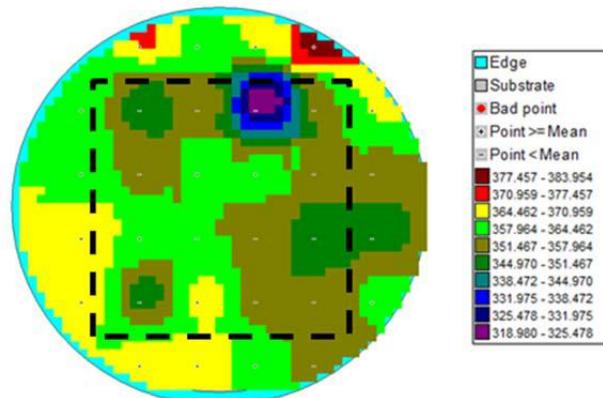


Figure 4-28 : Reconstruction colorimétrique des épaisseurs mesurées (nm) d'un dépôt de  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$  par ICPECVD sur un substrat AF32 6'' (les croix représentent les points de mesure).

Le dépôt en deux fois par spin-coating donne une couche assez homogène. En effet, une épaisseur de 350 à 380nm est obtenue dans la zone utile, si l'on ne considère pas le point de mesure à 318nm, probablement placé sur un défaut.

Trois guides d'ondes différents ont été réalisés, utilisant trois matériaux :  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $n=2,05$ ,  $e=225\text{nm}$ ),  $\text{TiO}_2$  ( $n=1,88$ ,  $e=275\text{nm}$ ) et  $\text{TiO}_2$  dopé Euprium ( $n=1,78$ ,  $e=355\text{nm}$ ).

### III-D Gravure

Une fois la gaine et le guide déposés, une étape de gravure est nécessaire pour libérer l'or afin de pouvoir assurer par la suite un contact électrique. La figure 4-29 présente brièvement le procédé mis en place.

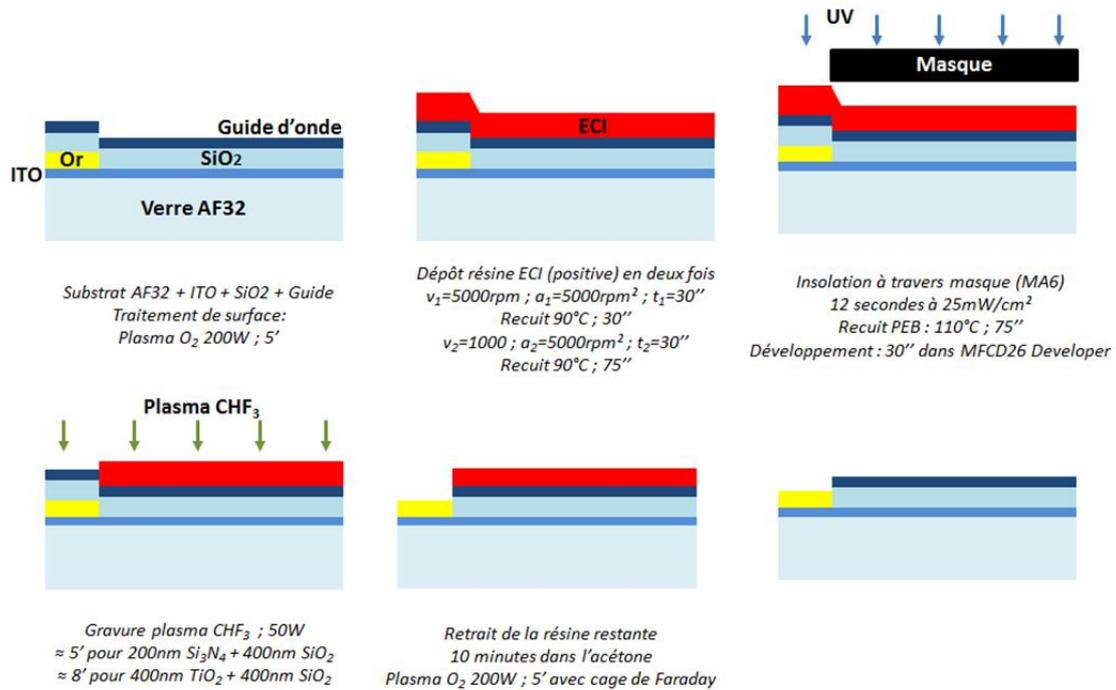


Figure 4-29 : Description générale du procédé de gravure.

Un dépôt de résine positive (ECI, MicroChemicals) est effectué en deux temps afin d'obtenir une couche de 2,6µm insolée à travers un masque définissant l'ouverture des contacts (figure 4-30). Une gravure plasma CHF<sub>3</sub> de 5 à 10 minutes permet de retirer le guide d'onde et la gaine sur les zones ouvertes. Au terme de la gravure, la résine restante est retirée à l'acétone pendant 10 minutes. Un traitement plasma peut également être effectué pour s'assurer de l'élimination de toute trace de résine restante.

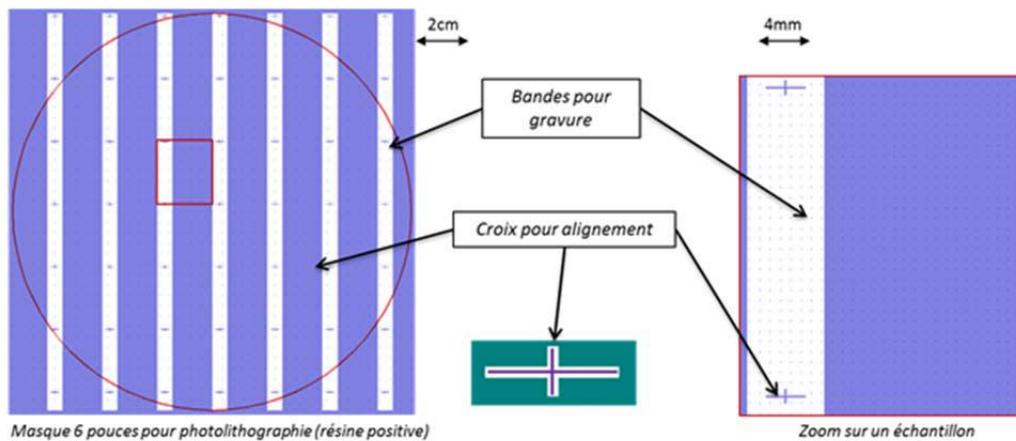


Figure 4-30 : Définition du masque pour l'étape de gravure.

Le masque utilisé durant la photolithographie est analogue à celui effectué pour l'étape de lift-off. Il comprend une ouverture de 5,8mm, zone pour laquelle la résine positive va être dissoute

permettant la gravure de la gaine et du guide d'onde par plasma. La zone gravée mesure 200µm de moins que la bande d'or déposée. Une croix métallique est présente afin d'aligner le motif avec le dépôt d'or précédemment réalisé. La largeur des bandes de cette croix est de 200µm et doit être alignée dans la croix inscrite dans l'or qui est de 300µm de large (figure 4-19). Ainsi, on obtient un alignement de la gravure sur l'or avec une erreur de 100µm.

Avec une précision de 100µm et 200µm de marge, on s'assure de ne pas soumettre la couche d'ITO au plasma CHF<sub>3</sub> attaquant les oxydes. Le rôle de l'or, qui présente une sélectivité élevée par rapport au plasma fluoré, est justement de préserver la couche d'ITO, la gravure de cette couche conductrice empêchant toute application de champ électrique dans la cellule.

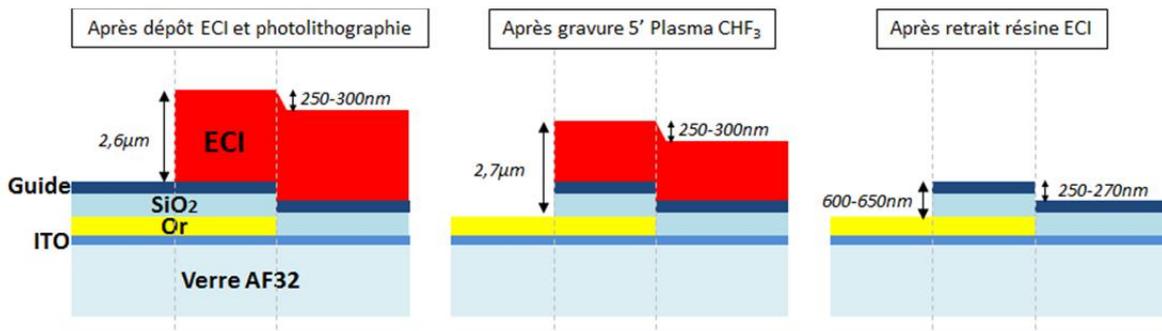


Figure 4-31 : Mesure au profilomètre de l'intersection entre la zone de contact et la zone guide d'onde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>  
NB : Une zone de 100µm comprend or et guide d'onde selon les masques définis figure 4-19 et figure 4-30.

Des mesures au profilomètre sont effectuées après chaque étape pour contrôler le procédé. La figure 4-31 présente des schémas correspondant à un exemple de mesure pour un guide Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Une marche de 2,6µm de résine ECI est mesurée après insolation UV et révélation. Après 5 minutes de gravure, on mesure une marche de 2,7µm. Cette marche se réduit à 600 à 650nm une fois la résine retirée. On peut alors estimer que l'on a gravé 600-650nm de guides/gaines (400 à 430nm de SiO<sub>2</sub> et 220 à 230nm de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) et en déduire qu'environ 500nm de résine ECI ont été gravés (2,6µm-(2,7µm-0,65µm)).

Après cette étape, le wafer peut ensuite être découpé à la scie diamantée selon les croix de découpe intégrées dans le masque (figure 4-19). Une résine (type ECI) est préalablement déposée pour protéger la surface du wafer. On obtient ainsi un échantillon de 24x21mm avec un dépôt d'or pour la prise de contact et une zone transparente comprenant la gaine et le guide d'onde. Les échantillons dopés avec de l'eupremium émettent de la lumière rouge orangé sous UV (figure 4-32).

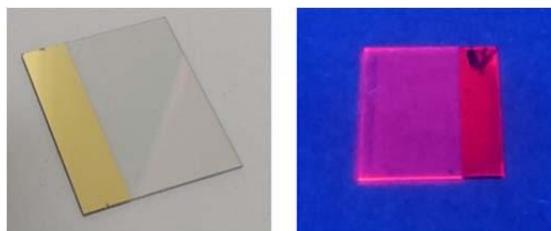


Figure 4-32 : Un échantillon comprenant un guide TiO<sub>2</sub> (à gauche) ou un guide TiO<sub>2</sub>\_Eu exposé sous UVs (à droite) obtenus après découpe, avant l'étape de nano-impression.

### III-E Nano-impression des structures

Le procédé de nano-impression, décrit dans le chapitre 2-I-B-3 permet d'obtenir des résolutions d'une centaine de nanomètre avec un facteur de forme (rapport hauteur/largeur) qui ne peut être supérieur à 1. La réalisation des réseaux sur les échantillons précédemment réalisés sera décrite selon les étapes clefs suivantes :

- Définition de la période des structures (III-E-1)
- Réalisation du moule mère sur silicium (III-E-2)
- Impression thermique d'un moule fille en ZEONORFILM® (III-E-3)
- Impression UV dans la résine NILUV (III-E-3)
- Gravure du fond de résine (III-E-3)

#### III-E-1 Définition des motifs présents sur le moule mère

Dans un premier temps, il est nécessaire de définir la période des réseaux de diffraction formant les GMRF. Cette période dépend directement de l'indice effectif du mode guidé et donc de la structure considérée. Le tableau 21 résume les différents indices effectifs selon le type de matériau du guide, le mode considéré ainsi que l'indice de réfraction de la gaine supérieur en cristal liquide.

nCL	no=1,52		ne=1,73	
Mode guidé	TE	TM	TE	TM
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, n=2,05 e=225nm</b>	1,88	1,82	1,87	1,81
<b>TiO<sub>2</sub>, n=1,88 e=275nm</b>	1,76	1,72	1,78	1,77
<b>TiO<sub>2</sub>_Eu, n=1,79, e=355nm</b>	1,71	1,69	1,74	1,73

Tableau 21 : Indices effectifs des modes TE et TM selon le matériau utilisé pour le guide et l'alignement des cristaux liquides

À la longueur d'onde  $\lambda$ , l'extraction normale d'un mode guidé d'indice effectif  $n_{eff}$  par un réseau de pas  $\Lambda$  s'effectuera tel que (démonstration chapitre 2-I-B-2) :

$$n_{eff} = \frac{\lambda}{\Lambda} \quad \text{soit} \quad \Lambda = \frac{\lambda}{n_{eff}}$$

Dans le tableau 22 sont résumés les périodes de réseau nécessaires à une extraction normale en considérant une longueur d'onde de 635nm pour les guides Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et TiO<sub>2</sub> (longueur d'onde de la source) et 612nm pour les guides TiO<sub>2</sub>\_Eu (longueur d'onde d'émission de l'euporium).

nCL	no=1,52		ne=1,73	
Mode guidé	TE	TM	TE	TM
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, n=2,05 e=225nm</b>	332nm	339nm	332nm	345nm
<b>TiO<sub>2</sub>, n=1,88 e=275nm</b>	355nm	363nm	351nm	353nm
<b>TiO<sub>2</sub>_Eu, n=1,79, e=355nm</b>	358nm	362nm	352nm	354nm

Tableau 22 : Période nécessaire pour extraction normale des modes TE et TM selon le matériau utilisé pour le guide et l'alignement des cristaux liquides

Deux moules ont été réalisés avec deux périodes différentes de réseau, l'un pour caractériser les guides  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $\Lambda=335\text{nm}$ ), l'autre pour caractériser les guides  $\text{TiO}_2$  et  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$  ( $\Lambda=355\text{nm}$ ). Le facteur de remplissage visé est défini arbitrairement à 0,5, ce qui correspond à une largeur des dents et de creux de 167 à 177nm.

Nous fixerons donc une hauteur de dent de 170nm afin de s'approcher des conditions limites correspondant à un rapport de forme égal à 1.

L'intégralité de la structure forme un carré de  $200 \times 200 \mu\text{m}$ , ce qui correspond à la largeur de champ maximale pour réalisation du moule mère par lithographie électronique.

### III-E-2 Réalisation du moule mère

Le moule mère en silicium est réalisé par lithographie électronique (Electrons Beam Lithography, RAITH150). Le procédé est décrit dans la figure 4-33 :

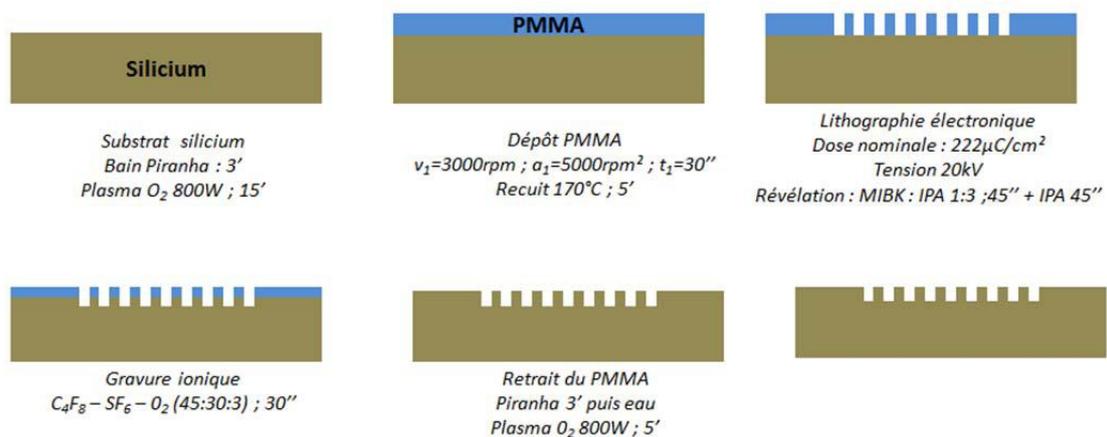


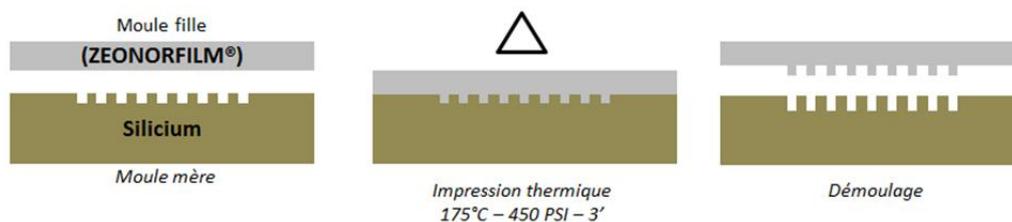
Figure 4-33 : Procédé de réalisation du moule mère sur silicium par lithographie électronique.

La gravure du moule en silicium passe par le dépôt d'une couche de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) structurée par lithographie électronique et révélée au méthylisobutylcétone (MIBK). La structure est reportée dans le silicium par gravure ionique réactive (RIE, Reactive-Ion Etching) et la couche de PMMA est finalement retirée par traitement Piranha (50%  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 50%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) et plasma  $\text{O}_2$ . Un traitement hydrophobe est réalisé pour faciliter l'impression thermique.

### III-E-3 Report de la structure sur échantillons

Le report de la structure depuis le moule en silicium sur l'échantillon est effectué à l'aide d'un plastique thermo-formable commercial (ZEONORFILM®) selon le procédé détaillé sur la figure 26. Dans un premier temps les motifs gravés dans le silicium sont reportés sur le ZEONORFILM® grâce à un pressage thermique. Une fois transféré dans le plastique, la microstructure peut enfin être transférée dans une résine photosensible (NILUV). Cette résine, réalisée en interne au LAAS spécifiquement pour ce type de procédé, est préalablement déposée par spin-coating sur l'échantillon.

## Etape 1 : Impression du moule fille



## Etape 2 : Report sur échantillon

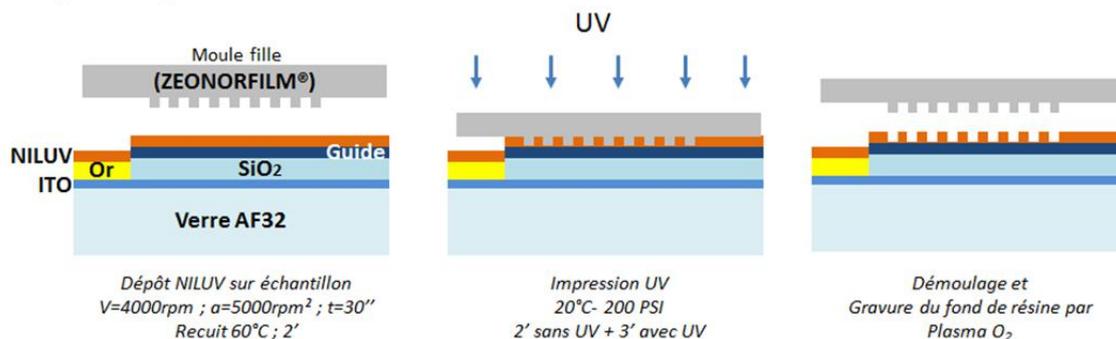


Figure 4-34 : Procédé de réalisation du moule fille par nano-impression thermique puis transfert sur échantillon par nano-impression UV.

Une gravure par plasma  $O_2$  de 50 secondes est finalement effectuée pour éliminer le fond de résine.

### III-E-4 Caractérisations microscopiques

La période, l'épaisseur et la hauteur de dent des structures réalisées sont mesurées après chaque étape par MEB (figure 4-35) et AFM (figure 4-36).

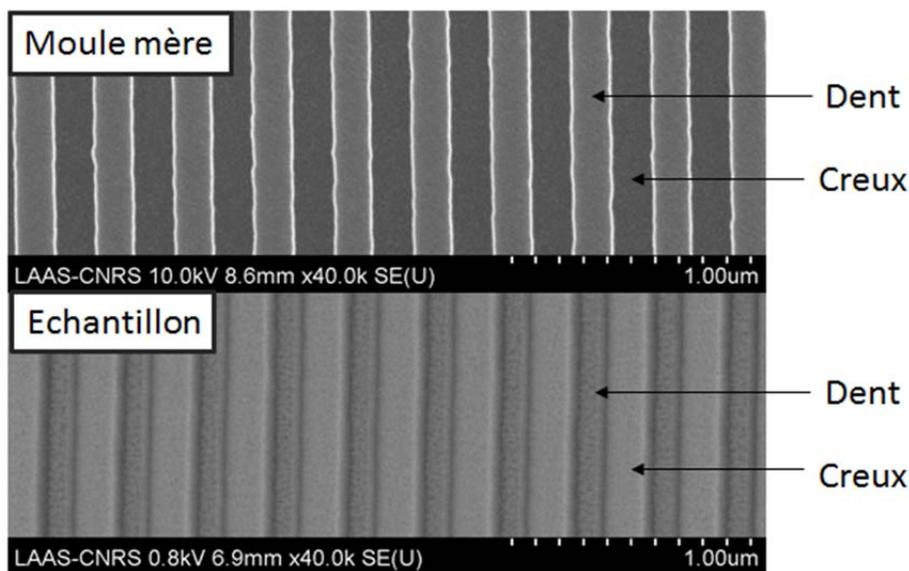


Figure 4-35 : Caractérisation MEB des réseaux pour guide  $Si_3N_4$  sur le moule mère en silicium (en haut) et sur échantillon après gravure du fond de résine (en bas).

Les caractérisations MEB permettent de définir la période et le facteur de remplissage des réseaux formés, dont les valeurs sont récapitulées sur le tableau 23. On constate sur ces images une diminution de la largeur de dent (c'est-à-dire une augmentation du facteur de remplissage) entre moule mère et échantillon.

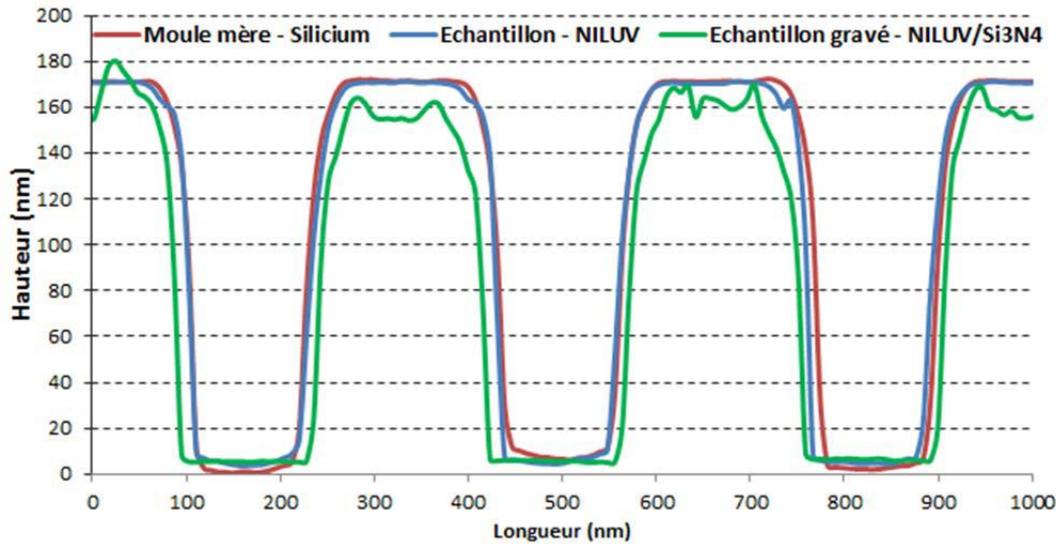


Figure 4-36 : Caractérisation AFM des réseaux pour guide  $TiO_2$  sur le moule mère en silicium (en rouge), sur échantillon après impression UV (en bleu) et sur échantillon après gravure du fond de résine (en vert). La pointe AFM utilisée pour mesurer ce profil (ART-NCHR, NanoWorld) est adaptée à des structures avec des dimensions fines et critiques de par son rapport d'aspect élevé (5:1) [161].

Si les images AFM sont seulement utilisées pour mesurer la hauteur de dent, on constate que les profils des réseaux sur moule mère et sur échantillon avant gravure du fond de résine sont quasiment superposables. C'est après la gravure du fond de résine que la forme évolue avec notamment une augmentation du facteur de remplissage. L'aspect irrégulier observé après gravure est dû à la différence de matériau entre le haut de la dent (résine NILUV) et le fond du réseau (guide  $Si_3N_4$ ).

Le tableau 23 résume les résultats.

	Période		Facteur de remplissage		Epaisseur	
	$Si_3N_4$	$TiO_2$	$Si_3N_4$	$TiO_2$	$Si_3N_4$	$TiO_2$
Moule mère	335	354	0,52	0,51	170	172
Echantillon	333	352	0,52	0,57	167	170
Echantillon gravé	333	352	0,59	0,57	155	158

Tableau 23 : Récapitulatif des dimensions de structures réalisées ( $\Lambda$ ,  $Fr$ ,  $hd$ ) pour les deux types de guides ( $Si_3N_4$ ,  $TiO_2$ ) après chaque étape (réalisation du moule mère, nano-impression, gravure du fond de résine).

### III-F Amélioration

Si les caractérisations présentées partie V ont été effectuées avec des réseaux formés par la résine NILUV, une amélioration est sûrement nécessaire. En effet, le fait de garder des échantillons en NILUV présente plusieurs inconvénients :

- résine peu solide mécaniquement et peu résistante chimiquement aux solvants usuels.
- apparition de défauts lors du dépôt par spin-coating et de l'impression.
- complication pour laver l'échantillon sans abimer la structure.

Nous avons pu palier à ce problème en se servant des réseaux formés dans la résine comme réseaux « intermédiaires » permettant la gravure dans un autre matériau type  $SiO_2$  préalablement déposé. Il

est alors nécessaire de déposer une couche de  $\text{SiO}_2$  par PECVD après le dépôt du guide d'onde (partie III-C) et avant la gravure (partie III-D). L'impression du réseau en NILUV se fait alors de la même manière que partie III-E mais une étape de gravure plasma ( $\text{CHF}_3$ ) est ensuite nécessaire pour reporter la structure dans la couche de silice. La résine NILUV est finalement retirée par plasma  $\text{O}_2$ .

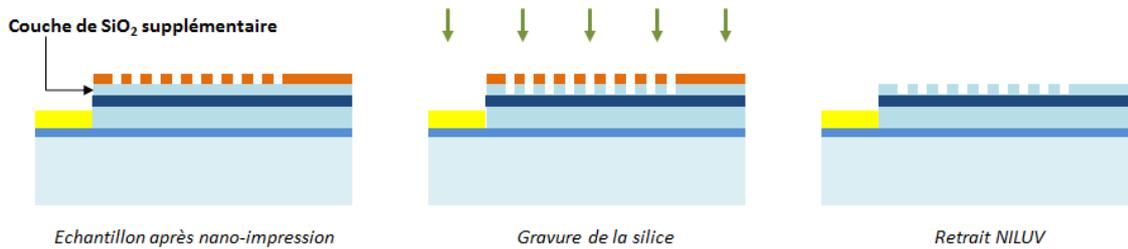


Figure 4-37 : Etape de gravure supplémentaire pour transfert des motifs de la NILUV vers la silice.

## IV Réalisation et observation de cellules

### IV-A Réalisation de cellules à cristaux liquides

Les échantillons réalisés sont finalement encapsulés selon la méthode décrite chapitre 3-II-D pour former des cellules à cristaux liquides. Les spacers contenus dans la colle sont maintenant de  $1,6\mu\text{m}$ . Le cristal liquide utilisé reste le même à savoir le E7 (EM Industries Inc) dont l'indice ordinaire ( $n_o=1,519$  à température ambiante) est proche de l'indice de réfraction de la résine NILUV ( $n_{\text{NILUV}}=1,52$ ) autour de  $630\text{nm}$ . L'indice extraordinaire de ce cristal liquide est d'environ  $1,73$  [158].

Une photographie de la cellule transparente obtenue est présentée en figure 4-38. Les réseaux formés ne sont pas apparents car leur faible période diffracte peu dans le visible (Chapitre 2-I-B-2).

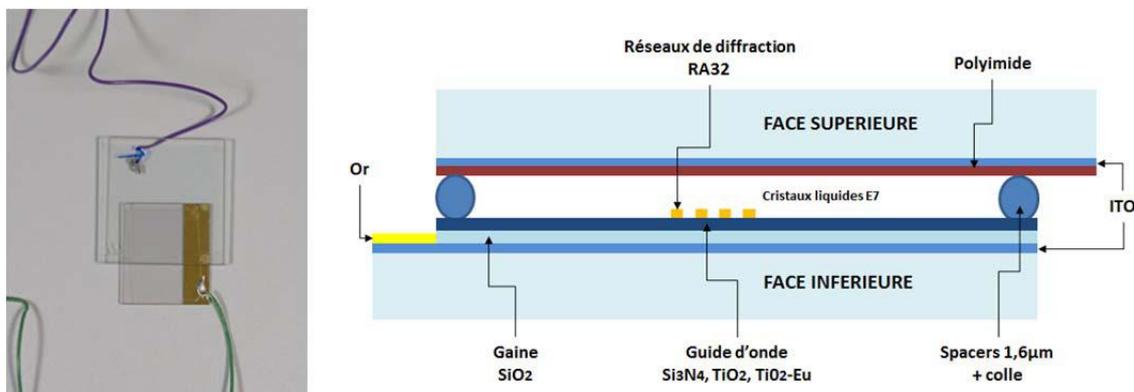


Figure 4-38 : Cellule à cristal liquide finale photographiée (à gauche) et schématisée (à droite).

Finalement, nous disposons de multiples échantillons avec trois types de matériaux pour former le guide d'onde ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$ ) et des réseaux en résine NILUV de deux périodes différentes ( $335\text{nm}$  pour les guides  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et  $355$  pour les guides  $\text{TiO}_2$  et  $\text{TiO}_2\text{-EU}$ ). L'indice de cette résine, mesuré par ellipsométrie, est d' $1,52$  à  $635\text{nm}$ , ce qui correspond à l'indice ordinaire des cristaux liquides E7. La cellule formée (figure 4-38) est analogue à celles réalisées dans le chapitre 2 avec, toutefois, une réduction de l'épaisseur de la cellule de  $7$  à  $1,6\mu\text{m}$ .

## IV-B Caractérisation entre polariseurs croisés

Afin d'évaluer l'alignement des cristaux liquides dans les cellules réalisées, les échantillons, imprégnés de cristaux liquides, ont été observés entre polariseurs croisés (figure 4-39). Des détails sur cette méthode d'observation sont donnés chapitre 3-IV-B.

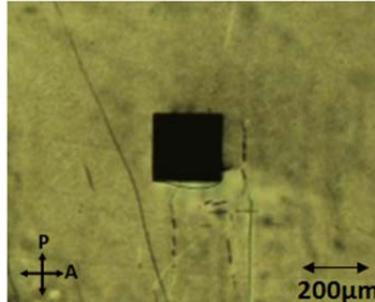


Figure 4-39 : Observation entre polariseurs croisés du GMRF imprégné de cristaux liquides.

L'image est bien noire au niveau du réseau de diffraction, témoignant d'un alignement planaire des cristaux liquides dans cette zone. Ce n'est cependant pas le cas autour du réseau car aucun alignement n'est imposé par la face inférieure de la cellule.

Comme nous l'avons constaté dans le chapitre 3-IV, l'alignement planaire des cristaux liquides semble optimal lorsque les molécules sont situées dans le GMRF, entre la surface recouverte de polyimide brossé (face supérieure) et celle structurée par un réseau de diffraction (face inférieure). Hors GMRF en revanche, lorsqu'il n'y a qu'une des deux faces imposant un alignement (en l'occurrence ici la face supérieure recouverte de polyimide), la biréfringence observée témoigne d'un alignement imparfait.

Le dispositif de découplage GMRF est un carré de  $200 \times 200 \mu\text{m}$  sur une surface totale de  $21 \times 24 \text{mm}$ , la quasi-intégralité de l'échantillon présente ici un alignement imparfait.

Ces défauts peuvent notamment être à l'origine de pertes de propagation d'un mode guidé. Afin de les éviter, un alignement doit être imposé par l'intégralité de la face inférieure. Plusieurs solutions sont envisagées :

- Le dépôt et brossage d'une couche de polyimide sur la face inférieure. Si c'est la méthode d'alignement la plus efficace, elle risque, dans notre cas, d'obstruer les réseaux de diffraction.
- Le photo-alignement des cristaux liquides par des molécules azobenzènes. La technique de photo-alignement, développée chapitre 5-II-A, peut s'avérer plus adaptée car il suffit d'une monocouche d'azobenzènes pour aligner les molécules. Il est ainsi possible d'obtenir un alignement homogène sans colmater, ni abimer la structure diffractante. Cette idée semble satisfaisante mais nécessite un développement des couches azobenzènes.
- L'alignement des cristaux liquides par la résine NILUV. Le brossage direct de la résine est efficace mais endommage la structure. Cependant, il est aussi possible d'aligner la résine pendant la nano-impression par transfert de l'anisotropie du film souple [175]. C'est cette idée que nous allons développer avec le ZEONORFILM®.

Les films en ZEONORFILM® sont réalisés industriellement par laminage et sont donc anisotropes. Lors de la nano-impression, le film est pressé contre la résine NILUV et transmet à la résine son anisotropie, permettant d'imposer une direction d'alignement aux cristaux liquides.

Il est alors possible de maîtriser l'alignement des cristaux liquides grâce à la résine NILUV en repérant préalablement le sens de laminage du ZEONORFILM® pour contrôler son orientation sur l'échantillon pendant la nano-impression (sens du laminage dans le sens des réseaux par exemple).

Il faut ensuite prendre soin d'orienter antiparallèlement la direction d'alignement induite par le polyimide et la NILUV pour obtenir une forme planaire des cristaux liquides dans l'ensemble de la cellule. La figure 4-40 montre une photographie entre polariseur croisé, témoignant de l'orientation des cristaux liquides dans une cellule sans alignement planaire avec la NILUV (à gauche) et avec alignement (à droite).

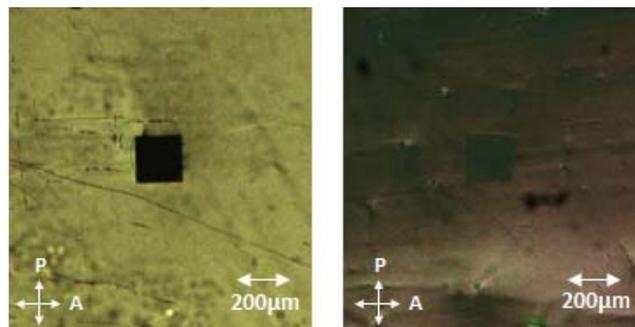


Figure 4-40 : Observation entre polariseurs croisés d'un GMRF imprégné de cristaux liquides dans une cellule sans contrôle de l'orientation de la NILUV (à gauche) et avec l'alignement imposé par la NILUV antiparallèle au polyimide (à droite).

On constate une très nette amélioration de l'alignement général et cette méthode sera donc retenue. On note tout de même qu'il apparaît toujours de la biréfringence et que, bien qu'amélioré, l'alignement n'est toujours pas parfait hors des zones de réseaux.

## **V Caractérisation de l'extraction**

L'objectif des caractérisations présentées dans cette partie est de mesurer l'extraction d'une onde guidée par les GMRF préalablement formés afin d'estimer la modulation de l'intensité découplée par les cristaux liquides. Comme dans le chapitre 3-V, le mouvement des cristaux liquides sera activé en appliquant un champ électrique dans la cellule.

Nous commencerons par introduire la notion de couplage en décrivant les différents types de coupleurs avant de définir les différents cas d'interaction entre une onde guidée et un GMRF imprégné de cristaux liquides (V-A). Nous présenterons alors les résultats obtenus après couplage dans le guide d'onde par prisme (V-B) et par émission de source secondaires (V-C). Nous mesurerons ensuite l'extraction d'ondes guidées dans le substrat par le GMRF (V-D). Enfin, les structures formées seront caractérisées en transmission avec une lumière blanche (V-E).

### **V-A Introduction**

#### **V-A-1 Couplage dans un guide d'onde**

Afin d'injecter de manière efficace une onde lumineuse dans un guide optique plusieurs méthodes peuvent être utilisées que nous classerons en quatre groupes selon les processus optiques mis en

œuvre : le couplage par diffraction (a), le couplage évanescent (b), le couplage par sources secondaires (c) et le couplage géométrique (d) (figure 4-41).

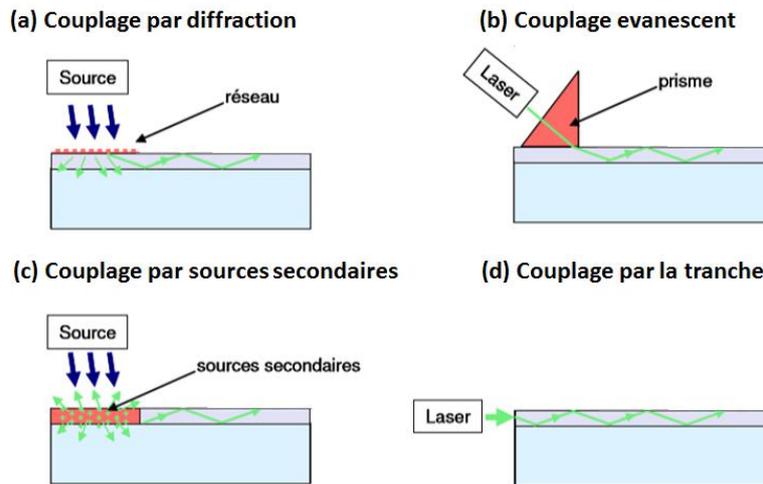


Figure 4-41 : Schématisation des différentes méthodes de couplage.

Le couplage par diffraction grâce à un réseau situé à la surface du guide pour former un GMRF. Le principe est alors le même que pour l'extraction d'une onde guidée par un GMRF car le couplage est effectif selon un certain angle  $\theta$  dépendant de la période du réseau, de l'indice effectif du mode guidé et de la longueur d'onde. D'un point de vue mécanique, le couplage par réseau nécessite un alignement angulaire et spatial du faisceau incident rigoureux. L'excitation est réalisée en incidence oblique et la précision de l'angle est généralement comprise entre 0,01 et 0,1° pour assurer l'accord de phase [176]. Malgré la commercialisation de ce type de système [177], cette méthode reste compliquée à mettre en œuvre et il est délicat de développer un système robuste avec des contraintes d'alignement aussi strictes.

Le couplage évanescent par prisme est une méthode couramment utilisée dans les laboratoires d'optique pour évaluer les propriétés des guides d'onde [170] [178]. Le montage est relativement complexe mais permet de s'adapter à tout type de guide d'ondes sans nécessiter de modification physique de l'échantillon. Un prisme haut indice est placé en contact avec le guide d'onde. L'indice étant supérieur à celui du guide d'onde, un faisceau incident avec un angle suffisamment élevé entre en réflexion à l'interface prisme/guide créant une onde évanescente. À condition que la lame d'air entre le prisme et le guide soit suffisamment mince et qu'il y ait accord de phase entre l'onde évanescente et le mode guidé, une part substantielle de l'énergie de l'onde incidente est transférée vers le mode guidé. Ce système nécessite un ajustement de l'angle d'incidence avec une précision de l'ordre du degré et la difficulté réside surtout sur l'appui mécanique du prisme contre l'échantillon pour réduire l'épaisseur de la lame d'air à une centaine de nanomètre (V-B).

La méthode de couplage par sources secondaires, brevetée par Genewave, propose l'utilisation de sources secondaires qui peuvent être incorporées dans le guide d'onde ou déposées en surface [179]. Un faisceau incident est envoyé sur une zone sensible et absorbée par les sources secondaires qui réémettent à la longueur d'onde d'intérêt dans toutes les directions. Une partie de cette lumière réémise est couplée dans le guide d'onde lorsqu'il y a accord de phase. Les contraintes mécaniques sont très faibles puisqu'il suffit d'éclairer la zone contenant les espèces photoluminescentes pour assurer le couplage. L'avantage de cette méthode pour la caractérisation est également que l'onde

guidée a une longueur d'onde différente de l'onde incidente. Ainsi, avec un filtre colorimétrique, il est possible de filtrer le bruit causé par le faisceau incident. Cette méthode de caractérisation est utilisée avec les guides en TiO<sub>2</sub> dopé europium [173] (V-C).

Le couplage par la tranche est, à première vue, la méthode la plus directe. Il s'agit de focaliser le faisceau du laser sur la tranche du guide d'onde avec un angle incident correspondant aux conditions de réflexion totale [180] [181]. Afin d'optimiser le couplage, la tranche doit avoir une surface plane et lisse. Cette méthode est bien adaptée aux guides épais multimodes car un intervalle d'angle incident de plusieurs degrés permet le couplage. En revanche, il est beaucoup plus difficile à mettre en œuvre dans le cas de guides monomodes de faibles épaisseurs car il faut focaliser le faisceau incident sur la couche mince (en évitant que des ondes lumineuses atteignent le substrat), l'aligner sur la tranche et se placer à l'angle précis correspondant au mode guidé. S'il est donc très complexe d'appliquer cette méthode pour caractériser les guides d'onde de quelques centaines de nanomètres d'épaisseurs réalisés partie III-C, il est possible d'utiliser un couplage primaire dans la tranche du substrat (700µm d'épaisseur) (V-D).

### V-A-2 Extraction par un GMRF imprégné de cristaux liquides

Quatre différents types d'interactions sont distingués entre un mode guidé et un GMRF imprégné de cristaux liquides selon la polarisation du mode guidé (TE ou TM) et l'application ou non de tension (figure 4-42).

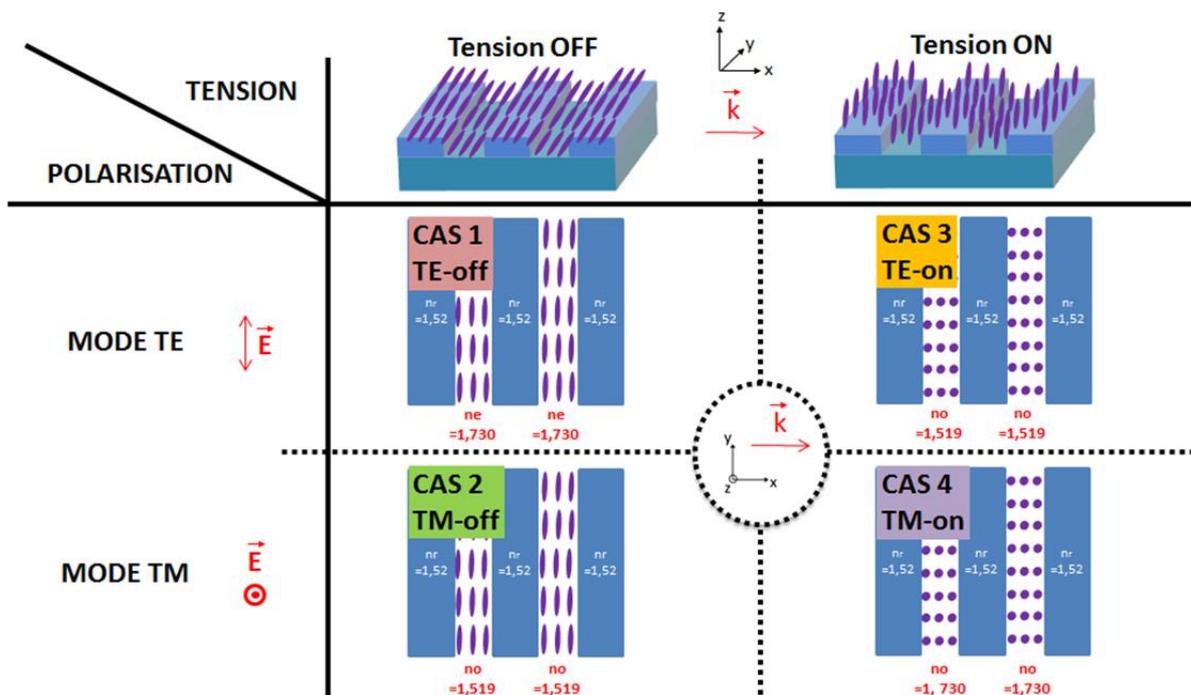


Figure 4-42 : Représentation des différents cas de figures selon l'orientation des cristaux liquides et la polarisation de la lumière pour un mode guidé perpendiculairement aux réseaux. Le vecteur  $k$  représente la direction de propagation du mode guidé et  $E$  sa polarisation.

Sans tension et avec un alignement planaire des cristaux liquides, les CAS 1 et CAS 2 sont comparables à ceux obtenus en transmission (figure 3-37) avec un mode TE diffractif ( $\Delta n \approx 0,2$ ) et un mode TM non-diffractif ( $\Delta n$  proche de 0). Lorsqu'une tension est appliquée, les cristaux liquides

s'alignent de manière homéotrope. En supposant qu'ils soient parfaitement alignés, l'effet s'inverse : le mode TE devient inactif alors que le mode TM est rendu actif.

Au vu de ces différents cas de figure, on comprend que le contrôle de la polarisation de l'onde guidée est crucial pour mettre en valeur la modulation de l'extraction. En effet, si la caractérisation est effectuée sur les deux modes simultanément, l'extinction de l'un pourrait être compensée par l'allumage de l'autre.

Quelle que soit la méthode de caractérisation utilisée par la suite, nous présenterons les résultats obtenus avec le mode TE (CAS1 et CAS3), l'étude du mode TM n'ayant pas donné de résultats reproductibles de par un excès de pertes probablement. On considérera donc toujours un vecteur  $k$  selon l'axe  $x$ , la polarisation du mode TE guidé selon  $y$  et le champ électrique appliqué selon  $z$ .

## V-B Couplage évanescent par prisme

### V-B-1 Principe et mise en place

Le couplage par prisme est une méthode d'injection de la lumière dans un guide d'onde par couplage évanescent. Cette technique optique conventionnelle permet de caractériser les propriétés des guides d'ondes comme le nombre de modes, l'indice de réfraction, l'épaisseur et les pertes de propagation [178]. Le banc optique mis en place au PMC est schématisé figure 4-43 et photographié figure 4-44.

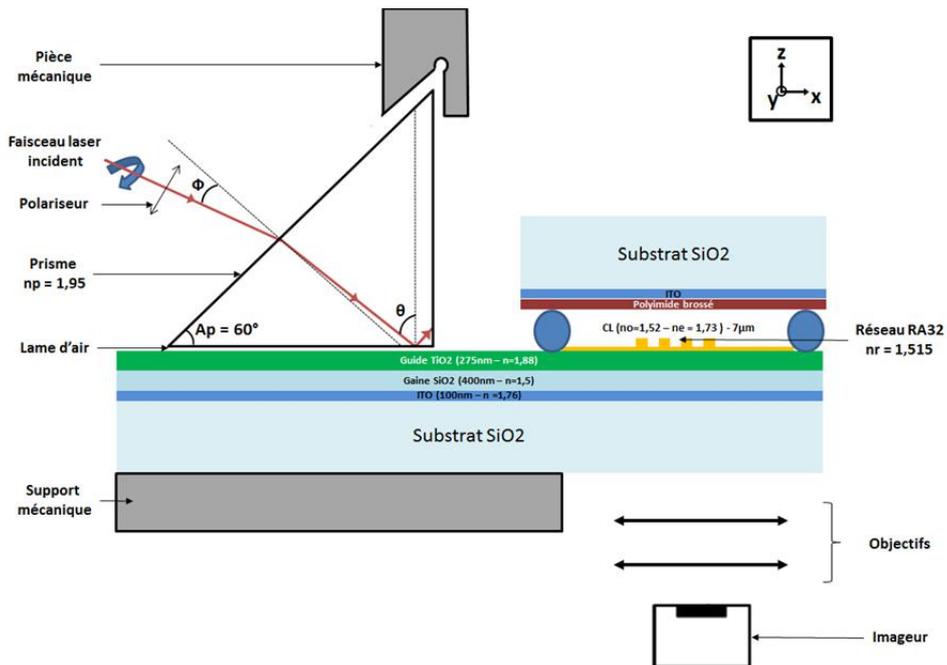


Figure 4-43 : Schématisation du montage expérimental permettant le couplage par prisme dans les guides d'onde  $TiO_2$ .

Un prisme d'indice de réfraction 1,95 à 630nm est placé contre la surface du guide d'onde à l'aide d'un support mécanique et d'une pièce permettant de presser le prisme contre l'échantillon. La pression doit être importante car, afin que le couplage évanescent puisse avoir lieu, la lame d'air entre le prisme et le substrat de verre doit avoir une épaisseur inférieure à celle de l'onde évanescente, soit 100 à 200nm.

La face d'entrée du prisme est éclairée par une diode laser (635nm) polarisée, avec un angle d'incidence ( $\Phi$  par rapport à la normale) ajustable par le mouvement du bras rotatif sur lequel elle est positionnée. Une partie du faisceau est transmis et arrive sur la surface inférieure du prisme avec un angle  $\theta$ . Connaissant l'indice du prisme  $n_p$  et l'angle  $A_p$ , on peut déduire  $\theta$  en fonction de  $\Phi$  par géométrie :

$$\theta = A_p + \sin^{-1}\left(\frac{\sin\Phi}{n_p}\right)$$

Pour des angles d'incidences  $\theta$  suffisamment élevés, les conditions de réflexion totale sont vérifiées et un champ évanescent est créé sur la surface du prisme. L'indice effectif de ce champ est :

$$N_p = n_p \sin(\theta)$$

Il y a accord de phase entre ce champ évanescent et le mode guidé d'indice effectif  $n_{eff}$  si :

$$N_p = n_{eff}$$

$$n_{eff} = n_p \sin(\theta) = n_p \sin\left(A_p + \sin^{-1}\left(\frac{\sin\Phi}{n_p}\right)\right)$$

Un transfert d'énergie se produit alors de l'onde incidente vers le mode guidé par un effet de champ évanescent et une onde se propage dans le guide d'onde.

Pour que le couplage soit possible, il faut donc que le prisme ait un indice de réfraction plus élevé que le guide d'onde. Le prisme choisi pour ce montage est un prisme à angle droit d'indice  $n_p=1,95$  avec un angle de base  $A_p=60^\circ$ .

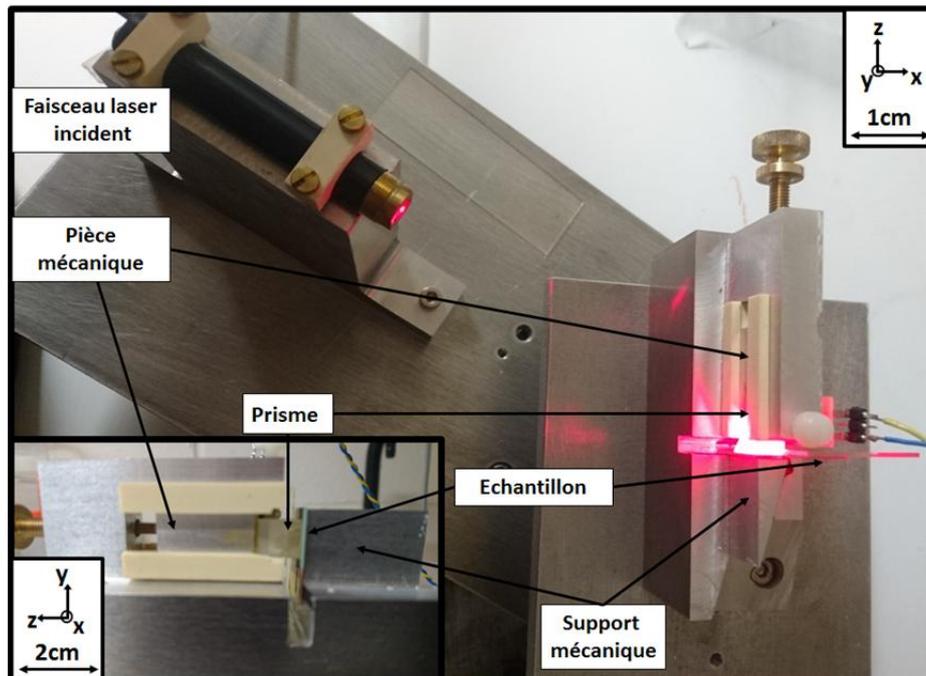


Figure 4-44 : Photographie du montage expérimental permettant le couplage par prisme dans les guides d'onde  $TiO_2$ .

Afin de permettre le couplage, il faut donc ajuster l'angle d'incidence mais aussi la position de l'onde incidente. En effet, le couplage étant favorisé par une minimisation de l'épaisseur, il est préférable que le laser incident arrive au niveau du point de pression du prisme, c'est-à-dire proche de l'angle

droit. Le plateau sur lequel se trouve le prisme est donc amovible selon x et selon y, afin de pouvoir contrôler le point de couplage.

### V-B-2 Etude de l'extraction du GMRF selon la tension appliquée

Pour les guides  $\text{TiO}_2$  dont la réalisation est décrite partie III-C, une onde se propageant selon x est injectée grâce au couplage par prisme.

Lorsque la polarisation incidente est selon y, correspondant au mode TE, l'angle permettant le couplage est  $\Phi_{\text{TE}}=5\pm 1^\circ$ . On peut ainsi déduire que l'angle de couplage sur la face inférieure du prisme est  $\theta_{\text{TE}}=62,5\pm 0,5$  et l'indice effectif du mode guidé  $n_{\text{eff,TE}}=1,73\pm 0,01$ . L'indice effectif théorique pour l'empilement étudié (avec un revêtement supérieur en air) est de 1,74.

Pour une polarisation selon z, le mode TM est couplé pour un angle de  $\Phi_{\text{TM}}=1\pm 1^\circ$ , ce qui correspond à un angle de couplage  $\theta_{\text{TM}}=60,5\pm 0,5$ . L'indice effectif expérimental du mode guidé est donc  $n_{\text{eff,TM}}=1,69\pm 0,01$  pour un indice théorique de 1,70.

#### Résultats expérimentaux

En alignant le mode TE guidé sur le GMRF, un imageur placé en face arrière permet de caractériser l'extraction de l'onde guidée. La mise sous tension de la cellule via un générateur de fonction permet ainsi d'étudier la modulation de l'extraction en fonction de la tension. La figure 4-45 présente des images réalisées pour des tensions appliquées entre 0 et 10V. Une courbe représentant l'intensité mesurée en fonction de x, est associée à chacune des images.

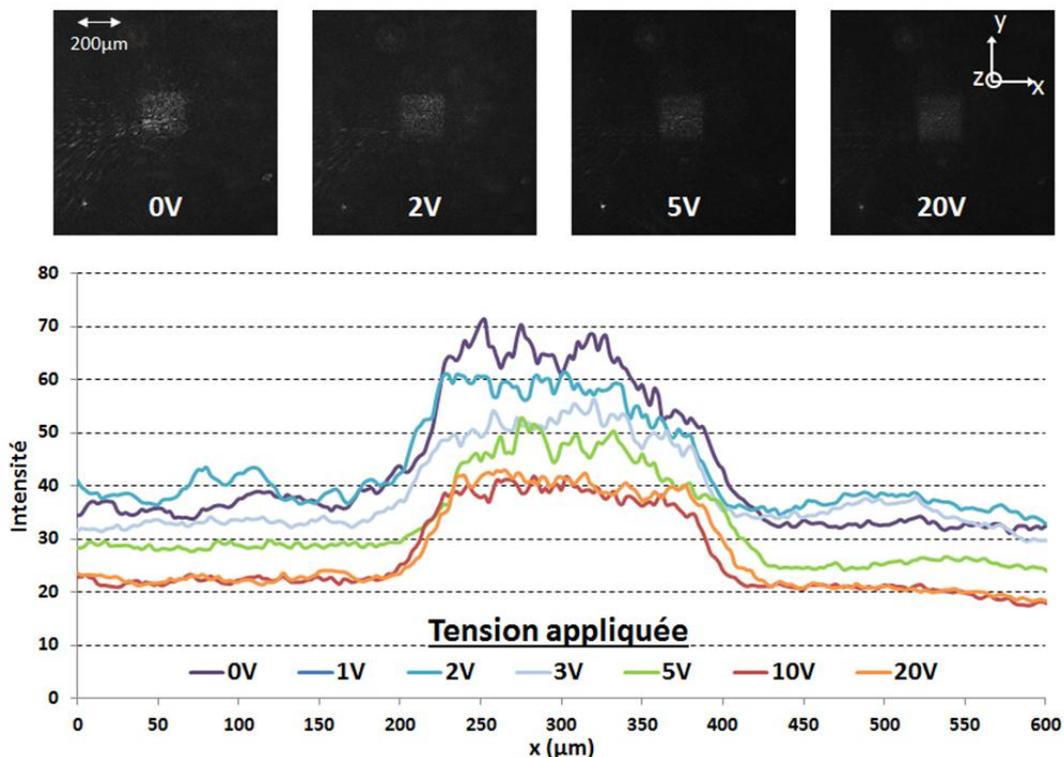


Figure 4-45 : Caractérisation de l'extraction d'un guide d'onde  $\text{TiO}_2$  après couplage par prisme. Photographie de l'extraction du GMRF à différentes tension appliquées (en haut) et représentation graphique de l'intensité en fonction de la distance (en bas).

Le GMRF face au point de couplage s’allume seulement lorsque l’onde est couplée. En modifiant légèrement l’angle d’incidence, voire en relâchant légèrement la pression sur le prisme, l’intensité lumineuse observée sur ces images est instantanément éteinte. Il s’agit donc bien de l’extraction d’une onde préalablement couplée dans le guide.

Lorsqu’une tension est appliquée, l’intensité extraite au niveau du GMRF (pour  $200 < x < 400 \mu\text{m}$ ) diminue, correspondant à la variation attendue de la diffraction. Cependant, l’intensité lumineuse autour du GMRF chute également car il y a également une augmentation des pertes de propagation par diffusion du mode guidé.

À partir de ces courbes d’intensité, nous avons évalué les pertes et l’extraction du mode guidé de la manière suivante :

- L’intensité des pertes de propagation par diffusion est calculée à partir de l’intensité moyenne pour  $0 < x < 100$
- L’intensité diffractée est calculée en sommant les intensités pour  $175 < x < 425$  auquel on soustrait 250 fois l’intensité des pertes de propagation préalablement évaluée. On obtient ainsi l’aire sous la courbe dans la zone d’extraction à l’image des zones hachurées sur la figure 4-46.

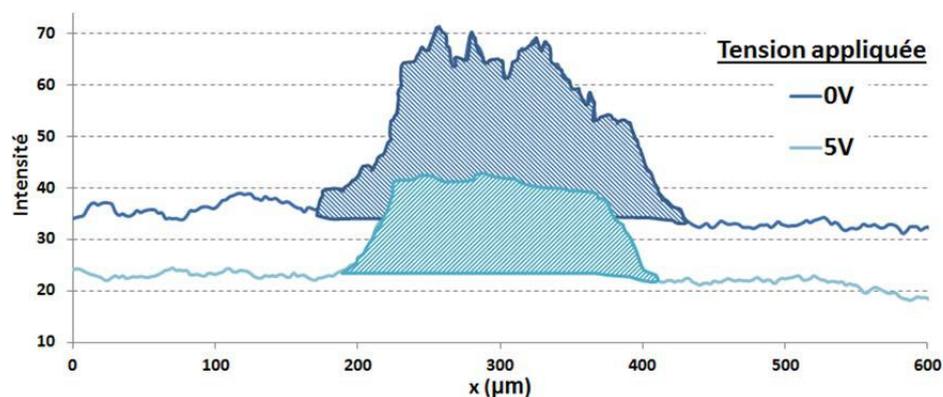


Figure 4-46 : Représentation graphique de la zone considérée pour mesurer l’extraction.

Sur la figure 4-47 sont tracés l’évolution des pertes de propagation par diffusion et de l’extraction en fonction de la tension appliquée. Les valeurs d’extraction ont été normalisées par rapport à la valeur d’extraction maximale lorsqu’aucune tension n’est appliquée ( $U=0\text{V}$ ).

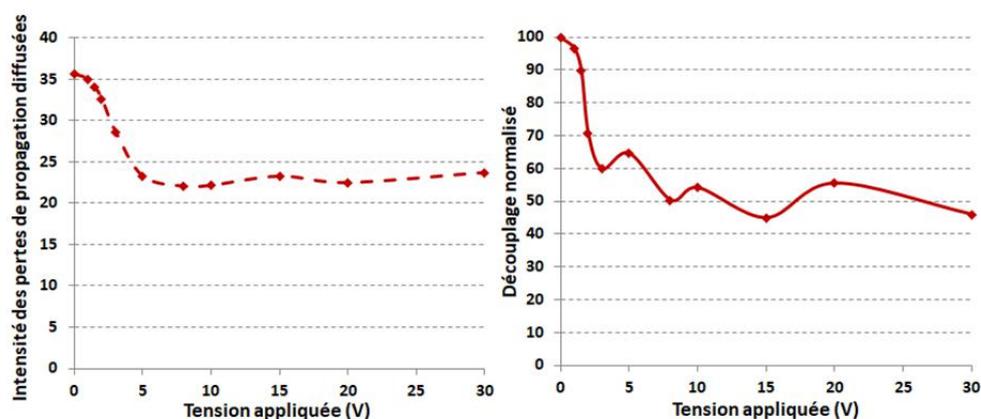


Figure 4-47 : Evolution de l’intensité des pertes de propagation par diffusion (à gauche) et de l’extraction (à droite) en fonction de la tension appliquée pour les guides  $\text{TiO}_2$  après couplage par prisme.

**Evolution des pertes de propagation par diffusion – analyse**

Les pertes de propagation par diffusion le long de la propagation du mode guidé chutent **entre 2 et 4V**. Cette modulation des pertes selon la tension appliquée indique que la couche de cristal liquide, qui est un matériau pouvant comporter des défauts d’alignement, est à l’origine d’une partie de ces pertes de propagation par diffusion.

L’alignement imparfait des cristaux liquides lorsqu’aucune tension n’est appliquée (voir partie IV) pourrait être à l’origine de pertes diffusées. Ces pertes diminueraient donc logiquement lors de l’application d’une faible tension alignant les molécules de manière homéotrope et plus homogène.

Outre cette considération sur la qualité de l’alignement naturel des cristaux liquides sans tension, un autre paramètre entre en jeu. Il s’agit de l’écart d’indice entre le cœur du guide et le revêtement supérieur qui dépend également de l’orientation des cristaux liquides. En effet, selon l’indice perçu par le mode guidé, il sera plus ou moins confiné dans le guide d’onde. La figure 4-48 montre la répartition du mode TE guidé dans les deux configurations. Le pourcentage de recouvrement est donné pour chaque couche.

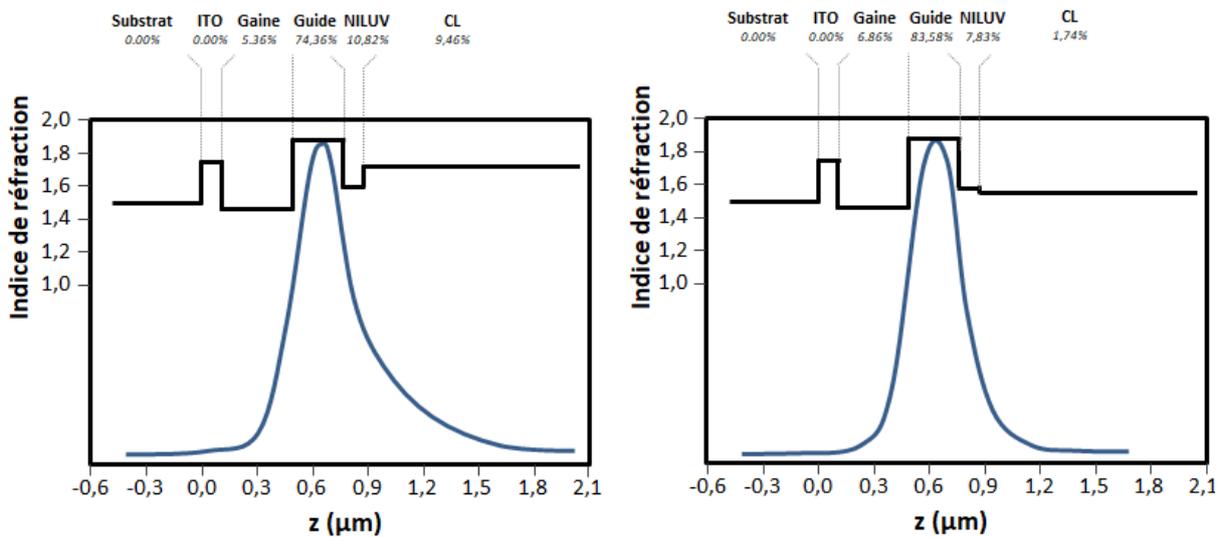


Figure 4-48 : Profil d’indice (en noir) de l’empilement réalisé pour le guide TiO<sub>2</sub> et profil du champ guidé à 635nm (en bleu) selon que l’indice des cristaux liquides soit  $n_e=1,73$  (à gauche, CAS 1, sans tension, alignement planaire) ou  $n_o=1,52$  (à droite, CAS 3, tension appliquée, alignement homéotrope). Le pourcentage de recouvrement du mode dans chaque couche est indiqué au-dessus dans les deux cas.

Avec un alignement planaire, 9,46% de l’énergie du mode guidée est contenue dans la couche de cristal liquide contre 1,74% lorsqu’une tension est appliquée et que les molécules sont alignées de manière homéotrope.

Si la couche de cristal liquide est à l’origine des pertes de propagation par diffusion, alors, même en considérant que l’alignement est équivalent dans les deux formes, les cristaux liquides vont avoir plus d’influence sur ces pertes dans le CAS 1 que dans le CAS 3.

Si une partie des pertes sont intrinsèques au matériau constituant le guide, il semblerait que la couche de cristal liquide, et les défauts qu'elle peut comporter, soit également à l'origine d'importantes pertes de propagation par diffusion. En effet, l'intensité de ces pertes de propagation diffusées est modulée par le mouvement des cristaux liquides.

Lorsqu'aucune tension n'est appliquée dans la cellule (CAS 1), ces pertes sont maximales. L'alignement imparfait des cristaux liquides hors des zones réseaux (constaté partie IV) pourrait en être à l'origine mais il pourrait également s'agir d'un effet de la variation d'indice sur la répartition énergétique du mode guidé. Le pourcentage de recouvrement dans la couche cristal liquides passe en effet de près de 10% sans tension (CAS 1) à moins de 2% lors de l'application d'une tension (CAS 3).

Les deux phénomènes sont vraisemblablement cumulés et les quelques défauts d'alignement ont d'autant plus d'effet que le recouvrement dans la couche CL est élevé.

### Evolution du découplage - Analyse

En observant l'extraction du mode TE par le GMRF après couplage évanescent par prisme, on constate qu'environ **50%** de l'extraction initiale est éteinte pour des tensions supérieures à **8V**.

Cette chute de l'extraction permet de valider le mouvement des cristaux liquides selon le champ électrique à l'intérieur du réseau de diffraction de période 355nm. Cependant, la modulation de la diffraction est limitée par rapport aux 90% obtenus en transmission avec une même hauteur de dent et des périodes de l'ordre du micromètre (voir chapitre 3).

La très faible période du GRMF est-elle à l'origine de cette modulation limitée ? Si l'épaisseur de la couche d'ancrage des cristaux liquides est trop élevée relativement aux dimensions du réseau, il n'est pas exclu qu'elle limite considérablement la chute de diffraction. Cependant, les mesures des pertes de propagation diffusées et leurs évolutions ont sûrement une influence sur la modulation finale de l'extraction.

En effet, les pertes du mode guidé ont une influence sur l'intensité contenue dans le guide au niveau du GMRF et donc, indirectement, sur l'intensité extraite. En considérant une intensité couplée  $I_0$  constante, l'intensité atteignant le GMRF ( $I_{GMRF}$ ) est la suivante :

$$I_{GMRF} = I_0 e^{-\alpha L}$$

Avec  $\alpha$  le coefficient de pertes ( $\text{cm}^{-1}$ ) et  $L$  la longueur entre le point de couplage et le GMRF (cm), distance fixe d'environ 1cm.

Lorsque les pertes augmentent, l'intensité lumineuse interagissant avec le GMRF est réduite car l'intensité initialement couplée dans le guide est diminuée par ces pertes sur environ 1cm. De par la modulation de ces pertes par l'application d'une tension, on peut donc considérer que l'intensité du signal atteignant le GMRF, pour une tension inférieure à 2V, est atténuée par rapport au signal arrivant sur le réseau à plus haute tension.

Si, on mesure actuellement une extinction de l'extraction de 50% lors de la mise sous tension, ce résultat est peut-être tronqué par les pertes initiales. En effet, si une partie du signal est perdu avant d'arriver sur le réseau à basse tension, alors l'extraction mesurée à  $U=0V$  est également atténuée.

### Guide Si3N4

L'indice de réfraction du prisme présenté est trop faible pour permettre un couplage dans les guides Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> réalisés partie III-C-1. Un autre prisme haut indice a été utilisé mais dans des dimensions trop faibles et inadaptée au banc de caractérisation mis en place. Des pièces mécaniques réalisées en interne ont finalement permis de se coupler dans ces guides pour observer des résultats similaires avec environ 50% de modulation de l'extraction.

## V-C Couplage par sources secondaires

### V-C-1 Principe et mise en place

La caractérisation de l'extraction des GMRP sur guides d'ondes TiO<sub>2</sub>\_Eu est effectuée au microscope avec le montage expérimental détaillé figure 4-49.

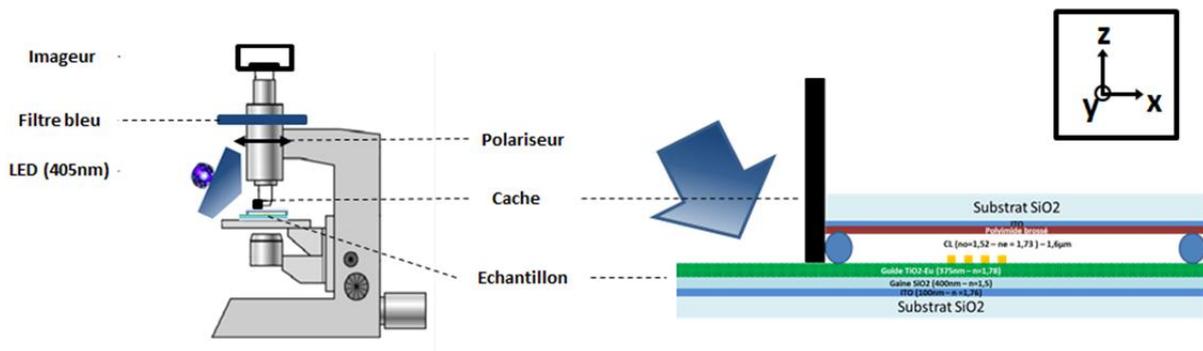


Figure 4-49 : Schématisation du montage expérimental permettant la caractérisation de l'extraction après couplage par sources secondaires.

Les espèces luminescentes intégrées dans le guide d'onde sont excitées par une diode électroluminescente (LED) émettant à 405nm. Un cache permet d'isoler la partie de l'échantillon encapsulé afin de n'illuminer que le guide d'onde TiO<sub>2</sub>\_Eu sur la partie « libre » et de ne pas illuminer directement les GMRP.

Les luminophores éclairés par la LED émettent alors à 612nm. Cette émission étant effectuée dans la couche d'indice élevé, la majorité des photons entrent en réflexion totale interne dans le guide d'onde. La lumière est d'autant plus piégée dans la couche que la différence d'indice entre la couche et l'extérieur est importante.

En se plaçant dans le cas idéal d'une couche infinie parfaitement transparente, on peut considérer que la lumière ne rencontre aucun obstacle et se déplace en ligne droite. A moins de se propager exactement dans l'axe de la couche, la lumière finit par rejoindre l'une des deux faces, qui correspondent soit à une interface entre la couche et l'air, soit à une interface entre la couche et la gaine SiO<sub>2</sub>. Le comportement de la lumière à cette discontinuité est régi par la formule de Snell-Descartes.

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$$

Selon son angle d'incidence, la lumière est soit réfractée, c'est-à-dire qu'elle traverse l'interface mais sa trajectoire est déviée ; soit réfléchi vers l'intérieur de la couche, comme elle le serait par un miroir (figure 4-50).

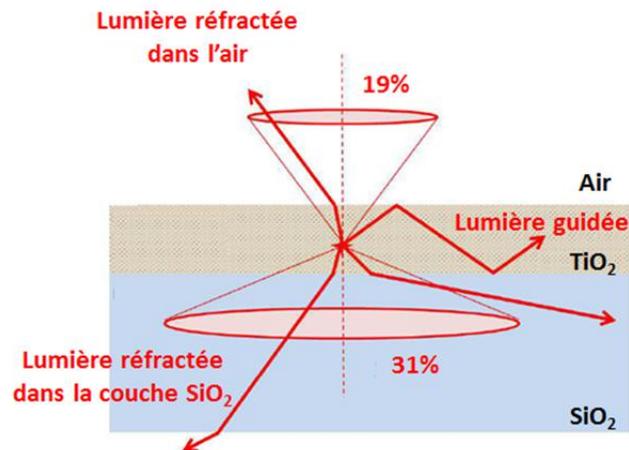


Figure 4-50 : Représentation schématique de l'émission des espèces photoluminescentes dans un guide d'onde en supposant une émission des espèces photoluminescentes isotrope.

En considérant une couche sol-gel d'indice 1,78, un indice optique de 1,5 pour la gaine inférieure et  $n_{\text{air}} = 1,0$ , on détermine un angle critique de  $34^\circ$  pour l'interface couche/air et de  $57^\circ$  pour l'interface couche/verre. Ces angles définissent un cône. L'ensemble des rayons contenus dans ce cône sont extraits soit dans l'air, soit vers le substrat.

On suppose qu'il n'y a pas de direction d'émission privilégiées et que l'émission est effectuée de manière isotrope. En intégrant sur tous les angles, on a accès au pourcentage de lumière réfractée : il est de 19 % dans l'air et de 31 % dans le substrat. Ainsi, on peut considérer qu'environ 50% de la lumière émise par les matériaux photoluminescents est guidée par la couche  $\text{TiO}_2\text{-Eu}$ .

En réalité, l'émission n'est pas isotrope et l'indice de réfraction a un effet sur les directions d'émission puisqu'elle est favorisée vers les zones haut indice. Cette anisotropie augmente donc l'efficacité de couplage et le résultat de 50% présenté est minimisé, mais donné à titre indicatif.

Cette lumière guidée va donc interagir avec le GMRF situé en surface du guide d'onde dont l'extraction de lumière est observée au microscope. Contrairement au couplage par prisme, où l'onde incidente est préalablement polarisée, il n'y a ici aucun contrôle de la polarisation de la lumière guidée. Le contrôle de la polarisation se fait donc en sortie. Afin de sélectionner la polarisation du mode guidé extrait, un polariseur est placé avant l'imageur. Un filtre bleu est également ajouté afin de filtrer un éventuel bruit causé par la source incidente. L'observation est alors effectuée dans le noir sans aucune source dans le microscope et l'image observée est essentiellement due à la luminescence guidée et extraite.

### V-C-2 Caractérisation de l'extraction sans tension

L'observation de l'extraction de la lumière se propageant selon x est tout d'abord présentée figure 4-51. Quatre différentes images sont prises pendant que le cristal liquide (à gauche) ou un liquide d'indice 1,52 (à droite) est introduit dans la cellule, selon y. Aucun polariseur n'est placé en sortie pour le moment.

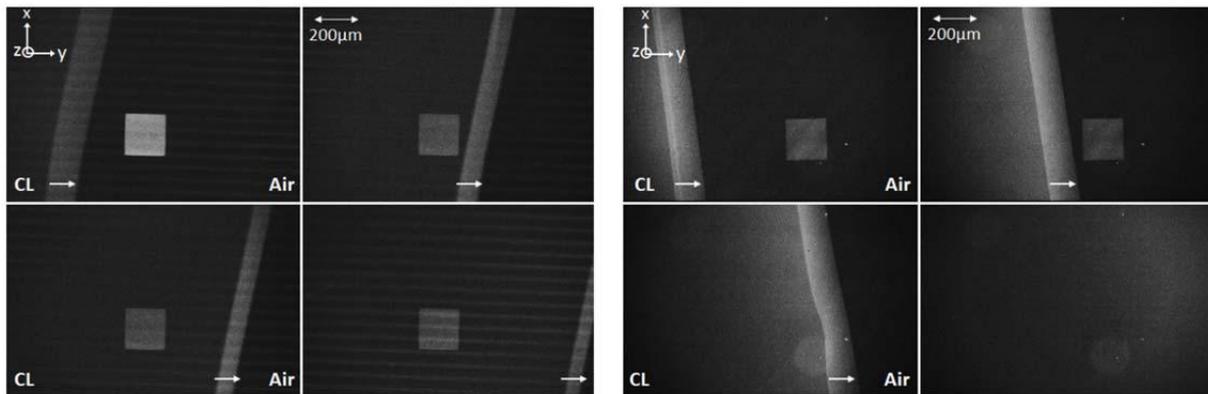


Figure 4-51 : Observation de l'extraction du GMRF de guides  $TiO_2$ -Eu après couplage par source secondaires pendant le remplissage de la cellule (selon  $y$ ) avec un cristal liquide (à gauche) ou un liquide d'indice (à droite).

L'ajout du cristal liquide atténue l'intensité d'extraction car l'écart d'indice du réseau de diffraction passe de  $\Delta n = n_r - n_{air} \approx 0,5$  à  $\Delta n = n_e - n_r \approx 0,2$ . L'ajout d'un liquide d'indice 1,52 l'éteint complètement.

La figure 4-52 présente l'influence de la polarisation sur l'extraction dans les différentes configurations.

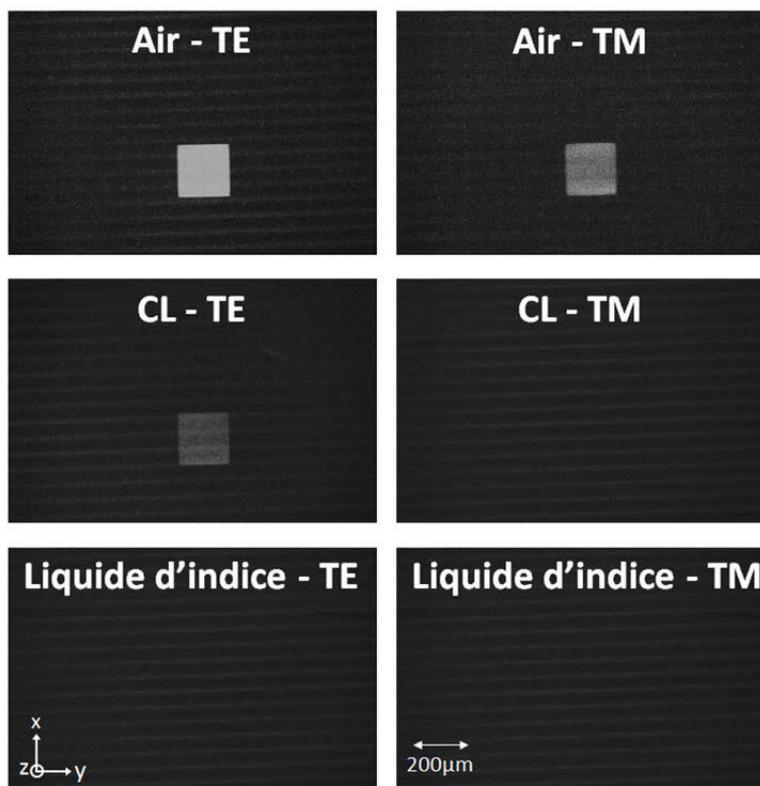


Figure 4-52 : Observation de l'extraction par le GMRF de guides  $TiO_2$ -Eu après couplage par source secondaires avec un réseau non-impregné (cellule vide, en haut), impregné de cristaux liquide (au milieu) ou de liquide d'indice 1,52 (en bas). Un polariseur est placé avant l'imageur permettant d'observer le mode TE (polariseur parallèle aux réseaux) ou le mode TM (polariseur perpendiculaire aux réseaux).

Lorsque la cellule est vide, on observe une extraction par le GMRF pour les deux polarisations. On note cependant que le mode TE est plus intense que le mode TM, ce qui signifie que le couplage (ou le guidage) est favorisé pour le mode TE.

Lorsque le réseau est imprégné de cristaux liquides, on observe une extraction exclusivement pour le mode TE. Ceci est en accord avec les deux cas présentés figure 4-42 et témoigne de l'alignement planaire des cristaux liquides.  
Avec un liquide d'indice 1,52, il n'y a pas d'extraction quel que soit la polarisation.

### V-C-3 Evolution de l'extraction avec la tension

La figure 4-53 présente l'évolution de l'extraction du mode TE en fonction de la tension appliquée.

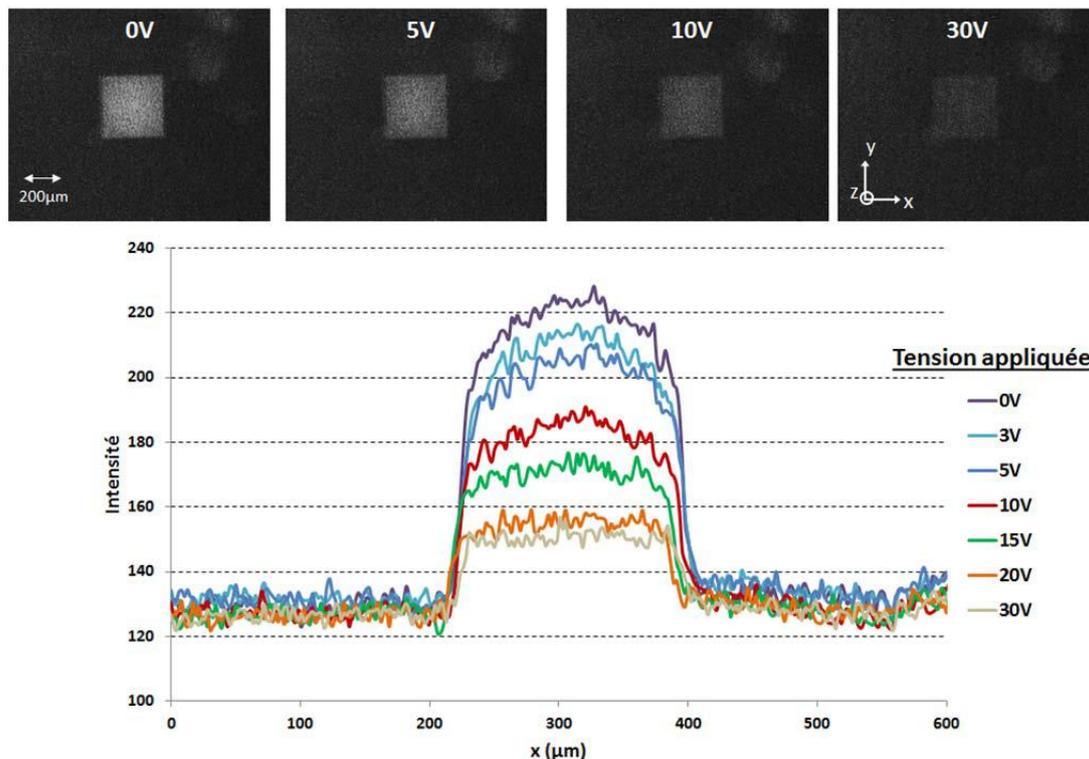


Figure 4-53 : Caractérisation de l'extraction d'un guide d'onde  $TiO_2$ -Eu après couplage par sources secondaires. Photographie de l'extraction à différentes tension appliquées (en haut) et représentation graphique de l'intensité en fonction de la distance (en bas).

Comme pour les guides  $TiO_2$  caractérisés via le couplage par prisme, l'intensité extraite par le GMRF diminue avec l'application d'une tension. Les pertes de propagation et l'extraction sont calculées pour chaque tension selon la méthode décrite figure 4-46. Les résultats sont présentés figure 4-54.

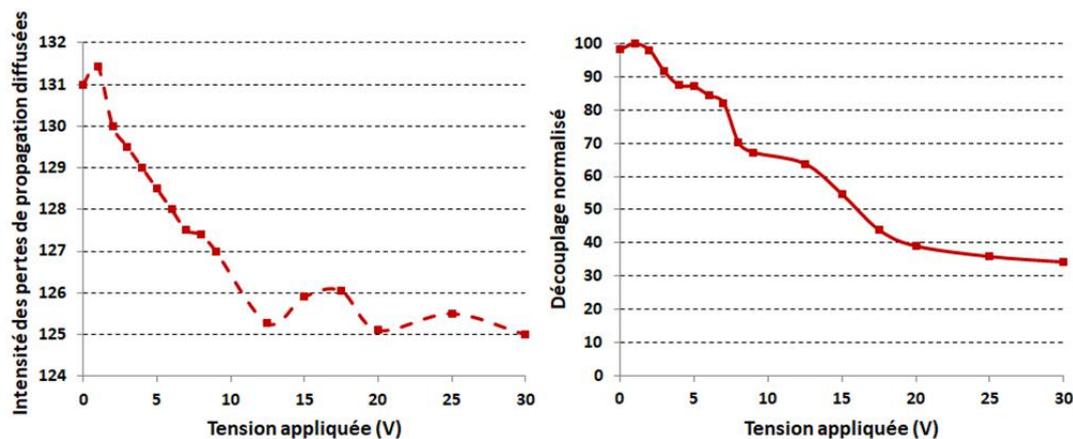


Figure 4-54 : Evolution de l'intensité des pertes par diffusion (à gauche) et de l'extraction (à droite) en fonction de la tension appliquée pour les guides  $TiO_2$  après couplage par prisme.

L'observation de l'extraction du mode TE couplé par sources secondaires permet de remarquer une diminution des pertes de propagation et de la diffraction avec l'application de la tension, de la même manière qu'avec un couplage évanescent. Cependant, en comparant ces résultats avec ceux obtenus après couplage par prisme, on note deux distinctions :

- Une extinction de presque 70% de l'extraction initiale contre seulement 50% pour les guides TiO<sub>2</sub>. On peut expliquer cette différence par la distance séparant le point de couplage de l'extraction par le GMRF. Cette distance était plus élevée pour le couplage par prisme que pour le couplage par sources secondaires. Le découplage mesuré à 0V est donc moins altéré par les pertes du mode guidé et la modulation de diffraction est ainsi plus marquée.
- La tension à appliquer pour faire chuter les pertes de propagation et la diffraction est plus élevée. Ce phénomène peut éventuellement être expliqué par la prise de contact pour l'application de la tension pour l'échantillon étudié. Une pince crocodile attrape la face supérieure de l'échantillon pendant que la face inférieure est scotchée sur une lame de microscope pour l'observation. On a ainsi une force qui tend à désolidariser les deux faces liées par la colle et l'épaisseur entre les deux électrodes augmente donc probablement. Or, le champ électrique étant lié à l'épaisseur  $h$  par  $E = \frac{U}{h}$ , une augmentation de cette épaisseur va élever la tension à appliquer pour induire un même champ électrique dans la cellule.

## V-D Couplage dans le substrat par la tranche

Des caractérisations ont été effectuées se couplant par la tranche. Comme dit précédemment, cette méthode de couplage est assez facile pour se coupler dans des guides épais multimodes mais pas dans des guides monomodes de faibles épaisseurs.

Le montage décrit figure 4-55 n'a donc pas permis de se coupler uniquement dans le guide d'onde. En revanche, nous avons pu injecter de la lumière dans le substrat pour caractériser son extraction.

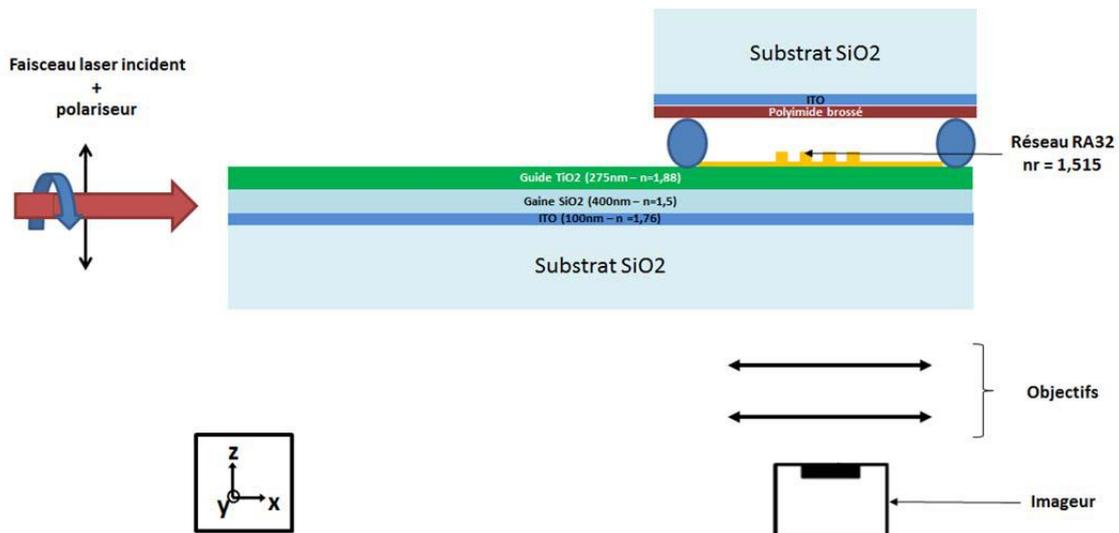


Figure 4-55 : Schématisation du montage expérimental permettant le couplage par la tranche dans le substrat.

Une diode laser (635nm) placée sur un bras rotatif est dirigée vers la tranche de l'échantillon. Avec un faible angle incident par rapport à la normale de la tranche, on observe distinctement une extraction au niveau du GMRF. L'application d'un champ électrique dans la cellule semble alors avoir un impact beaucoup plus important sur le découplage (figure 4-56).

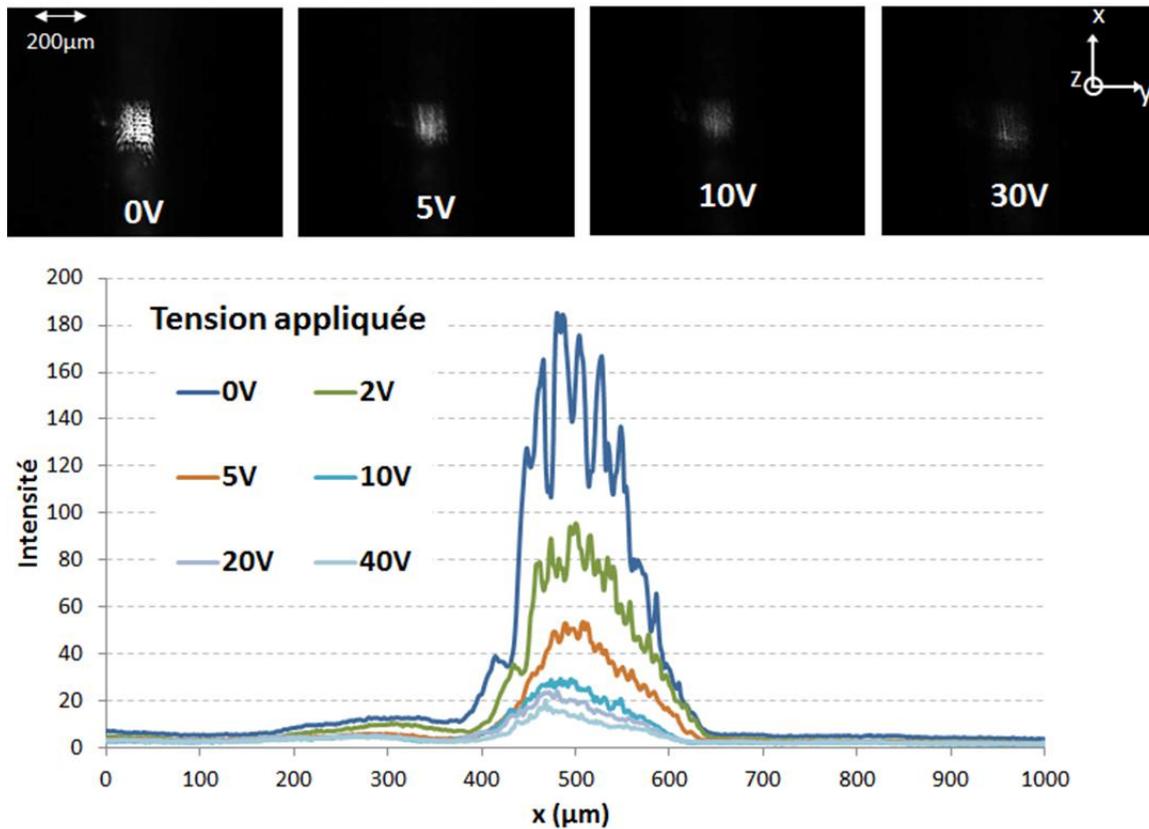


Figure 4-56 : Caractérisation de l'extraction après couplage par la tranche dans le substrat. Photographie de l'extraction à différentes tension appliquées (en haut) et représentation graphique de l'intensité en fonction de la distance (en bas).

L'évolution du découplage et des pertes de propagation par diffusion a été calculé selon la méthode décrite partie V-B . Les résultats sont présentés figure 4-57 :

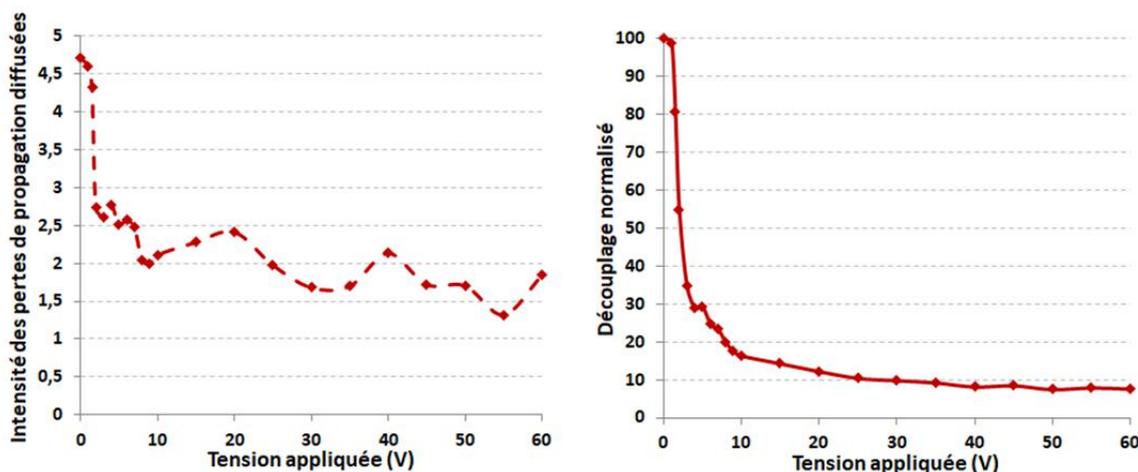


Figure 4-57 : Evolution de l'intensité des pertes de propagation diffusées (à gauche) et de l'extraction (à droite) en fonction de la tension appliquée avec couplage par la tranche dans le substrat.

À haute tension, plus de 90% du découplage est éteint. Ce résultat contraste avec ceux observés pour une onde guidée dans le cœur du guide (V-B et V-C).  
 On constate toujours une chute des pertes de propagation par diffusion à basse tension, mais ces pertes semblent ici négligeables par rapport à l'intensité extraite.

Le rapport intensité extraite/intensité des pertes de propagation mesuré est en effet beaucoup plus élevé lorsque les modes guidés sont dans le substrat que dans le guide monomode, quel que soit le mode de couplage (tableau 24).

Type de Couplage Guide	Prisme TiO <sub>2</sub>	Sources secondaires TiO <sub>2</sub> -Eu	Tranche Substrat SiO <sub>2</sub>
<b>Intensité Extraite (à U=0V)</b>	65	225	180
<b>Intensité Pertes (à U=0V)</b>	36	131	4,5
<b>Rapport Intensité Extraite/ Pertes</b>	<b>1.8</b>	<b>1.7</b>	<b>40</b>

Tableau 24 : Calcul du rapport intensité extraite / intensité des pertes de propagation selon le type de couplage et de guide d'onde.

Le substrat étant très épais par rapport aux guides d'ondes caractérisés (700µm pour 400nm environ), l'énergie est quasi-totalement répartie à l'intérieur et les cristaux liquides environnants ont beaucoup moins d'impact sur les pertes. L'influence de la gaine en cristal liquide est donc minimisée dans le cas d'une propagation dans un guide multimode épais.

Lorsque l'on caractérise l'extraction d'une lumière guidée dans le substrat, la chute du découplage est beaucoup plus marquée et se rapproche des résultats observés en transmission (chapitre 2). Les pertes par diffusion étant beaucoup moins influentes dans ce cas, les résultats obtenus ne sont plus biaisés par les variations de pertes lors de l'application d'une tension. Il semblerait donc que, même dans une structure avec une période de 350nm, les cristaux liquides soient mobiles sous l'effet du champ électrique.

## V-E Caractérisation du GMRF en transmission

Afin de confirmer la mobilité des cristaux liquides dans les structures nanométriques réalisées, nous avons souhaité caractériser les GMRF imprégnés de cristaux liquides en transmission afin de s'affranchir des contraintes de guidage.

L'angle  $\theta$  du premier ordre de diffraction d'une structure périodique est défini par la formule suivante, avec  $i$  l'angle d'incidence,  $\lambda$  la longueur d'onde et  $\Lambda$  la période :

$$\sin \theta = \sin i - \frac{\lambda}{\Lambda}$$

Avec une incidence normale ( $i=0$ ), une onde de 635nm n'est pas diffractée par une période de 355nm. Il faut un angle incident supérieur à 50° pour espérer voir apparaître un ordre diffracté avec un angle de -75°. Cette configuration n'est pas optimale, surtout avec la taille du réseau formé (200\*200µm), pour mesurer un pourcentage de diffraction avec précision. Le banc utilisé pour le chapitre 3 (figure 3-36), permettant de mesurer la diffraction en transmission d'une onde monochromatique incidente n'est donc pas pertinente pour les périodes considérées.

Il paraît plus approprié de caractériser la structure GMRF en tant que coupleur. Si un GMRF permet d'extraire une onde d'un guide d'onde, il agit exactement de la même manière comme coupleur. Une

onde incidente de longueur d'onde  $\lambda$ , arrivant avec un angle  $\theta$  sur un réseau de période  $\Lambda$  associé à un guide d'onde d'indice effectif  $n_{eff}$  est couplée dans le guide si et seulement si :

$$\sin \theta = n_{eff} - \frac{\lambda}{\Lambda}$$

En considérant une incidence normale ( $i=0$ ), l'onde est donc couplée pour  $n_{eff} = \frac{\lambda}{\Lambda}$ .

L'analyse d'une lumière polychromatique transmise à travers un GMRF peut donc permettre d'observer un pic correspondant à la longueur d'onde couplée dans le guide, lorsque  $\lambda = \frac{n_{eff}}{\Lambda}$ .

Les structures caractérisées ont été réalisées pour que ce pic apparaisse dans le rouge ; autour de 635nm (III-E-1).

Le montage expérimental, décrit figure 4-58, est mis en place afin de caractériser la transmission d'une lumière blanche à travers l'échantillon et étudier le pic de couplage des GMRF imprégnés de cristaux liquides.

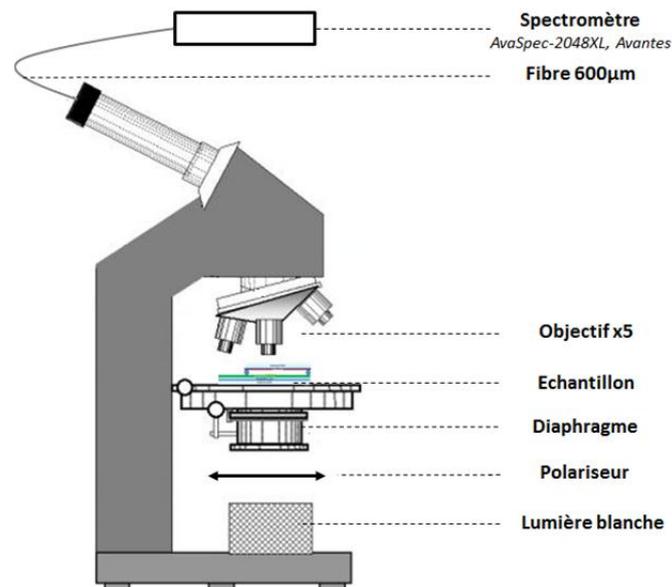


Figure 4-58 : Schématisation du montage expérimental permettant la caractérisation du GMRF en transmission.

Une source de lumière blanche est polarisée et diaphragmée avant d'arriver sur l'échantillon. Un spectromètre focalisé sur l'échantillon grâce à une fibre de 600 µm de diamètre et un objectif x5, permet de mesurer la transmission de l'échantillon sur une zone de 125 µm de diamètre. Lorsque l'axe du polariseur est perpendiculaire au réseau, il peut y avoir couplage du mode TM alors que pour une polarisation parallèle, c'est le mode TE qui est concerné.

Pour le mode TE, la comparaison de la transmission d'une zone plane et d'une zone avec réseau est présentée sur la figure 4-59.

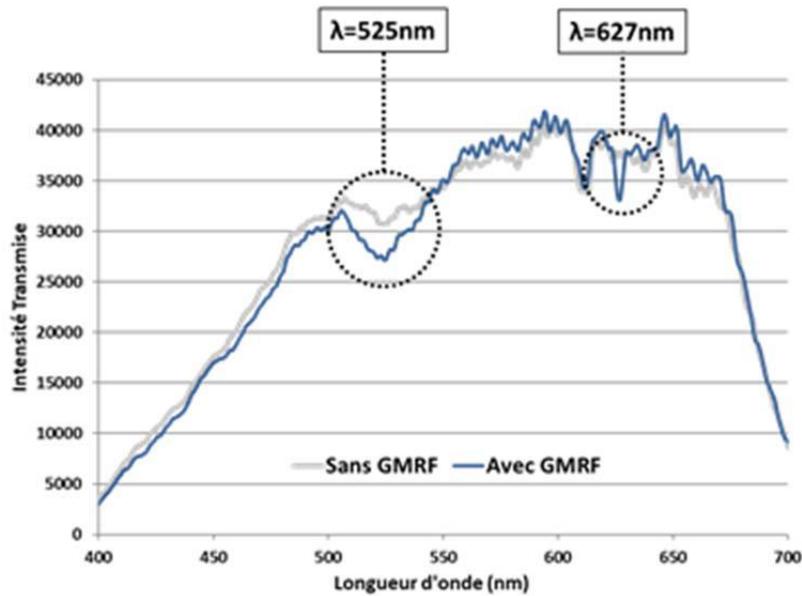


Figure 4-59 : Transmission entre 400 et 700nm du guide  $TiO_2$  pour une zone plane ou à travers un GMRF.

Les deux courbes sont plus ou moins superposées sur l'ensemble du spectre. On note deux différences majeures :

- Un pic large autour de 525nm. Avec une période de GMRF de 355nm, cela correspond à un indice effectif de 1,48.
- Un pic très fin autour à 627nm correspondant à un indice effectif 1,766.

Le pic large semble correspondre à un couplage dans le substrat. Il est logiquement très large car il s'agit d'un guide multimode autorisant le couplage de différentes longueurs d'onde, avec un indice effectif autour de 1,5. En revanche, le pic à 627nm correspond au guide monomode de la structure  $TiO_2$  dont l'indice théorique est exactement 1,766 (en considérant un revêtement supérieur d'1,73 comme c'est le cas pour le mode TE sans tension). L'apparition de ce pic de couplage confirme donc la théorie.

La figure 4-60 présente l'évolution de ces deux courbes lorsqu'une tension est appliquée dans la cellule.

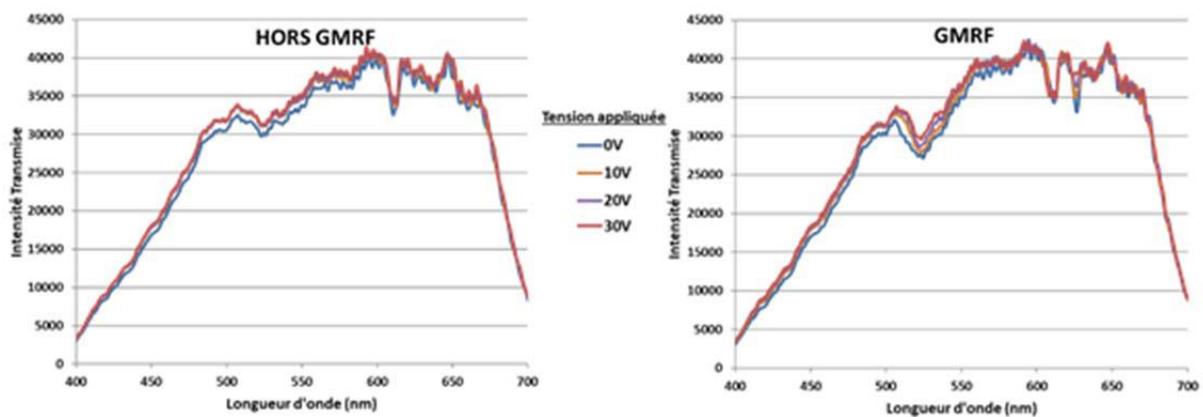


Figure 4-60 : Transmission entre 400 et 700nm du guide  $TiO_2$  pour différentes tensions appliquées dans la cellule. À gauche, la zone étudiée est plane alors qu'à droite, il s'agit de la transmission à travers un GMRF.

Deux phénomènes sont remarquables sur ces courbes :

- Lors de l'application d'une tension, la transmission globale augmente très légèrement. Cela est en accord avec les constats précédents démontrant une diminution de la diffusion due aux cristaux liquides lorsqu'une tension est appliquée.
- Le pic à 627nm, présent sur la courbe de transmission du GMRF, disparaît progressivement avec l'application d'une tension de par l'alignement homéotrope des cristaux liquides. La figure 4-61 permet d'analyser attentivement cette zone.

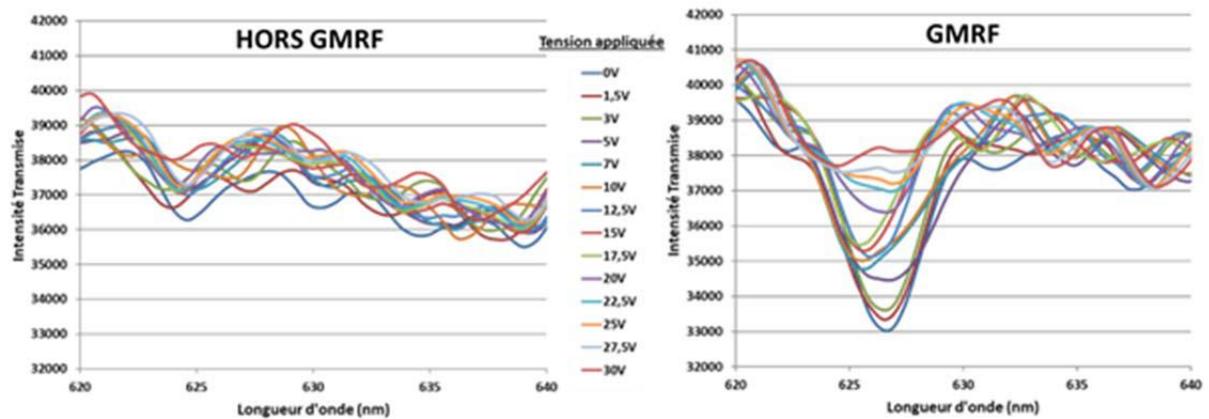


Figure 4-61 : Transmission entre 620 et 640nm du guide  $TiO_2$  pour différentes tensions appliquées dans la cellule. À gauche, la zone étudiée est plane alors qu'à droite, il s'agit de la transmission à travers un GMRF.

L'application d'une tension réduit progressivement le pic correspondant au couplage par le GMRF. On constate également un léger décalage du pic passant de 627 à 626nm, correspondant à une variation de l'indice effectif de 1,766 à 1,762. Théoriquement, le passage d'un revêtement supérieur d'indice 1,73 à 1,52 abaisse l'indice effectif d'1,766 à 1,759.

À partir de ces résultats nous avons pu calculer :

- L'évolution de la transmission en fonction de la tension appliquée en moyennant la transmission entre 620 et 635nm (figure 4-62, gauche).
- L'évolution du couplage dans le guide monomode. Pour cela, on calcule la différence entre le sommet du pic et la moyenne de transmission sur 620-635nm. Le résultat est ensuite normalisé par rapport à la différence maximale (figure 4-62, gauche).

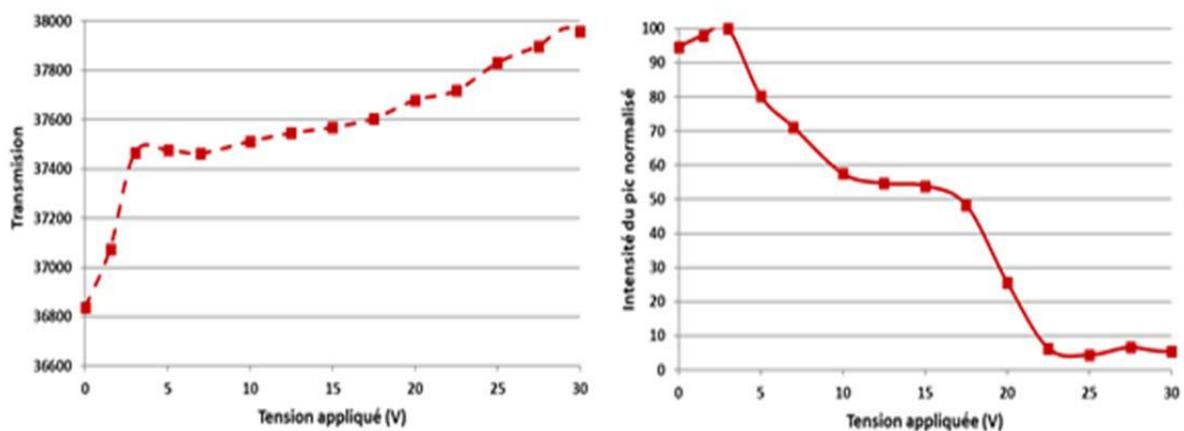


Figure 4-62 : Evolution de la transmission moyenne entre 620 et 635nm (à gauche) et de l'intensité de couplage normalisée (à droite) selon la tension appliquée dans la cellule.

On remarque une augmentation de la transmission moyenne à basse tension. Cela peut être corrélé à la chute des pertes observé en optique guidée. En effet, si un mauvais alignement des cristaux liquides est à l'origine de pertes pour un guide monomode, la diffusion engendrée diminue le signal en transmission. **Concernant la chute du pic de couplage, on remarque une extinction à plus de 95% pour des tensions supérieures à 20V. Cela confirme les conclusions précédentes concernant l'alignement des cristaux liquides à l'intérieur d'une structure de 335nm.**

Comme pour la caractérisation des guides Ti-Eu au microscope, l'augmentation de la tension permettant de faire chuter l'intensité de couplage peut être expliquée par la manière dont le contact est effectué. Ici aussi une pince crocodile, venant s'opposer à l'appui de l'échantillon sur une lame de verre, pourrait élargir la cellule et ainsi augmenter la tension à appliquer pour induire un même champ électrique dans la cellule.

## **VI Conclusion**

Nous avons mis en place un procédé permettant de réaliser un GMRF imprégné de cristaux liquides. La lithographie par nano-implosion a permis de structurer des réseaux de diffraction avec des périodes de quelques centaines de nanomètres sur des guides d'ondes en  $\text{TiO}_2$ , formés par voie sol-gel. L'étude du procédé sol-gel a permis d'obtenir les conditions nécessaires à l'obtention d'un guide d'onde monomode quel que soit l'indice des cristaux liquides. L'insertion d'espèces émissives dans la solution sol-gel permet de former des couches lumineuses, assurant un coupleur par sources secondaires à l'intérieur du guide d'onde.

L'utilisation d'un prisme haut indice ou l'émission des sources secondaires intégrées dans le guide a permis le couplage optique dans les guides d'onde réalisés. Ainsi, nous avons pu quantifier la lumière extraite par un GMRF imprégné de cristaux liquide et étudier l'évolution du découplage en fonction de la tension. L'extinction du découplage a confirmé la capacité des cristaux liquides à moduler la diffraction d'une structure nanométrique. Cependant, le fait que l'extinction soit limitée à 50% contraste avec les résultats obtenus en transmission, dans le chapitre 3.

Se pose alors la question suivante : a-t-on atteint une période limite ne permettant plus aux cristaux liquides une mobilité suffisante pour éteindre significativement la diffraction ou est-ce que des effets de guidage, qui n'étaient pas considérés pour les caractérisations en transmission, perturbent le résultat ? Cette dernière supposition est d'autant plus permise que la mesure de l'intensité des pertes de propagation du guide révèle une modulation de ces pertes avec la tension.

L'utilisation du substrat comme guide multimode ou la caractérisation de la transmission du GMRF ont finalement permis de mesurer une modulation du découplage ou du couplage supérieure à 90%. Ces caractérisations supplémentaires ont donc permis de trancher et d'affirmer la mobilité des cristaux liquides dans un réseau de 335 à 355nm de période (avec  $Fr \approx 0,6$ ), c'est-à-dire dans une cuve de 200nm de largeur.

Afin de comparer ces résultats avec ceux obtenus dans le chapitre 3, il est nécessaire de convertir la tension appliquée en champ électrique, l'épaisseur de la cellule étant différente dans chacun des cas. On divise donc pour cela la tension appliquée par l'épaisseur de cellule, à savoir  $7\mu\text{m}$  pour les caractérisations effectuées dans le chapitre 3 et  $1,6\mu\text{m}$  pour les résultats obtenus en optique guidée.

La figure 4-63 compare donc la chute de diffraction mesurée en transmission pour des réseaux de 0,8 à 5,0 $\mu\text{m}$  de période (7 $\mu\text{m}$  d'épaisseur de cellule, chapitre 3) à la chute de l'extraction de la lumière confinée dans le substrat par un GMRF de 0,35 $\mu\text{m}$  de période (1,6 $\mu\text{m}$  d'épaisseur de cellule, partie V-D) en fonction du champ électrique appliqué dans la cellule.

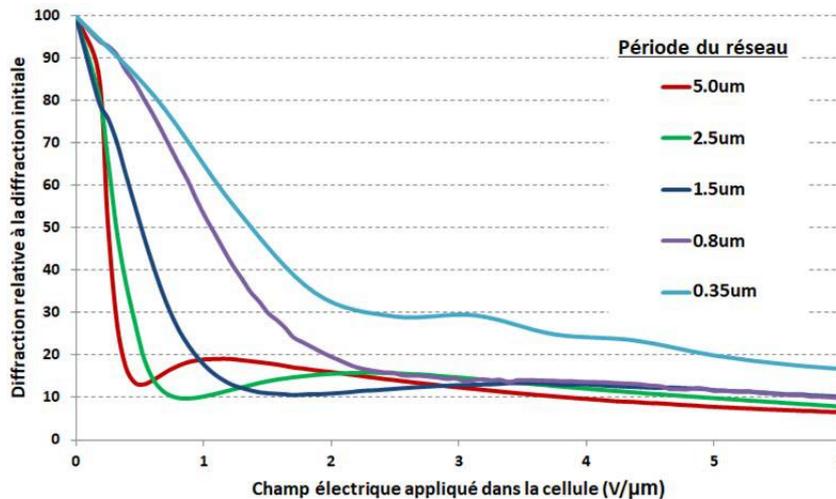


Figure 4-63 : Comparaison de la chute de la diffraction en transmission de réseaux réalisés par photolithographie (structure en résine ULIS, période de 1.5 $\mu\text{m}$  -en bleu-, 2.5 $\mu\text{m}$  -en vert- ou 5.0 $\mu\text{m}$  -en rouge-,  $h_d=130\text{nm}$ ) ou par nano-impression (structure en résine NILUV, période de 0.8 $\mu\text{m}$ ,  $h_d=120\text{nm}$ , en violet) avec la chute de l'extraction de la lumière confinée dans le substrat par un GMRF (structure en résine NILUV, période de 0.35 $\mu\text{m}$ ,  $h_d=155\text{nm}$ , en bleu ciel). Le pourcentage de diffraction normalisé est donné en fonction du champ électrique appliqué dans la cellule ( $E = \frac{U}{h}$ )

Comme cela avait été évoqué dans le chapitre 3-V, la mobilité des cristaux liquides semble restreinte lorsque les molécules sont confinées dans des cuves micro voire nanométriques. Plus la taille de la cuve dans laquelle les cristaux liquides sont cantonnés est réduite, plus le champ électrique à appliquer est élevé. Cependant, la capacité d'extinction est la même quel que soit la période.

Les résultats présentés figure 4-63 sont cependant à prendre avec mesure étant donné la forte incertitude sur les valeurs du champ électrique. D'une part car l'épaisseur de la cellule est incertaine, le pressage permettant d'étaler la colle avec spacers uniformément étant effectué manuellement. D'autres part car, comme nous l'avons démontré dans le chapitre 3-IV-B-3, le réseau de diffraction crée des inhomogénéités de champ et il n'est pas certain que le champ appliqué dans l'ensemble de la cellule soit le même que celui induit localement entre les dents du réseau. C'est pour cette raison que l'ensemble des résultats ont été présentés jusqu'alors avec, en abscisse, la tension appliquée.

Les travaux effectués au cours de ce chapitre ont donc permis de valider, en optique guidée, le principe développé dans le chapitre 2 et étudié expérimentalement en transmission dans le chapitre 3. La capacité des cristaux liquides à moduler significativement l'extraction d'un guide d'onde est donc confirmée. Cependant, ils ont aussi permis de mettre en évidence certaines complications engendrées par l'utilisation de cristaux liquides en optique guidée.

On s'aperçoit dorénavant, qu'en plus des pertes intrinsèques au guide d'onde, l'ajout de cristaux liquides comme revêtement engendre des pertes de propagation par diffusion supplémentaires. Or, la minimisation des pertes de propagation de la ligne photonique est un défi majeur dans le but d'adresser plusieurs pixels sur l'ensemble d'un verre de lunette.

# **Chapitre 5**

## **Dimensionnement et perspectives**

Afin de réduire l'encombrement des projecteurs généralement contenus dans la monture de lunettes à réalité augmentée, l'afficheur peut être déplacé dans le verre de lunette. En analysant les technologies LCD et OLED, nous avons démontré que pour obtenir un afficheur transparent, il est nécessaire d'augmenter le taux d'ouverture du pixel et de réduire l'impact des lignes de commandes métalliques sur la transmission d'une matrice active. Un objectif initial de ce travail est d'évaluer le remplacement des lignes de commandes électriques par des lignes photoniques (Chapitre 1).

Pour cela, l'intérêt des réseaux résonnants GMRF a été mis en avant. Ces composants, alliant les fonctions de guidage et d'émission directionnelle, sont parfaitement transparents de par l'utilisation de matériaux diélectriques et de réseaux sub-longueur d'onde. L'extraction de lumière doit alors être activable par une modulation locale de l'indice de réfraction (Chapitre 2).

Nous avons alors validé expérimentalement la capacité des cristaux liquides à moduler significativement la diffraction de réseaux de dimensions variables (Chapitre 3). Le principe a ensuite été adapté en optique guidée, en contrôlant l'extraction d'un guide d'onde par un GMRF sous l'effet d'un champ électrique (Chapitre 4).

Partant de ce constat, nous allons évaluer le dimensionnement du composant à réaliser en considérant une ligne photonique comme un guide d'onde linéaire composé de plusieurs GMRF correspondant chacun à un pixel (Partie I). Nous aborderons ensuite les travaux effectués permettant d'envisager un adressage tout optique grâce à la photo-modulation de cristaux liquides (Partie II).

### **I Dimensionnement du système**

Afin d'évaluer les possibilités d'adresser une ligne photonique entière, nous fixerons une résolution de 1024x768pixels (norme d'affichage XGA ou Extended graphics Array publiée par IBM en 1991) avec laquelle nous opposerons deux dimensions de systèmes. Un dispositif s'élargissant sur l'ensemble du verre de lunette avec des pixels de 36x36 $\mu\text{m}$  sur une surface d'environ 37x27mm et un système plus compact avec des pixels de 5x5 $\mu\text{m}$  sur une surface d'environ 5x4mm. Pour chacun d'eux, nous estimerons les  $\Delta n$  permettant d'obtenir le contraste nécessaire et une extraction régulière le long de la ligne de commande.

Après avoir défini les paramètres initiaux (I-A), nous étudierons l'ensemble d'une ligne de commande pour évaluer comment une évolution des paramètres peut assurer une intensité d'extraction régulière (I-B). Finalement, nous conclurons sur les paramètres à optimiser en vue de la réalisation d'une ligne d'adressage optique (I-C).

## I-A Définition des paramètres initiaux

En considérant qu'un pixel équivaut à un GMRF, nous allons tout d'abord définir le coefficient  $\alpha_G$  et évaluer son évolution en fonction de l'écart d'indice du réseau (I-A-1). La comparaison avec les pertes de propagation du guide nous permettra de déterminer le  $\Delta n$  minimal nécessaire (I-A-2).

N'ayant pas pu mesurer expérimentalement les pertes des guides réalisés au cours de cette thèse, nous nous baserons sur la mesure de pertes par propagation des guides  $\text{TiO}_2$  par Mélanie Bedu :  $\alpha_p = 2 \text{ dB/cm}$  [170]. On considérera que 50% de ces pertes sont des pertes de propagation par diffusion qui altéreront le contraste :  $f = \frac{\text{pertes par diffusion altérant le contraste}}{\text{pertes totale}} = 0,5$ . Quant au contraste  $C$ , on estimera que l'intensité d'un pixel allumé doit être 10 fois supérieure à celle d'un pixel éteint :  $C=10$ . Il s'agit d'un contraste minimal permettant de visualiser une image correctement sans trop de luminosité extérieure.

### I-A-1 Définition du coefficient $\alpha_G$ en fonction du $\Delta n$ du réseau

Le coefficient d'extraction  $\alpha_G$  permet de définir l'intensité extraite par un GMRF en fonction de l'intensité lumineuse contenue dans le guide d'onde. Il est analogue au coefficient de pertes  $\alpha_p$  (permettant de calculer les pertes du guide) et est exprimé en  $\text{cm}^{-1}$ . L'intensité extraite par le GMRF  $I_G$  et l'intensité transmise  $I_T$  sont exprimées en fonction de l'intensité incidente  $I_0$ , du coefficient  $\alpha_G$  et de la longueur  $L$  du GMRF (figure 5-1).

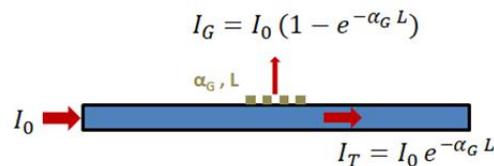


Figure 5-1 : Définition de l'intensité extraite  $I_G$  et transmise  $I_T$  par un GMRF en fonction du coefficient  $\alpha_G$ .

Le coefficient  $\alpha_G$  est calculé selon la méthode développée par [182] et [183]. Il dépend de l'indice effectif du mode guidé et des propriétés du réseau de diffraction.

La figure 5-2 présente les valeurs du coefficient  $\alpha_G$  selon l'écart d'indice du réseau pour une structure GMRF avec un guide d'onde  $\text{TiO}_2$ , comme celle réalisée dans le chapitre 4-III. Le coefficient est exprimé en  $\text{dB/cm}$  qui est l'unité couramment utilisée pour exprimer les pertes d'un guide d'onde. La formule permettant la conversion en  $\text{dB/cm}$  est démontrée dans le chapitre 4-I-B :

$$\alpha(\text{dB/cm}) = 4.34 \alpha (\text{cm}^{-1})$$



Figure 5-2 : Coefficients  $\alpha_g$  d'un GMRF (dimensions indiquées en haut à gauche) calculés en fonction du  $\Delta n$  du réseau de diffraction [182] [183].

### I-A-2 Définition du contraste et calcul du $\Delta n$ minimal

La comparaison de l'intensité extraite par un pixel comprenant un GMRF et l'intensité des pertes de propagation par diffusion hors pixel nous permet d'évaluer le contraste.

Sans réseau de diffraction, c'est-à-dire pour un pixel OFF idéal, l'intensité extraite du guide altérant le contraste est seulement due aux pertes de propagation par diffusion en direction de l'œil. On peut calculer cette intensité diffusée  $I_D$  en considérant un coefficient de perte  $\alpha_D$  qui est une fraction  $f$  du coefficient de pertes totales  $\alpha_p$ .

$$\alpha_D = f \times \alpha_p \quad \text{avec } 0 < f < 1$$

Pour un GMRF, constituant un pixel ON, l'intensité découplée  $I_G$  cumule l'intensité altérant le contraste  $I_D$  et l'intensité extraite par le GMRF (figure 5-3).

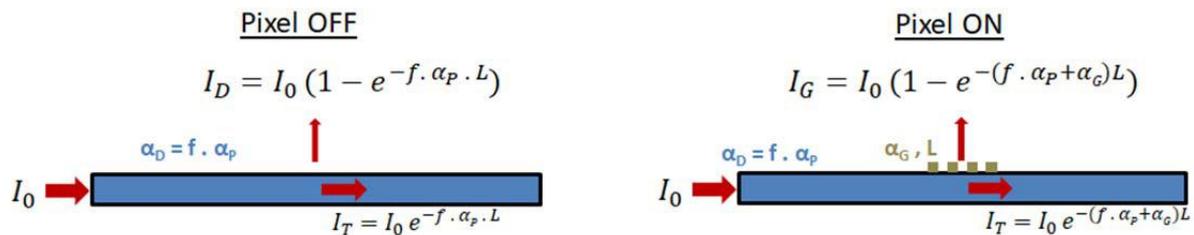


Figure 5-3 : Comparaison théorique de l'intensité extraite pour un pixel OFF idéal (pas de réseau ou réseau désactivé) et un pixel ON (réseau activé).

On définit le contraste  $C$  tel que :

$$\text{Pixel ON} = C \times \text{Pixel OFF}$$

$$I_G = C \times I_D$$

On obtient, avec les formules de la figure 5-3:

$$\alpha_{G-MIN} = -\frac{\log(Ce^{-f \cdot \alpha_p \cdot L} - C + 1)}{L} - f \cdot \alpha_p$$

Ainsi, connaissant les pertes par diffusion du guide d'onde ( $\alpha_p$ ), on peut estimer la valeur minimale de  $\alpha_{\text{GMRF}}$  en fonction de la dimension d'un pixel (longueur L) et du contraste désiré (C).

La figure 5-4 présente les valeurs de  $\alpha_{\text{G-MIN}}$  en fonction des pertes totales du guide pour un contraste de 10 et en considérant que 50% des pertes altèrent ce contraste. Les deux types de dispositifs (avec une taille de pixel  $L=5\mu\text{m}$  et  $L=36\mu\text{m}$ ) sont considérés.

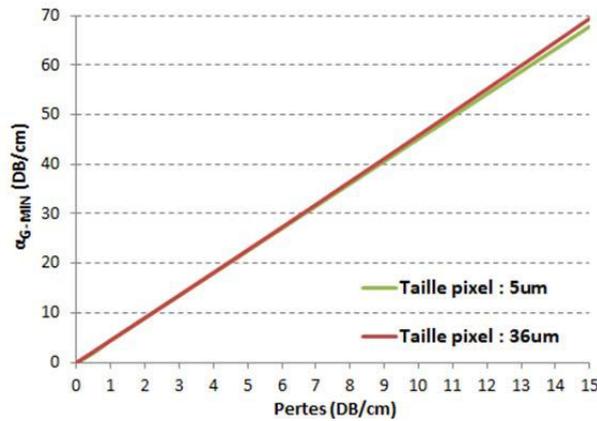


Figure 5-4 : Calcul du coefficient  $\alpha_g$  minimal en fonction des pertes de propagation du guide d'onde pour obtenir un contraste de 10 dans les conditions prédéfinies.

Logiquement, plus les pertes du guide sont importantes, plus le  $\alpha_{\text{G-MIN}}$  pour obtenir le contraste nécessaire est élevé. Ces résultats associés aux courbes présentés figure 5-2 nous permettent de définir un  $\Delta n$  minimal permettant d'obtenir le contraste nécessaire. Par exemple, avec des pertes de 2DB/cm [170], on obtient  $\alpha_{\text{G-MIN}} = 8,0\text{dB/cm}$  quel que soit la taille du pixel. Le  $\Delta n$  minimal associé est d'environ 0,07 (figure 5-2).

## I-B Extraction d'une intensité constante sur une ligne photonique

Après avoir établi la condition permettant d'extraire une intensité lumineuse constante le long de la ligne de commande (I-B-1), nous calculerons comment doivent évoluer les paramètres du réseau pour équilibrer l'extraction (I-B-2).

### I-B-1 Condition nécessaire à l'extraction d'une intensité constante

Nous allons maintenant nous intéresser à l'adressage d'une ligne entière. On considère un guide sans pertes avec N pixels allumés. L'intensité extraite par chacun des pixels dépend alors de l'extraction des pixels précédents.

En considérant chaque pixel i comme un GMRF de taille  $L_i$  avec un coefficient d'extraction  $\alpha_i$ , la figure 5-5 présente l'expression de l'intensité extraite par un pixel et transmise dans le guide d'onde. L'exemple est donné pour les deux premiers pixels de la ligne puis l'expression est généralisée pour le nième pixel.

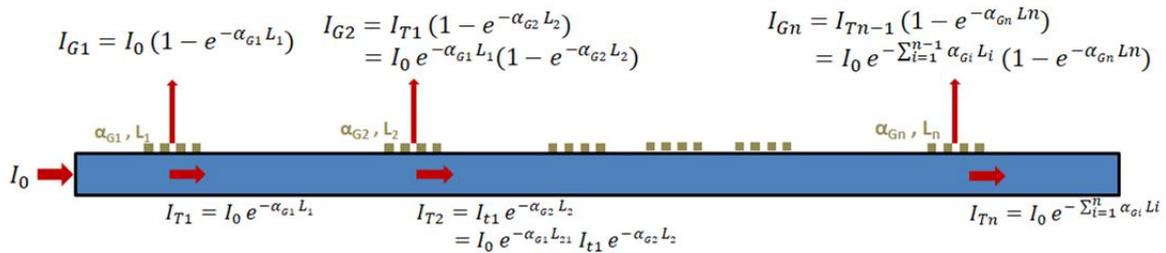


Figure 5-5 : Expression de l'intensité extraite par un pixel  $I_{G_i}$  en fonction des propriétés d'un pixel  $(\alpha_i, L_i)$  et de l'intensité contenue dans le guide  $I_{T_i}$

Dans le but d'extraire la lumière du guide d'onde avec une intensité constante, on part de l'égalité suivante :

$$I_{Gn} = I_{Gn+1}$$

En remplaçant, l'intensité extraite par l'expression générale donnée figure 5-5, on obtient :

$$I_0 e^{-\sum_{i=1}^{n-1} \alpha_{G_i} L_i} (1 - e^{-\alpha_{Gn} L_n}) = I_0 e^{-\sum_{i=1}^n \alpha_{G_i} L_i} (1 - e^{-\alpha_{Gn+1} L_{n+1}})$$

On obtient la condition  $A_{n+1} = f(A_n)$  suivante permettant d'extraire la lumière de manière constante :

$$A_{n+1} = \frac{2A_n - 1}{A_n} \quad \text{avec} \quad A_n = e^{-\alpha_{Gn} L_n}$$

Les équations présentées figure 5-5 ne prennent pas en compte les pertes lors de la propagation dans le guide d'onde. En ajoutant ce paramètre, l'équation  $I_{Gn} = I_{Gn+1}$  prend la forme suivante :

$$I_0 e^{-\sum_{i=1}^{n-1} \alpha_{G_i} L_i} e^{-\sum_{i=1}^{n-1} \alpha_P L_i} (1 - e^{-\alpha_{Gn} L_n}) = I_0 e^{-\sum_{i=1}^n \alpha_{G_i} L_i} e^{-\sum_{i=1}^n \alpha_P L_i} (1 - e^{-\alpha_{Gn+1} L_{n+1}})$$

Et la condition  $B_{n+1} = f(B_n)$  prenant en compte les pertes du matériau devient :

$$B_{n+1} = 1 - \frac{1 - B_n}{B_n e^{-\alpha_P L_n}} \quad \text{avec} \quad B_n = e^{-\alpha_{Gn} L_n}$$

Enfin, un dernier paramètre peut être ajouté. Il s'agit de l'espacement  $x$  entre deux pixels, distance sur laquelle il n'y a pas d'extraction mais des pertes de propagation. La taille totale du pixel devient alors  $L+x$  et la condition  $C_{n+1} = f(C_n)$  devient la suivante :

$$C_{n+1} = 1 - \frac{1 - C_n}{C_n e^{-\alpha_P (L_n + x_n)}} \quad \text{avec} \quad C_n = e^{-\alpha_{Gn} L_n}$$

Ces équations vont nous permettre de définir comment la perte progressive de l'intensité lumineuse dans le guide peut être compensée par une évolution des paramètres de chacun des pixels.

## I-B-2 Modulation du $\alpha_{GMRF}$ pour compensation des pertes d'intensité dans le guide

Afin d'équilibrer l'extraction sur une ligne d'adressage, il est possible de jouer sur deux paramètres :

- La taille des pixels : afin de compenser l'énergie extraite par les pixels précédents, la longueur  $L$  du GMRF doit être croissante, c'est-à-dire comporter un plus grand nombre de périodes. Il est également possible de faire évoluer la profondeur des réseaux, influent sur l'efficacité d'extraction.

- Le coefficient d'extraction du GMRF  $\alpha_G$ , directement relié au  $\Delta n$  : les caractérisations présentées dans les chapitres 3 et 4 nous ont montré qu'il est possible de contrôler électriquement le  $\Delta n$  d'un réseau de diffraction imprégné de cristaux liquides.

Ainsi, il est possible d'équilibrer l'extraction soit par la dimension physique des GMRF le long de la ligne d'adressage, soit par le signal électrique envoyé à chacun des pixels. Ces deux solutions peuvent également être cumulées.

La deuxième solution semble préférable pour deux raisons.

- Technologiquement, la réalisation de pixels avec un nombre de période ou une hauteur de dent évoluant progressivement semble plus complexe que le contrôle numérique du signal électrique envoyé.
- Pour la réalisation d'un afficheur, le nombre de pixels allumés ou éteints, voire même avec extraction intermédiaire varie pour chaque image. Une fois la matrice d'adressage réalisée, il paraît complexe de moduler la taille des pixels la constituant. Intégrer un facteur de compensation, selon le nombre de pixels allumés, dans le signal envoyé à chaque pixel paraît beaucoup plus réalisable.

La longueur  $L$  des GMRF est fixée à **5 ou 36 $\mu\text{m}$** . Il s'agit de la longueur du réseau d'extraction et non du pixel total qui peut prendre en compte un espacement entre pixel  $x$ .

En modulant le coefficient  $\alpha_G$  de chaque pixel, il est alors possible d'équilibrer l'extraction le long de la ligne selon les conditions définies précédemment.

À partir du coefficient  $\alpha_{G1}$  initial, défini comme le  $\alpha_{G-\text{min}}$  calculé dans la partie I-A-2, on peut déterminer par récurrence l'ensemble des  $\alpha_{Gi}$  et ainsi les intensités découplées ( $I_{Gi}$ ) et transmises ( $I_{Ti}$ ) associées. En considérant le cas critique où tous les pixels sont allumés, il est alors possible de déterminer le nombre maximal de pixels assurant à tous les GMRF d'extraire la même intensité lumineuse.

Les résultats obtenus sont présentés en considérant  $\alpha_{G-\text{min}} = \mathbf{8\text{dB/cm}}$ , résultats obtenus pour des pertes de **2dB/cm** dont **50%** par diffusion altérant le contraste qui est fixé à **C=10**. La figure 5-6 présente l'intensité relative contenue dans le guide d'onde en partant d' $I_0=1$  et la figure 5-7 l'évolution du coefficient  $\alpha_G$  pour obtenir une extraction constante le long du guide.

Pour chaque figure, on considère les trois cas suivants :

- Le cas idéal avec un guide sans pertes (en vert).
- Le cas intermédiaire avec un guide dont les pertes sont de 2dB/cm (en bleu).
- Le cas plus proche de la réalité avec un guide dont les pertes sont de 2DB/cm et un espacement entre chaque pixel de 10 $\mu\text{m}$  (en rouge).

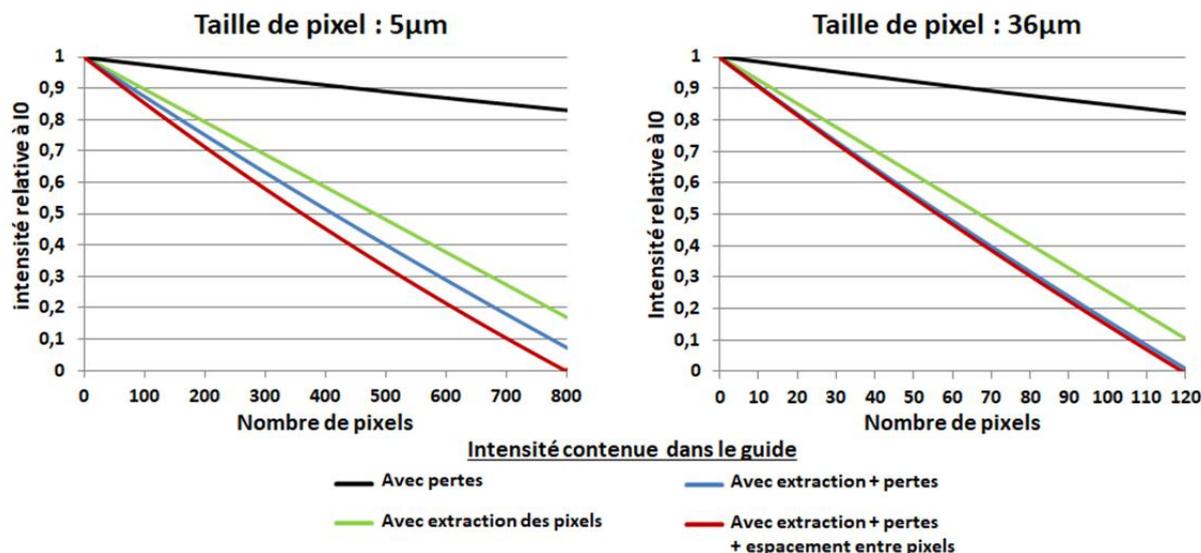


Figure 5-6 : Intensité relative contenue dans le guide d'onde lorsque l'extraction est constante pour chacun des pixels en considérant des longueurs de GMRF de 5 ou 36µm.

La chute de l'intensité dans le guide est linéaire de par l'extraction régulière de chaque pixel compensée par l'évolution du coefficient  $\alpha_{\text{GMRF}}$  (figure 5-7). L'intensité contenue dans le guide devient nulle pour environ 800 pixels lorsque leur taille est de 5µm et seulement 120 pixels lorsque  $L=36\mu\text{m}$ . En effet, avec un  $\alpha_{\text{GMRF}}$  initial d'environ 8dB/cm (défini pour un contraste de 10 et des pertes de 2dB/cm), l'extraction relative d'un seul pixel est beaucoup plus importante pour un GMRF de 36µm ( $I_G=0,75\%$ ) que pour 5µm ( $I_G=0,1\%$ ).

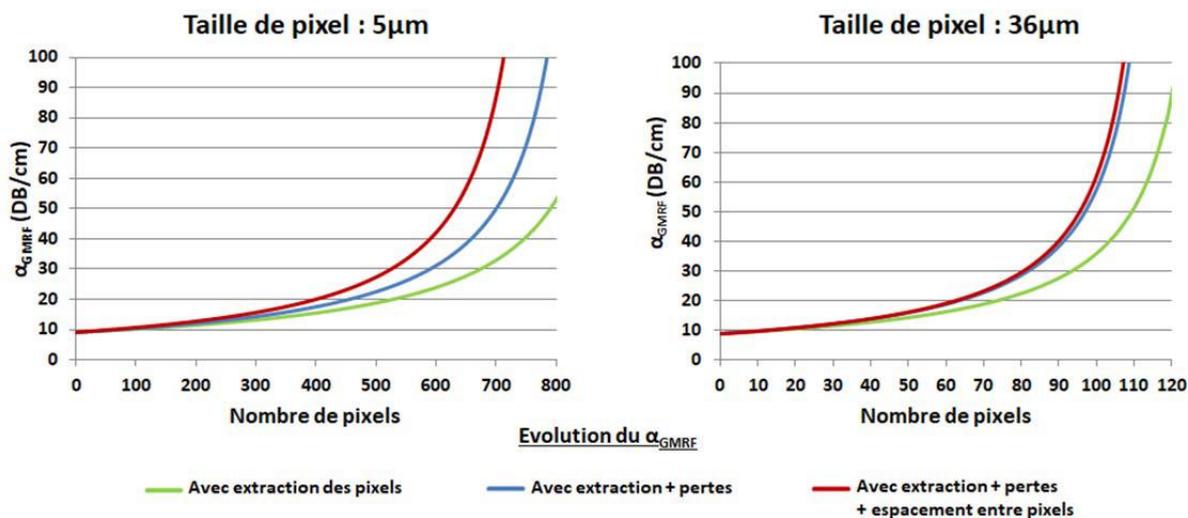


Figure 5-7 : Evolution du coefficient  $\alpha_g$  en fonction de la position du pixel sur le guide d'onde pour obtenir une extraction constante pour chacun des pixels en considérant des GMRF de 5 ou 36µm.

L'évolution du coefficient  $\alpha_{\text{GMRF}}$  est exponentielle et sa valeur augmente considérablement à partir d'un certain nombre de pixel (600 pour  $L=5\mu\text{m}$  et 100 pour  $L=36\mu\text{m}$ ). Avant cela, on a  $\alpha_{\text{GMRF}} < 50$ , ce qui correspond à un  $\Delta n < 0,16$  selon la figure 5-2. Cet écart d'indice est parfaitement atteignable avec des cristaux liquides dont la biréfringence est généralement de l'ordre de 0,2.

Le coefficient  $\alpha_{\text{GMRF}}$  augmente ensuite rapidement vers des valeurs supérieures ou égales à 100dB/cm, coefficient associé à un  $\Delta n$  de 0,2.

Pour l'exemple considéré, c'est-à-dire avec des pertes de 2dB/cm, il est possible d'adresser une ligne de plus de 768 pixels, conformément à la norme XGA, lorsque leurs tailles sont de 5 $\mu$ m. C'est en revanche beaucoup plus complexe pour des pixels de 36 $\mu$ m où seulement une centaine de pixels peuvent être adressés....

Considérant cette taille de pixel, il faudrait un coefficient  $\alpha_{G-\min}$  inférieur à 1dB/cm pour pouvoir adresser plus de 768 pixels. Ce qui correspond à des pertes par propagation du guide d'environ 0,2dB/cm.

Globalement, le  $\Delta n$  des cristaux liquides nématiques semble correspondre à la modulation d'indice nécessaire à l'adressage d'une ligne de pixel puisque le  $\Delta n$  varie entre 0,07 et 0,2.

## I-C Bilan

Deux types d'écrans ont été dimensionnés, l'un comprenant des pixels de très petites tailles formant un écran de quelques mm<sup>2</sup>, l'autre de dimension plus élevée dont la taille est calquée sur des SLM existants (LC Holoeye) [60].

Nous avons pu estimer les  $\Delta n$  nécessaires à l'adressage d'une ligne de 768 pixels en prenant en compte des pertes de 2dB/cm sur des guides sol-gel TiO<sub>2</sub>. Les écarts d'indices nécessaires, entre 0,07 et 0,2, sont apparus largement compatibles avec l'utilisation de cristaux liquides.

La difficulté réside dans l'adressage de plus de 768 pixels lorsque la taille de ceux-ci est supérieure à 10 $\mu$ m. Des pertes estimées à 2dB/cm ne permettent pas d'obtenir une intensité suffisante pour alimenter l'ensemble d'une ligne. Le paramètre essentiel à minimiser est donc la perte intrinsèque du guide d'onde et principalement les pertes de propagation par diffusion altérant le contraste qui influent directement sur le  $\alpha_{G-\min}$ .

Ce paramètre est d'une importance cruciale pour la suite des travaux. D'autant que, les valeurs de pertes sur lesquelles on se base sont obtenues pour un guide TiO<sub>2</sub> avec une gaine supérieure en air [170]. Or, les caractérisations présentées dans le chapitre 4 ont permis de mettre en évidence la probable augmentation de ces pertes lorsque le guide comprend un revêtement en cristal liquide.

Le prochain défi pour aboutir à ce projet concerne donc la minimisation des pertes d'un guide d'onde avec un revêtement en cristal liquide. Il faut également considérer les pertes causées par le GMRF lorsqu'il est éteint. Il est donc important d'avoir un état non diffractif minimal. Pour cela, les caractérisations effectuées dans le chapitre 3 ont montré qu'il fallait utiliser l'état initial, sans tension, comme état non diffractif. L'utilisation d'un réseau de diffraction avec un indice de réfraction égal à l'indice extraordinaire des cristaux liquides, c'est-à-dire un égal à 1,73 pour l'E7, ou l'emploi du mode TM, permettraient d'être dans cette configuration.

## II Vers du tout optique

L'utilisation de cristaux liquides nématiques peut permettre la réalisation d'une matrice électro-optique, avec des guides d'ondes croisés avec des électrodes transparentes. Pour aller plus loin, on peut imaginer une matrice toute optique. Dans ce but, il est nécessaire de remplacer le matériau

électrosensible, en l'occurrence le cristal liquide, par un matériau photosensible. Il s'avère justement que l'association de cristaux liquides avec des molécules azobenzènes permet de contrôler leurs orientations optiquement.

Après avoir présenté brièvement le principe de la photosensibilisation des cristaux liquides par association avec des azobenzènes (II-A), nous présenterons les résultats de modulation de la diffraction obtenus avec ce type de matériau (II-B).

## II-A Cristaux liquides photo-commutables

Un azobenzène est un composé chimique comprenant deux anneaux phényles liés par une double liaison N=N. Il existe sous deux formes isomériques (c'est-à-dire deux molécules composés des mêmes atomes avec un arrangement spatial différent) : une forme dépliée dite « *trans* » et une forme pliée dite « *cis* ». La transition entre les deux formes se fait avec absorption d'un photon.

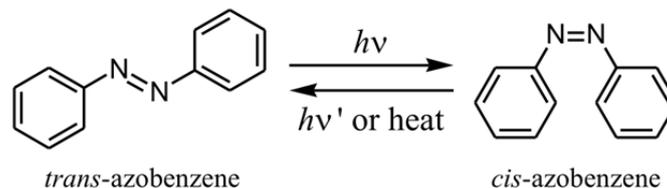


Figure 5-8 : Photoisomérisation d'une molécule azobenzène pour commuter entre la forme *cis* et la forme *trans*

Associés à des cristaux liquides, ce type de molécule est capable de perturber la phase nématique (II-A-1) ou de modifier l'alignement des CL (II-A-2). Les cristaux liquides deviennent alors photocommutables.

### II-A-1 Azobenzènes dispersés dans les cristaux liquides

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre 2-I-C-2, la phase nématique des cristaux liquides n'est stable que dans une certaine gamme de température, entre la transition cristalline-nématique  $T_{cn}$  et la transition nématique-isotrope  $T_{ni}$ .

Lorsque l'on disperse certaines molécules azobenzènes dans des cristaux liquides, leur température de transition varie selon la forme *cis* ou *trans* de la molécule. L'isomère *trans* n'a pas d'effet significatif sur la stabilité de la phase nématique alors que la forme *cis* peut fortement la déstabiliser. Ainsi, à une certaine température  $T$ , il est possible de passer d'une phase nématique à une phase isotrope en commutant optiquement les azobenzènes (figure 5-9).

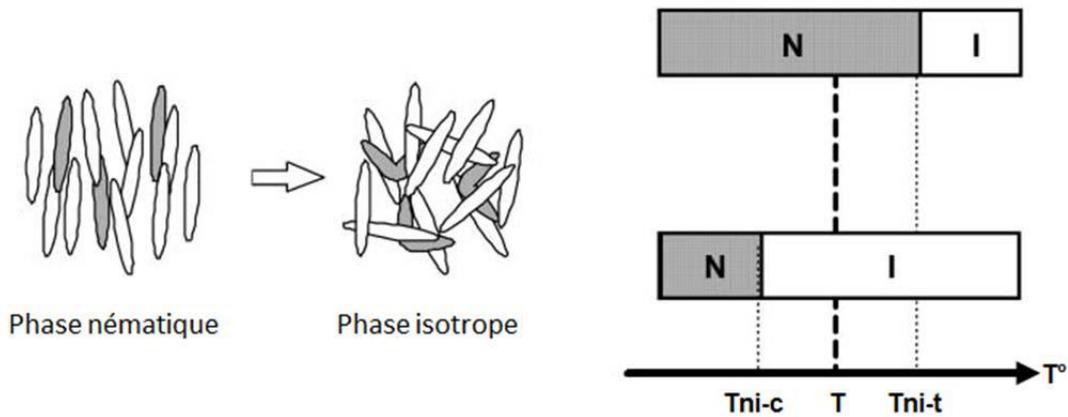


Figure 5-9 : Schématisation de la transition nématique isotrope de cristaux liquides azobenzènes (à gauche) et comparaison des deux diagrammes de phase selon la forme de la molécule azobenzènes (à droite).  $T_{ni-c}$  et  $T_{ni-t}$  sont respectivement les températures de transition nématique-isotrope avec la forme cis et la forme trans [184].

L'indice de réfraction de la phase nématique ( $n_o$  ou  $n_e$  selon la polarisation) et celui de la phase isotrope ( $n_i \cong \frac{2n_o+n_e}{3}$ ) étant distincts, l'indice devient photocommutable dans une certaine gamme de températures (entre  $T_{ni-c}$  et  $T_{ni-t}$ ). On notera tout de même que l'écart d'indice  $\Delta n$  est plus faible que la biréfringence des cristaux liquides, l'indice de réfraction de la phase isotrope étant intermédiaire entre  $n_o$  et  $n_e$  :  $n_i \cong \frac{2n_o+n_e}{3}$

### II-A-2 Photo-alignement des cristaux liquides avec une couche d'azobenzènes

Les azobenzènes, déposés en surface, sont également utilisés comme couche d'alignement des cristaux liquides. La photo-modulation des azobenzènes permet alors de contrôler l'orientation des cristaux liquides. On distingue deux types de transitions :

- Dans un premier cas, schématisé à gauche sur la figure 5-10, la transition entre la forme cis et la forme trans des azobenzènes permet de passer d'un alignement homéotrope à un alignement planaire [185] [186].
- Dans un deuxième cas, la molécule azobenzène reste en forme trans mais son orientation est contrôlable par une source de lumière polarisée de manière réversible (figure 5-10 à droite). L'alignement planaire des cristaux liquide, dépendant de cette orientation, est donc sensible à la polarisation de la lumière. La molécule SD1, décrite dans le chapitre 2-II-A-4, est notamment utilisée dans ce cadre [135] [140].

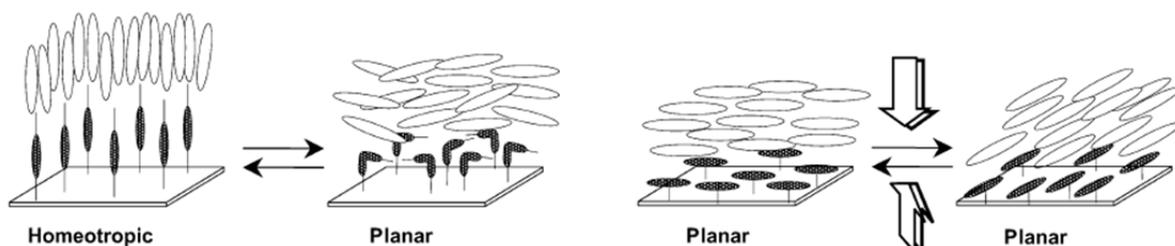


Figure 5-10 : Photo-orientation des cristaux liquides via des molécules azobenzènes déposées en surface. Une photo isomérisation cis-trans permet de passer d'un alignement homéotrope à un alignement planaire (à gauche), alors qu'une lumière polarisée est capable de moduler la direction de l'alignement planaire (à droite) [187].

## II-B Photo-modulation de la diffraction

Dans le cadre de cette thèse, nous avons effectué des premiers tests de photo-modulation de diffraction avec un produit commercial décrit partie II-B-1. Après avoir décrit les différents cas d'interactions entre ce type de matériau et un réseau de diffraction (II-B-2), nous comparerons les résultats avec des simulations RCWA (II-B-3) avant de procéder à une caractérisation dynamique pour évaluer la vitesse de commutation (II-B-4).

### II-B-1 Structures et matériaux

Afin de vérifier la possibilité de contrôler optiquement la diffraction, les structures formées par photolithographie, dont la réalisation est décrite dans le chapitre 3-II ont été à nouveau utilisées. Ainsi, des réseaux de diffraction avec un période  $\Lambda=1,5, 2,5$  ou  $5,0\mu\text{m}$  ( $Fr=0,5$ ) et une hauteur de dent de  $130$  ou  $850\text{nm}$  sont imprégnés de cristaux liquides azobenzènes.

Le matériau utilisé (AZO-NLC\_1005, Beamco [188]) présente une transition nématique/isotrope pour une irradiation à  $410\text{nm}$  et la transition inverse à  $535\text{nm}$  (figure 5-11). Il s'agit du type de matériau décrit partie II-A-1.

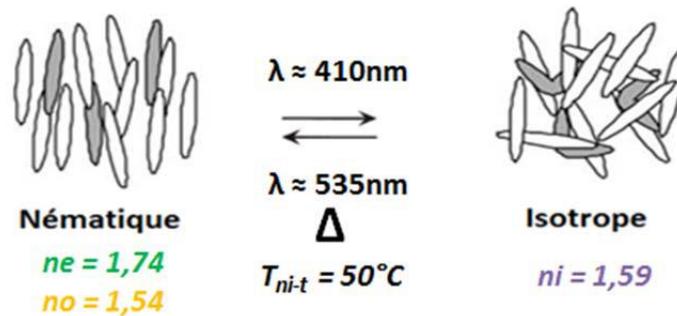


Figure 5-11 : Caractéristiques des cristaux liquides azobenzènes AZO-NLC\_1005 capables de passer d'une phase nématique à une phase isotrope optiquement. Le retour à la phase nématique peut également se faire thermiquement en chauffant le matériau à plus de  $50^{\circ}\text{C}$  avant de le laisser revenir à température ambiante. La température de transition nématique-isotrope avec la forme trans est  $T_{ni-t}=50^{\circ}\text{C}$ .

La transmission de ces cristaux liquides azobenzènes est tout d'abord caractérisée dans des cellules planes de  $7\mu\text{m}$  d'épaisseur.

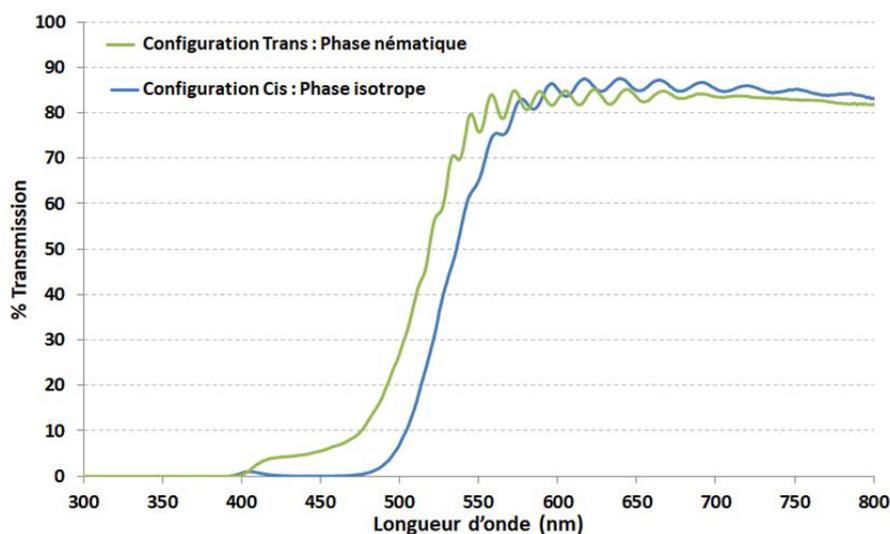


Figure 5-12 : Transmission des cristaux liquides azobenzènes AZO-NLC\_1005 dans des cellules de  $7\mu\text{m}$  d'épaisseur selon la phase dans laquelle ils se trouvent.

Les cellules imprégnées d'AZO-NLC\_1005 présentent une coloration orangée en phase nématique qui devient rouge-orangé en phase isotrope. En accord avec ces colorations, le spectre de transmission présente une bande d'absorption très intense dans le bleu-violet (410nm) en phase nématique, avec un léger décalage dans le bleu (450nm) en phase isotrope.

L'absorption de la solution pure étant saturée pour une épaisseur de  $7\mu\text{m}$ , des dilutions sont effectuées dans l'éthanol avant d'étudier le spectre d'absorption dans une cuve de 2mm (figure 5-13).

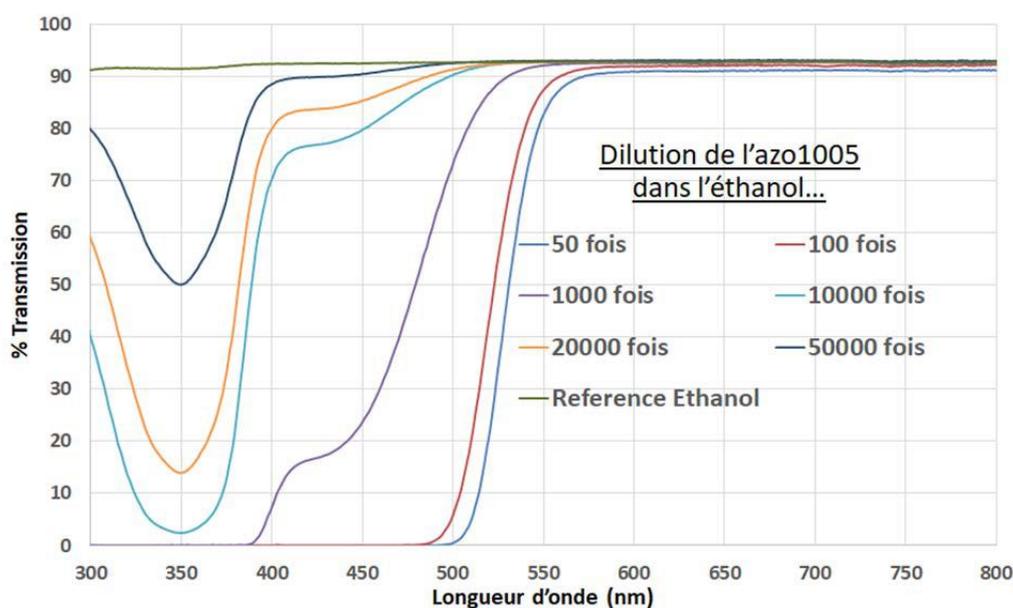


Figure 5-13 : Transmission des cristaux liquides azobenzènes AZO-NLC\_1005 dans des cellules de 2mm d'épaisseur avec différentes concentrations dans l'éthanol.

On apprend deux choses de ces caractérisations. Tout d'abord, la présence d'une bande d'absorption très intense dans l'UV, à 350nm. Aussi, le fait de diluer la solution nous permet d'obtenir un pourcentage d'absorption non saturé. Sur la courbe violette par exemple, correspondant à la solution

diluée 1000 fois, on mesure 85% d'absorption à 410nm sur une épaisseur de 2mm. En proportion, on peut estimer que la solution pure présentera la même absorption sur une épaisseur de 2 $\mu$ m.

On peut donc estimer que la profondeur de pénétration d'un faisceau laser de 410nm dans la solution Azo-CL-1005 est de l'ordre du micromètre, ce qui nous donne un ordre de grandeur de l'épaisseur de cristaux liquides sur laquelle un faisceau incident va agir. Ce résultat justifie notamment le choix du sens de la cellule lors des caractérisations suivantes ; avec le réseau de diffraction est directement en contact avec la source laser afin de faire commuter les cristaux liquides azobenzènes prioritairement dans cette zone sans être préalablement absorbée.

## II-B-2 Définition des quatre états et banc de caractérisation

Afin d'étudier la diffraction des réseaux imprégnés d'Azo-CL, une diode laser ( $\lambda=635\text{nm}$ ,  $P=1,2\text{mW}$ ) dont la polarisation est contrôlée par une lame demi-onde traverse la cellule avec une incidence normale. L'ordre 1 de diffraction est mesuré par un puissance-mètre positionné sur un plateau tournant. Un laser bleu ( $\lambda=410\text{nm}$ ,  $P=7\text{mW}$  ajustable avec un filtre) focalisé sur la même zone que la diode laser rouge permet de passer d'un état nématique à une phase isotrope. Le retour à l'état nématique est effectué thermiquement, dans une étuve à 70°C. Le banc de caractérisation est présenté sur la figure 5-14.

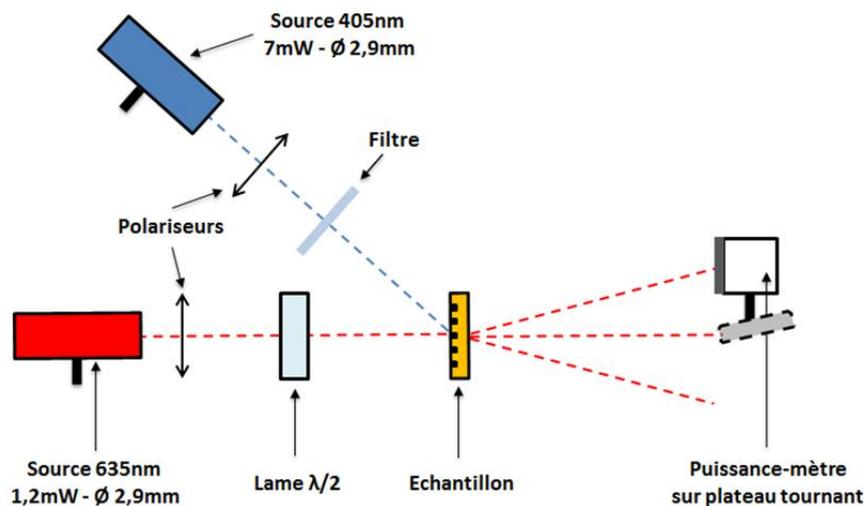


Figure 5-14 : Schématisation du banc de caractérisation utilisé pour mesurer la diffraction des réseaux imprégnés d'Azo-CL-1005. Il s'agit d'une évolution du banc photographié figure 3-36.

La diffraction des cellules est mesurée dans les deux états, isotrope et nématique, avec une onde incidente en polarisation S ou P. Les quatre cas étudiés sont explicités sur la figure 5-15. Les CAS 1 et CAS 2 sont similaires à ceux présentés dans le chapitre 3-V (figure 3-37). En revanche, les CAS 3 et CAS 4 diffèrent car il ne s'agit plus de cristaux liquides nématiques en phase homéotrope mais d'une phase isotrope avec un indice intermédiaire entre  $n_o$  et  $n_e$ , indépendant de la polarisation (figure 5-15).

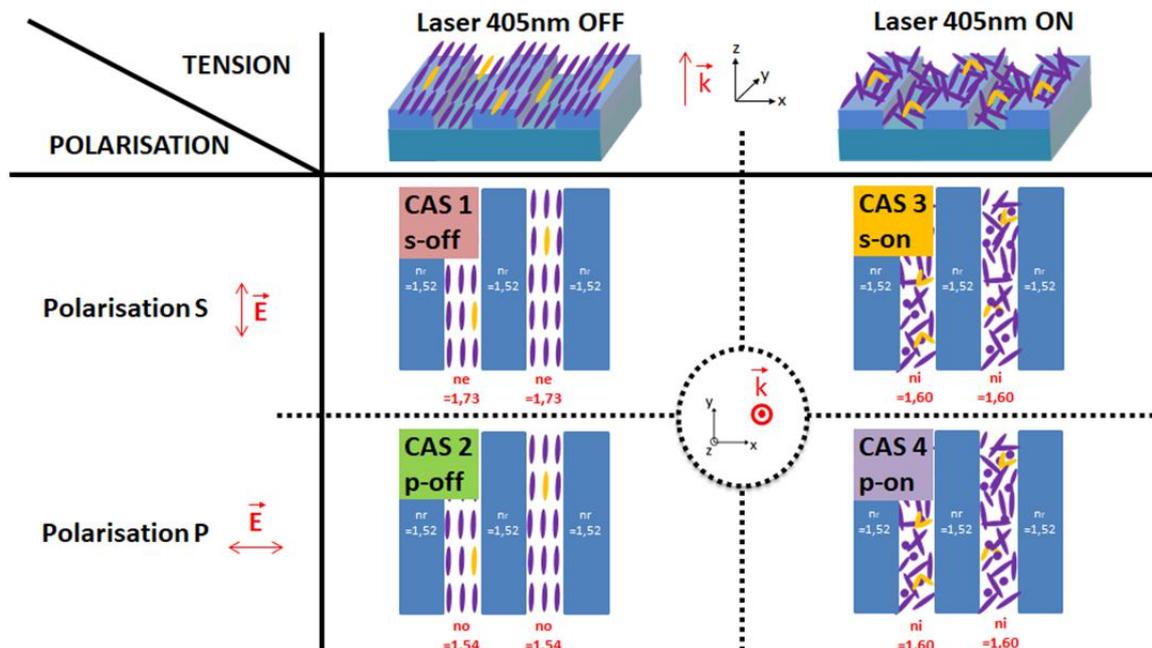


Figure 5-15 : Représentation des différents cas de figures selon la phase des cristaux liquides et la polarisation de la lumière. Le vecteur  $k$  représente la direction de la lumière incidente et  $E$  la polarisation de l'onde incidente.

### II-B-3 Comparaison avec simulations RCWA

Le tableau 25 présente les résultats obtenus dans les différents CAS pour des périodes de 1,5 à 5,0 $\mu\text{m}$  et une hauteur de dent de 850nm. Afin d'assurer le passage dans les CAS 3 et CAS 4, l'échantillon est soumis pendant 20minutes au laser à 405nm. Lorsque les cristaux liquides sont dans l'état isotrope, la polarisation n'a expérimentalement plus d'influence, ce qui confirme la théorie des CAS 3 et CAS 4 (figure 5-15).

	$\Lambda = 1,5\mu\text{m}$	$\Lambda = 2,5\mu\text{m}$	$\Lambda = 5\mu\text{m}$
CAS 1 ( $n_e=1.74$ )	20,0%	21,0%	21,5%
CAS 2 ( $n_o=1.54$ )	0,28%	0,24%	0,21%
CAS 3 & 4 ( $n_i=1.595$ )	3,0%	2,9%	3,2%

Tableau 25 Pourcentage de diffraction des réseaux de différentes périodes ( $hd=850\text{nm}$ ) dans les 4 CAS.

Les résultats obtenus sont comparés à des simulations RCWA et des mesures effectuées avec des cellules imprégnées de liquides d'indice (figure 5-16). Les résultats des simulations, effectuées en considérant l'ensemble de la cellule, et des mesures avec liquides d'indices sont les mêmes que ceux présentés dans le chapitre 3-V-A-3. Seuls les points expérimentaux répertoriés dans le tableau 25 sont ajoutés afin de vérifier la cohérence des résultats.

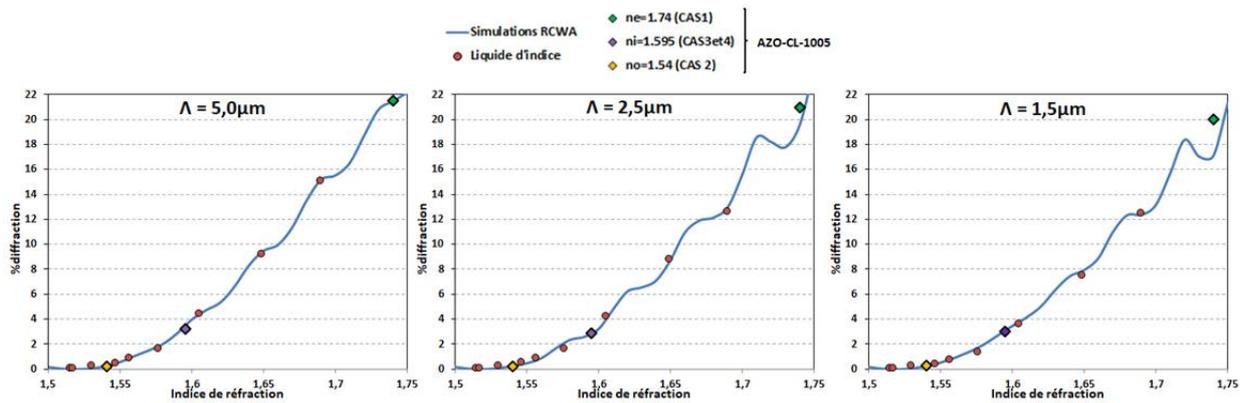


Figure 5-16 : Comparaison des mesures expérimentales avec des simulations RCWA et la diffraction de cellules imprégnées de liquides d'indice.

Les résultats sont cohérents avec la courbe théorique en considérant les incertitudes du système (sujet discuté chapitre 3-V-A-4). On peut donc conclure que, avant d'être soumis à un champ lumineux, les cristaux liquides azobenzènes sont correctement alignés dans la cellule. Une fois le champ lumineux appliqué pendant 20 minutes, on passe bien en phase isotrope avec un indice intermédiaire et indépendant de la polarisation.

### II-B-4 Etude dynamique

Des caractérisations dynamiques ont été effectuées afin d'estimer le temps de commutation des cristaux liquides azobenzènes. Les caractérisations sont réalisées avec la diode laser incidente en polarisation S. La commutation des azobenzènes, faisant passer les cristaux liquide de la phase nématique à la phase isotrope, est assurée par un laser de 405nm également en polarisation S. La cellule est positionnée de manière à ce que les sources atteignent d'abord la face avec le réseau. Elles se croisent sur cette surface et illuminent la même zone de l'échantillon sur environ 1cm<sup>2</sup>. Le banc de caractérisation est schématisé figure 5-14.

Dans un premier temps, l'évolution de la diffraction des trois réseaux ( $\Lambda=1,5, 2,5$  ou  $5,0\mu\text{m}$  avec  $h_d=850\text{nm}$ ) est étudiée en fonction du temps avec une puissance fixée à **1mW** pour faire commuter les cristaux liquides azobenzènes. L'épaisseur de la cellule est de **7 $\mu\text{m}$**  pour l'ensemble des caractérisations présentées. La figure 5-17 présente les résultats obtenus, la diffraction ayant été normalisée par rapport à sa valeur initiale (diffraction\_CAS1 = 100%) pour comparer plus simplement les résultats des trois périodes.

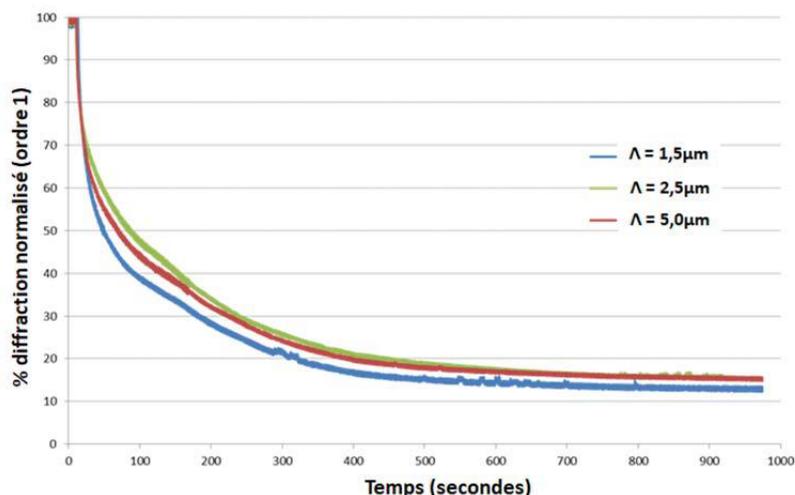


Figure 5-17 : Evolution de la diffraction de réseaux de période de  $1,5\mu\text{m}$  (en bleu),  $2,5\mu\text{m}$  (en vert) ou  $5,0\mu\text{m}$  (en rouge) en fonction du temps d'exposition à  $410\text{nm}$  ( $1\text{mW}$ ).

Afin de basculer totalement les cristaux liquides de la phase nématique à la phase isotrope sur l'ensemble de l'épaisseur du réseau, une quinzaine de minute est nécessaire. La diffraction chute très rapidement dans les premières secondes avant de ralentir. Contrairement aux cristaux liquides classiques, la période du réseau étudié ne semble pas avoir une influence significative sur la capacité des cristaux liquides à commuter.

La figure 5-18 présente les résultats obtenus avec trois puissances différentes pour le laser bleu assurant la commutation, allant de  $1\text{mW}$  à  $7\text{mW}$ . La hauteur de dent des réseaux est toujours de  $850\text{nm}$  et l'épaisseur de la cellule de  $7\mu\text{m}$ .

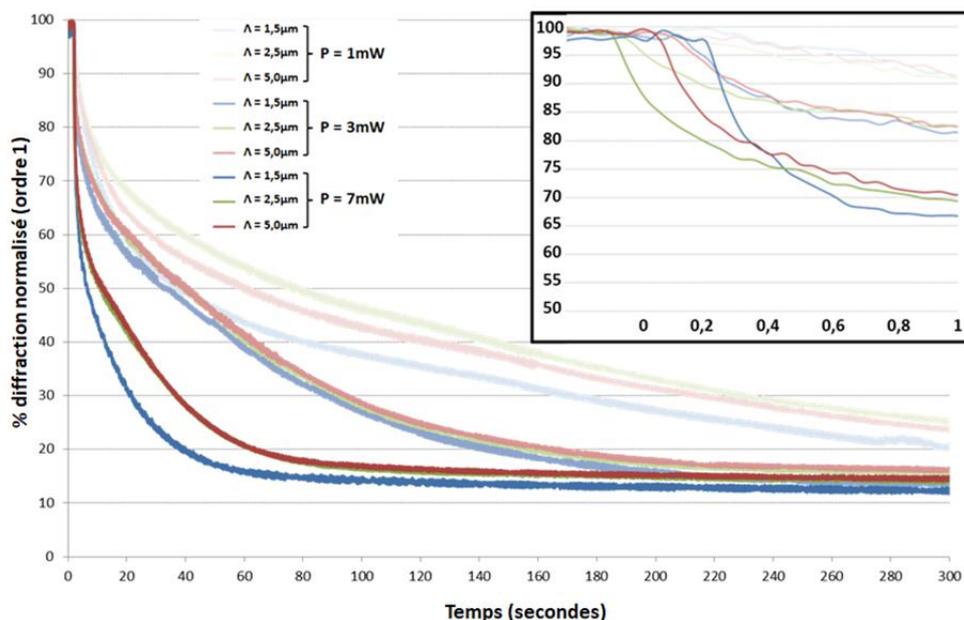


Figure 5-18 : Evolution de la diffraction de réseaux de période de  $1,5\mu\text{m}$  (bleu),  $2,5\mu\text{m}$  (vert) ou  $5,0\mu\text{m}$  (rouge) en fonction du temps d'exposition à  $410\text{nm}$  avec une puissance de  $1\text{mW}$  (clair),  $3\text{mW}$  (intermédiaire) ou  $7\text{mW}$  (foncé). Un zoom sur la première seconde est présenté en haut à droite.

Logiquement, la puissance de la source assurant la commutation de l'état nématique vers l'état isotrope a une influence certaine sur la vitesse de commutation. Si, avec une puissance incidente de 7mW, il faut toujours une bonne minute pour basculer complètement vers l'état isotrope, un zoom sur les premiers instants nous montre qu'une seconde suffit à éteindre environ 30% de la diffraction initiale.

L'influence de la hauteur de dent a également été étudiée en comparant la chute de diffraction de réseaux de 130 et 850nm de hauteur. Les résultats obtenus, avec une puissance du laser bleu de 4,5mW, sont présentés figure 5-19.

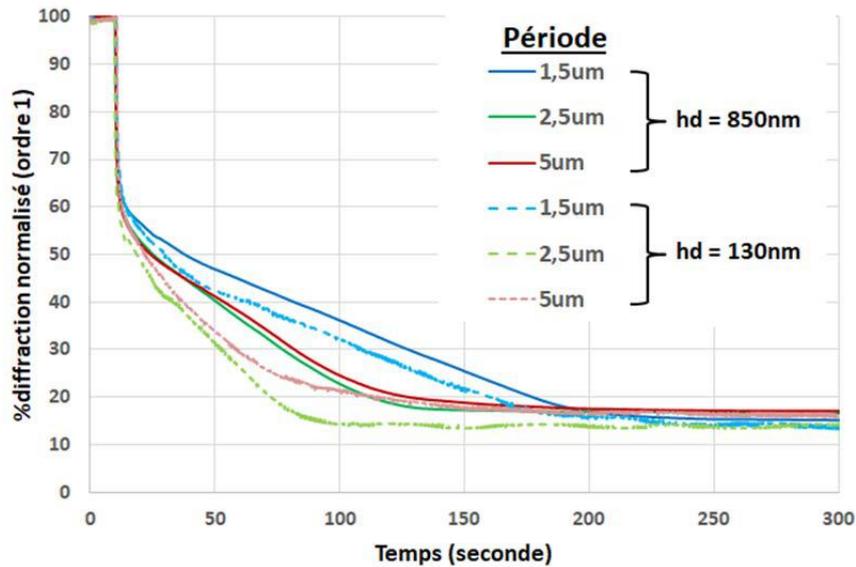


Figure 5-19 : Evolution de la diffraction de réseaux de période de 1,5µm (bleu), 2,5µm (vert) ou 5,0µm (rouge) et d'épaisseur variable en fonction du temps d'exposition à 410nm (4.5mW).

La chute de diffraction semble très légèrement plus rapide pour des réseaux de 130nm d'épaisseur. Ce résultat était attendu étant donné que la quantité de molécules azobenzènes à commuter est moins importante pour un réseau de faible hauteur. Cependant, la profondeur de pénétration étant de l'ordre du micromètre, la modulation de l'épaisseur de 700nm n'a pas une influence significative. On note également que, contrairement aux résultats obtenus avec des cristaux liquides classiques, la modulation de la diffraction relative est, à terme, la même quel que soit la hauteur de dent. Ces résultats témoignent de l'absence de couches d'ancrages verticales ou horizontales limitant la chute de diffraction. On note également que les effets de champ inhomogènes observés avec des cristaux liquides classiques ne sont logiquement plus présents car aucun champ électrique n'est ici appliqué.

Si le fournisseur de ce matériau assure qu'il est possible de retourner de la phase isotrope à la phase nématique en soumettant les cristaux liquides à une longueur d'onde d'environ 530nm, nous n'avons pas réussi à effectuer cette transition qui a, jusqu'alors, été obtenue thermiquement seulement.

## II-C Bilan

La dispersion d'azobenzènes dans des cristaux liquides permet de contrôler optiquement leur alignement. Si le passage d'un état nématique à isotrope propose une variation d'indice plus faible

que celle d ue  a la bir efr ingence des cristaux liquides ( $\approx 2/3$  de  $\Delta n$ ), le fait de passer dans une phase isotrope permet de s'affranchir des probl emes de couches d'ancrage. En effet, nous n'avons pas constat e d'influences significatives des param etres dimensionnels du r eseau ( $\Lambda$ ,  $hd$ ) sur le pourcentage de diffraction obtenu (seulement une tr es l eg ere influence de la hauteur de dent sur la vitesse de commutation). La diffraction r esiduelle est seulement due  a l' ecart d'indice entre le r eseau de diffraction ( $n_{\text{ULIS}}=1,52$ ) et la phase isotrope ( $n_i=1,59$ ).

La commutation des cristaux liquides azobenz enes semble principalement d ependre du nombre de photons (puissance de la source, temps) par rapport  a la quantit e de mati ere  a commuter (concentration en azobenz enes, volume de mati ere). Se pose alors la question de la vitesse de commutation. Nous avons  evoqu e dans le chapitre 1-III-C la n ecessit e de pouvoir activer ou non un pixel en un temps de l'ordre de la dizaine de microseconde pour afficher une image 60Hz. Si c'est le cas des cristaux liquides n ematiques, d ej a utilis es pour les  ecrans LCD, on remarque que la commutation des azobenz enes est ici bien plus lente.

Un travail est donc  a effectuer pour optimiser le temps de commutation. Il est notamment possible de jouer sur la formulation des cristaux liquides azobenz enes (rapport azobenz enes/cristal liquide) ou la puissance de la source en la focalisant sur une zone plus restreinte. Le facteur de remplissage du r eseau peut  galement avoir une influence. En effet, on peut supposer qu'un facteur de remplissage tr es faible, c'est- a-dire avec des creux tr es fin par rapport aux dents, pourrait permettre d'am eliorer la vitesse de commutation.

Il est aussi n ecessaire de tester d'autres produits, connus pour leurs vitesses de commutation plus  lev ees [189] [190] voire des azobenz enes comme couche d'alignement photo-commutables (II-A-2). La mol ecule SD1, qui a  t e synth etis ee pendant cette th ese et dont les propri etes d'alignement photo-commutables ont  t e v erifi ees, repr esente une alternative prometteuse car il s'agit d'une simple monocouche r eagissant tr es rapidement [139]. Cependant, avec une modulation de l'alignement par des mol ecules azobenz enes, l'interaction avec le r eseau de diffraction est encore diff erente que lors de l'application d'un champ  lectrique ou d'une transition n ematique/isotrope.

# Conclusion

L'objectif de cette thèse était de réaliser des composants optiques incluant un guide d'onde et un système pilotable d'extraction de lumière. Le choix des matériaux et procédés ainsi que le développement d'un principe d'activation pertinent ont été étudiés dans le cadre de cette thèse. La combinaison de matériaux actifs avec un composant photonique devait notamment permettre de moduler l'intensité d'extraction d'un guide d'onde en passant d'un état ON à un état OFF, éventuellement de manière continue.

L'association de cristaux liquides avec un réseau de diffraction s'est révélée efficace. Nous avons tout d'abord caractérisé des réseaux imprégnés de cristaux liquides, en transmission, afin d'analyser le comportement des molécules dans une structure micrométrique. Ces molécules s'alignent correctement dans la structure comme nous l'avons démontré par des caractérisations entre polariseurs croisés et l'extinction de la diffraction avec la polarisation.

La chute de diffraction dépendant de l'intensité du champ électrique appliquée a ensuite permis de vérifier la mobilité des cristaux liquides confinés dans le réseau. Cependant, l'extinction est apparue comme incomplète, 1 à 10% de la diffraction initiale étant encore mesurable pour une tension supérieure à 30V. Cette diffraction résiduelle est due à l'inhomogénéité du champ électrique dans la cellule structurée et à la présence de couches d'ancrage dans la structure. L'étude de réseaux de diffraction de différentes dimensions (période de 0,8 à 5 $\mu\text{m}$  pour une épaisseur de 130 à 850nm) a permis d'estimer que l'épaisseur de cette couche d'ancrage était négligeable sur les flancs verticaux du réseau. Ces résultats nous permettent de tirer trois conclusions :

- Si ces caractérisations permettent de passer d'un état ON sans tension à un état OFF avec l'application d'un potentiel, il paraît pertinent d'utiliser le principe inverse (OFF vers ON) car l'extinction est ici limitée par la présence de couches d'ancrage. Or, le bon alignement des cristaux liquides à l'intérieur de la structure, sans tension, pourrait permettre de profiter d'un état OFF beaucoup plus efficace. Il faudrait pour cela utiliser un réseau de diffraction avec un indice de réfraction proche de l'indice extraordinaire des cristaux liquides. L'application d'un champ électrique assurerait alors le passage à l'état ON, diffractant.
- La chute de diffraction avec la tension est progressive. Il est ainsi possible, selon le potentiel appliqué, de contrôler l'alignement des molécules, et donc de faire varier l'indice de réfraction entre les dents et les creux du réseau, afin d'obtenir des états intermédiaires. Cela pourrait éventuellement permettre de maîtriser la répartition de l'extraction pour l'ensemble des pixels d'une ligne d'adressage.
- La présence d'une couche d'ancrage horizontale limite l'influence des cristaux liquides sur les propriétés de diffraction car la modulation totale est atténuée de 10% pour une hauteur de dent de 130nm par rapport à une hauteur de dent de 850nm. Avec une hauteur de dent inférieure à 100nm, l'efficacité de la modulation devrait être encore plus limitée. Une diminution de la période ne devrait, en revanche, pas avoir d'effet car la couche d'ancrage verticale est négligeable. Cependant, la tension à appliquer est d'autant plus élevée que la période est réduite puisqu'il faut 3V pour éteindre la diffraction à près de 90% de sa valeur initiale pour un réseau de 5 $\mu\text{m}$  de période contre 15V pour un pas 0,8 $\mu\text{m}$ . Ces valeurs de

## Conclusion

tension sont obtenues avec une épaisseur de cellule de  $7\mu\text{m}$  et peuvent toutefois être réduites en minimisant ce paramètre.

La mise en œuvre d'un dispositif avec un guide d'onde planaire associé à un réseau de diffraction nanométrique imprégné de cristaux liquides nous a rapproché des objectifs finaux. Les caractérisations ont permis d'en valider le principe en optique guidée avec des résultats cohérents avec ceux obtenus en transmission. La mobilité des cristaux liquides dans un réseau de  $350\text{nm}$  de période (c'est à dire un sillon de  $200\text{nm}$  de large) et de  $150\text{nm}$  de hauteur a ainsi été confirmée.

Mais ces travaux ont également mis en avant l'effet que peut avoir la présence d'un revêtement en cristal liquide sur la propagation d'un mode guidé. Il semblerait en effet que la proximité des cristaux liquides, pouvant avoir des défauts d'alignement, soient à l'origine de pertes de propagation significatives. Or la minimisation des pertes d'intensité lors de la propagation de la lumière, dépendant également du matériau utilisé pour le cœur de guide, est primordiale en vue du système final car elles déterminent le contraste d'intensité ainsi que le nombre maximal de pixels pouvant être adressés ou encore la taille limite de la ligne d'adressage.

La réalisation de guides d'onde par voie sol-gel s'est révélée prometteuse de par la facilité de mise en œuvre et le contrôle précis de l'épaisseur ou de l'indice de réfraction des matériaux réalisés. La possibilité d'incorporer des fonctions dans les couches déposées peut également s'avérer intéressante, pour l'intégration de coupleurs ou la structuration de guides d'ondes linéaires par exemple.

Deux procédés technologiques ont été utilisés pour former des réseaux de diffraction. Si la photolithographie par projection a clairement montré des limites pour obtenir des structures sub-micrométriques, la nano-impression à partir de moules obtenus par lithographie électronique a permis d'obtenir des structures nanométriques de manière reproductible. Cette dernière technologie, potentiellement moins coûteuse que la précédente, paraît donc prometteuse et suscite l'intérêt de nombreuses industries du semi-conducteur pour la développer à l'échelle industrielle. La photolithographie au stepper n'est toutefois pas à mettre de côté, car son utilisation avec des faibles longueurs d'onde d'insolation permet d'obtenir des résolutions bien plus fines que le matériel présent au LAAS. De plus, son efficacité en production n'est plus à prouver.

Les perspectives et évolutions de ces travaux sont nombreuses. Un des aspects importants semble être la caractérisation et la minimisation des pertes de l'ensemble du système, c'est-à-dire du guide d'onde avec une gaine en cristal liquide. L'alignement des molécules sur le guide d'onde est à optimiser en priorité afin de ne pas ajouter des pertes de propagation par diffusion aux pertes liées au guide seul. Tout dépend ensuite des objectifs et de la taille de l'afficheur à réaliser car les pertes intrinsèques actuelles, estimées à  $2\text{dB/cm}$  avec un guide d'onde en  $\text{TiO}_2$  sol-gel, sont acceptables pour adresser une ligne de quelques millimètres mais beaucoup trop élevées au-delà du centimètre.

Afin de minimiser l'énergie consommée par le dispositif mais aussi d'optimiser l'état OFF, il serait préférable de mettre en œuvre un système en général non diffractant, activant l'extraction de lumière lors de l'application d'un champ électrique. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser le mode TM, voire le mode TE avec une structure dont l'indice de réfraction correspond à l'indice extraordinaire des cristaux liquides.

Afin de se rapprocher du dispositif final, l'utilisation de guides d'ondes linéaires sur verres courbes est à développer. Des tests sont actuellement effectués pour vérifier l'adaptation de la lithographie par nano-impression à ce type de substrat. La question d'une injection de lumière efficace et compacte, avec un laser à fibre dirigé vers un réseau de couplage par exemple, mérite également d'être étudiée. Enfin, la réalisation de plusieurs réseaux sur un même guide pour démontrer la capacité à les activer de manière indépendante est essentielle. Une structuration des électrodes est pour cela nécessaire.

Pour aller plus loin, la possibilité de piloter optiquement la diffraction en associant les cristaux liquides avec des molécules azobenzènes est une voie à approfondir. Les caractérisations menées ont montré que les limites dues aux couches d'ancrage n'apparaissent plus avec ce type de matériaux. En revanche, la vitesse de commutation est à améliorer en travaillant sur le matériau, voire sur la forme de la structure. On peut par exemple s'attendre à ce qu'un faible facteur de remplissage (c'est-à-dire avec des cuves très fines) accélère le processus en diminuant le nombre de molécules à commuter.



# Bibliographie

- [1] Steven K. Feiner Tobias H. Hollerer. *Mobile augmented reality. Telegeoinformatics: Location-Based Computing and Services*. Taylor and Francis Books Ltd., 2004.
- [2] A. Genco and S. Sorce. *Pervasive Systems and Ubiquitous Computing*. WIT Press, 1st edition, 2010.
- [3] <http://www.glassappsource.com/smart-glasses-list>, 2018.
- [4] <http://socialcompare.com/fr/comparison/augmented-reality-sdks>, 2018.
- [5] Oliver Bimber and Ramesh Raskar. *Spatial Augmented Reality: Merging Real and Virtual Worlds*. A. K. Peters, Ltd., Natick, MA, USA, 2005.
- [6] Julie Carmigniani, Borko Furht, Marco Anisetti, Paolo Ceravolo, Ernesto Damiani, and Misa Ivkovic. Augmented reality technologies, systems and applications. *Multimedia Tools and Applications*, 51(1):341–377, Jan 2011.
- [7] D. W. F. (Rick) van Krevelen and Ronald Poelman. A survey of augmented reality technologies, applications and limitations. *International Journal of Virtual Reality*, 9(2):1–20, Jun 2010.
- [8] <https://www.microsoft.com/en-us/hololens>, 2018.
- [9] <https://atheerair.com/>, 2018.
- [10] <http://www.laster.fr/>, 2018.
- [11] <http://www.canon.com/technology/future/mixedreality.html>, 2018.
- [12] <http://www.kopin.com/home/default.aspx>, 2018.
- [13] <https://www3.lenovo.com/us/en/arvr>, 2018.
- [14] <http://www.metavision.com/>, 2018.
- [15] <https://www.osterhoutgroup.com/>, 2018.
- [16] <http://www.augmentedrealitytrends.com/augmented-reality/senth-in1.html>, 2018.
- [17] <https://mashable.com/2013/04/09/infographic-google-glass/>, 2018.
- [18] <https://www.magicleap.com/>, 2018.
- [19] <http://www.optinvent.com/>, 2018.
- [20] <https://lumusvision.com/>, 2018.
- [21] <https://www.vuzix.com/>, 2018.
- [22] <https://epson.com/moverio-augmented-reality>, 2018.
- [23] <https://developer.sonymobile.com/products/smarteyeglass/>, 2018.
- [24] Bernard Kress. See through optical architectures for wearable displays. *Imaging and Applied Optics*, JTU1A.1, 2014.
- [25] <https://www.slideshare.net/marknb00/awe-2014-the-glass-class-designing-wearable-interfaces>, 2018.
- [26] <https://www.forbes.com/sites/quora/2017/01/09/how-do-augmented-reality-displays-work/>, 2018.
- [27] <http://www.emacula.io/home/invest>, 2018.
- [28] <https://www.cnet.com/news/augmented-reality-contact-lenses-to-be-human-ready-at-ces/>, 2018.
- [29] <https://www.roadtovr.com/innovega-ioptik-contact-lenses-augmented-reality/>, 2018.
- [30] <https://www.tomsguide.com/us/best-ar-glasses,review-2804.html>, 2018.

## Bibliographie

- [31] [http://www.huffingtonpost.fr/2016/02/25/realite-virtuelle-augmentee-magic-leap-hololens-meta-2\\_n\\_9299518.html](http://www.huffingtonpost.fr/2016/02/25/realite-virtuelle-augmentee-magic-leap-hololens-meta-2_n_9299518.html), 2018.
- [32] <https://laforgeoptical.com/collections/launch-edition>, 2018.
- [33] <https://www.usine-digitale.fr/article/les-lunettes-connectees-ultra-discretes-d-intel-des-google-glass-en-mieux.n647853>, 2018.
- [34] <http://www.techno-science.net/forum/viewtopic.php?t=316>, 2017.
- [35] <http://quebec-inside.blogspot.fr/2010/08/les-principales-technologies-d-plats.html>, 2017.
- [36] [http://stidditec.free.fr/transv/tp\\_stegano/index.html?lescrans.html](http://stidditec.free.fr/transv/tp_stegano/index.html?lescrans.html), 2018.
- [37] <http://www.lgdisplay.com/eng/product/technology/flexibledisplay>, 2018.
- [38] <http://www.businesswire.com/news/home/20150609006775/en/samsung-display-introduces-mirror-transparent-oled-display>, 2018.
- [39] <http://www.planar.com/products/transparent-displays/>, 2018.
- [40] <http://www.businesswire.com/news/home/20151105005455/en/3637818/planar-demonstrates-market-leadership-innovation-breakthrough-planar>, 2018.
- [41] [http://fr.ubergizmo.com/2016/10/05/panasonic-ecran-television-invisible.html?inf\\_by=5a7dbeab681db83b018b4c4f](http://fr.ubergizmo.com/2016/10/05/panasonic-ecran-television-invisible.html?inf_by=5a7dbeab681db83b018b4c4f), 2018.
- [42] <https://www.lesnumeriques.com/tv-teliviseur/ifa-2016-tv-transparent-55-25-000-euros-dispo-en-2019-n55361.html>, 2018.
- [43] Klaus Ellmer. Past achievements and future challenges in the development of optically transparent electrodes. *Nature Photonics*, 6:809–817, Nov 2012.
- [44] Tadatsugu Minami. Transparent conducting oxide semiconductors for transparent electrodes. *Semiconductor Science and Technology*, 20:35–44, 2005.
- [45] M. Katayama. Tft-lcd technology. *Thin Solid Films*, 341(1):140 – 147, 1999.
- [46] Jae Kyeong Jeong, Jong Han Jeong, Hui Won Yang, Tae Kyung Ahn, Minkyu Kim, Kwang Suk Kim, Bon Seog Gu, Hyun-Joong Chung, Jin-Seong Park, Yeon-Gon Mo, Hye Dong Kim, and Ho Kyoong Chung. 12.1-in. wxga amoled display driven by ingazno thin-film transistors. *Journal of the Society for Information Display*, 17(2):95–100, 2009.
- [47] Jin-Seong Park, Tae-Woong Kim, Denis Stryakhilev, Jae-Sup Lee, Sung-Guk An, Yong-Shin Pyo, Dong-Bum Lee, Yeon Gon Mo, Dong-Un Jin, and Ho Kyoong Chung. Flexible full color organic light-emitting diode display on polyimide plastic substrate driven by amorphous indium gallium zinc oxide thin-film transistors. *Applied Physics Letters*, 95(1):013503, 2009.
- [48] Ho-Nyun Lee, Jaewoo Kyung, Myeon-Chang Sung, Do Youl Kim, Sun Kil Kang, Seong-Joong Kim, Chang Nam Kim, Hong-Gyu Kim, and Sung-Tae Kim. Oxide tft with multilayer gate insulator for backplane of amoled device. *Journal of the Society for Information Display*, 16(2):265–272, 2008.
- [49] <http://androidfran.ru/autre/caractristiques/17684-technologie-d-affichage-a-expliqua-a-si-ltps-igzo.html>.
- [50] Je-hun Lee, Do-hyun Kim, Dong-ju Yang, Sun-young Hong, Kap-soo Yoon, Pil-soon Hong, Chang-oh Jeong, Hong-Sik Park, Shi Yul Kim, Soon Kwon Lim, Sang Soo Kim, Kyoung-seok Son, Tae-sang Kim, Jang-yeon Kwon, and Sang-yoon Lee. 42.2: World’s largest (15-inch) xga amlcd panel using igzo oxide tft. *SID Symposium Digest of Technical Papers*, 39(1):625–628, 2008.
- [51] Sang-Hee K. Park, Chi-Sun Hwang, Minki Ryu, Shinhyuk Yang, Chunwon Byun, Jaeheon Shin, Jeong-ik Lee, Kimoon Lee, Min Suk Oh, and Seongil Im. Transparent and photo-stable zno thin-film transistors to drive an active matrix organic-light-emitting-diode display panel. *Advanced Materials*, 21(6):678–682, 2009.

## Bibliographie

- [52] Junzhong Liang and David R. Williams. Aberrations and retinal image quality of the normal human eye. *Journal of the Optical Society of America A, Optics and Image Science*, 14(11):2873–2883, Nov 1997.
- [53] J.C He, S.A Burns, and S Marcos. Monochromatic aberrations in the accommodated human eye. *Vision Research*, 40(1):41 – 48, 2000.
- [54] José Francisco Castejon-Mochon, Norberto Lopez-Gil, Antonio Benito, and Pablo Artal. Ocular wave-front aberration statistics in a normal young population. *Vision Research*, 42(13):1611 – 1617, 2002.
- [55] <http://www.deepoptics.com/>, 2018.
- [56] <http://www.hamamatsu.com/jp/en/4015.html>, 2018.  
[https://www.hamamatsu.com/resources/pdf/ssd/e12\\_handbook\\_lcos\\_slm.pdf](https://www.hamamatsu.com/resources/pdf/ssd/e12_handbook_lcos_slm.pdf), 2018.
- [57] Daping Chu Pawan Kumar Shrestha, Young Tea Chun. A high-resolution optically addressed spatial light modulator based on zno nanoparticles. *Light: Science & Applications*, 2015.
- [58] Ken Yuh Hsu Vera Marinova, Shiuan Huei Lin. Electro-optically and all-optically addressed spatial light modulator devices based on organic-inorganic hybrid structures. *Proc.SPIE*, 10022:1–6, 2016.
- [59] Miri Gelbaor Kirzhner, Matvey Klebanov, Victor Lyubin, Neil Collings, and I. Abdulhalim. Liquid crystal high-resolution optically addressed spatial light modulator using a nanodimensional chalcogenide photosensor. *Optics Letters*, 39(7):2048–2051, Apr 2014.
- [60] <https://holoeve.com/spatial-light-modulators/lc-2012-spatial-light-modulator/>, 2018.
- [61] <https://www.slashgear.com/nvidia-cooks-up-truly-immersive-ar-wearable-06340059/>, 2018.
- [62] <http://pinlights.info/>, 2018.
- [63] <http://www.extremetech.com/computing/187649-unc-research-team-collaborates-with-nvidia-on-augmented-reality-breakthrough>, 2018.
- [64] Andrew Maimone, Douglas Lanman, Kishore Rathinavel, Kurtis Keller, David Luebke, and Henry Fuchs. Pinlight displays: Wide field of view augmented reality eyeglasses using defocused point light sources. *ACM Trans. Graph.*, 33(4):89:1–89:11, Jul 2014.
- [65] Tran T. Vo S. Fiorentino M. Brug J. Beausoleil RG. Fattal D., Peng Z. A multi-directional backlight for a wide-angle, glasses-free three-dimensional display. *Nature*, 495(7441):348–51, Mar 2013.
- [66] Neil A. Dodgson. Autostereoscopic 3d displays. *Computer*, 38(8):31–36, Aug 2005.
- [67] G. Gibson and D.A. Fattal. Grating-based light modulation employing a liquid crystal, march 2016. US Patent App. 14/892,556.
- [68] Romain Laberdesque. Etude des propriétés spectrales et spatiales de réflecteurs et coupleurs résonants. Master’s thesis, Génie électrique, électronique et télécommunications, 2016.
- [69] B Beche, N Pelletier, E Gaviot, and J Zyss. Single-mode TE-TM optical waveguides on su-8 polymer. *Optics Communications*, 230(1):91 – 94, 2004.
- [70] <http://www.kloe.fr/equipement/fr/gamme-materiaux>, 2018.
- [71] C. Biver F; Deliane P. Etienne M. Llosa JP Cano, J. Ballet. Method for preparing a photocrosslinkable composition, Nov 2009.
- [72] <http://www.kloe.fr/equipement/en/dilase-250>, 2018.
- [73] S. Ura, J. Inoue, and K. Kintaka. Recent research progress on cavity-resonator-integrated guided-mode resonance devices. In *2014 16th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*, pages 1–4, July 2014.

## Bibliographie

- [74] Ksenia Sharshavina. Nouveaux concepts de filtres spectraux ultra-sélectifs pour spectroscopie embarquée. Master's thesis, Génie électrique, électronique et télécommunications, 2016.
- [75] Stephen Y. Chou, Peter R. Krauss, and Preston J. Renstrom. Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers. *Applied Physics Letters*, 67(21):3114–3116, 1995.
- [76] M. Bender, M. Otto, B. Hadam, B. Vratzov, B. Spangenberg, and H. Kurz. Fabrication of nanostructures using a uv-based imprint technique. *Microelectronic Engineering*, 53(1):233 – 236, 2000.
- [77] H. Schulz, D. Lyebiedyev, H.-C. Scheer, K. Pfeiffer, G. Bleidiessel, G. Grutzner, and J. Ahopelto. Master replication into thermosetting polymers for nanoimprinting. *Journal of Vacuum Science*, 18(6):3582–3585, 2000.
- [78] <https://www.zeonex.com/displays-touch-sensors.aspx.html>.
- [79] Sylvain Augé. Lithographie par nanoimpression pour la fabrication de filtres à réseaux résonants en cavité. Master's thesis, Génie électrique, électronique et télécommunications, Dec 2017.
- [80] [https://www.toshiba.co.jp/about/press/2015\\_02/pr0501.htm](https://www.toshiba.co.jp/about/press/2015_02/pr0501.htm), 2018.
- [81] <http://www.canon.com/technology/future/nanoimprint-lithography.html>, 2018.
- [82] Changshun Wang, Haosheng Fei, Yanqiang Yang, Zhenqian Wei, Yong Qiu, and Yongmei Chen. Photoinduced anisotropy and polarization holography in azobenzene side-chain polymer. *Optics Communications*, 159(1):58 – 62, 1999.
- [83] T. Hofler, T. Griebler, X. Gstrein, G. Trimmel, G. Jakopic, and W. Kern. Uv reactive polymers for refractive index modulation based on the photo-fries rearrangement. *Polymer*, 48(7):1930 – 1939, 2007.
- [84] Chigrinov Vladimir Blinov, L.M. *Electrooptic Effects in Liquid Crystal Material*. Springer-Verlag New York, 1994.
- [85] Shin-Tson Wu Deng-Ke Yang. *Fundamentals of liquid crystal devices*. John Wiley & Sons, 2015.
- [86] Pieranski Pawel Oswald Patrick. *Les cristaux liquides, concepts et propriétés physiques illustrés par des expériences*. Gordon and Breach Publishers, 2000.
- [87] Johan Hoogboom, Theo Rasing, Alan E. Rowan, and Roeland J. M. Nolte. LCD alignment layers. controlling nematic domain properties. *Journal of Materials Chemistry*, 16(14):1305–1314, 2006.
- [88] Toralf Scharf. *Polarized Light in Liquid Crystals and Polymers*. Wiley-Interscience, 2007.
- [89] M O'Neill and S M Kelly. Photoinduced surface alignment for liquid crystal displays. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 33(10):R67, 2000.
- [90] Da-Ren Chiou and Li-Jen Chen. Pretilt angle of a nematic liquid crystal on microgrooved silica surfaces continuously manipulated by the surface hydrophobicity. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(22):9797–9803, Jun 2009.
- [91] V. Freedericksz and V. Zolina. Forces causing the orientation of an anisotropic liquid. *Transactions of the Faraday Society*, 29:919–930, 1933.
- [92] Dae-Shik Seo, Shunsuke Kobayashi, Dou-Yol Kang, and Hiroshi Yokoyama. Effects of rubbing and temperature dependence of polar anchoring strength of homogeneously aligned nematic liquid crystal on polyimide langmuir-blodgett orientation films. *Japanese Journal of Applied Physics*, 34(7R):3607, 1995.
- [93] Dae-Shik Seo and Shunsuke Kobayashi. Effect of high pretilt angle for anchoring strength in nematic liquid crystal on rubbed polyimide surface containing trifluoromethyl moieties. *Applied Physics Letters*, 66(10):1202–1204, 1995.

## Bibliographie

- [94] P. Martinot-Lagarde and I. N. Dozov. The Binem display: a nematic bistable device switched by surface anchoring breaking. In L.-C. Chien, editor, *Liquid Crystal Materials, Devices, and Applications IX*, 50(3):25 – 34, April 2003.
- [95] Tomiki Ikeda Yue Zhao. *Smart Light–Responsive Materials: Azobenzene–Containing Polymers and Liquid Crystals*. John Wiley & Sons, 2009.
- [96] Iam Choon Khoo. Nonlinear optics, active plasmonics and metamaterials with liquid crystals. *Progress in Quantum Electronics*, 38(2):77 – 117, 2014.
- [97] A. d’Alessandro R. Asquini. Tunable photonic devices based on liquid crystals and composites. *Proc.SPIE*, 8828, 2013.
- [98] A. Sharon, D. Rosenblatt, A. A. Friesem, H. G. Weber, H. Engel, and R. Steingrueber. Light modulation with resonant grating–waveguide structures. *Optics Letters*, 21(19):1564–1566, Oct 1996.
- [99] A. S. P. Chang, H. Tan, S. Bai, W. Wu, Z. Yu, and S. Y. Chou. Tunable external cavity laser with a liquid-crystal subwavelength resonant grating filter as wavelength-selective mirror. *IEEE Photonics Technology Letters*, 19(14):1099–1101, July 2007.
- [100] M. W. Maeda, J. S. Patel, C. Lin, J. Horrobin, and R. Spicer. Electronically tunable liquid-crystal-etalon filter for high-density wdm systems. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2(11):820–822, Nov 1990.
- [101] Marc Aprahamian Mounir Bouhifd, Maurice P. Whelan. Fluorescence imaging spectroscopy utilising acousto-optic tuneable filters. *Proc.SPIE*, 5826:185, 2005.
- [102] Jeffrey A. Davis, Shawn W. Connely, Glenn W. Bach, Roger A. Lilly, and Don M. Cottrell. Programmable optical interconnections with large fan-out capability using the magneto-optic spatial light modulator. *Optics Letters*, 14(1):102–104, Jan 1989.
- [103] P. F. McManamon, P. J. Bos, M. J. Escuti, J. Heikenfeld, S. Serati, H. Xie, and E. A. Watson. A review of phased array steering for narrow-band electrooptical systems. *Proceedings of the IEEE*, 97(6):1078–1096, June 2009.
- [104] Haiwei Chen, Yishi Weng, Daming Xu, Nelson V. Tabiryan, and Shin-Tson Wu. Beam steering for virtual/augmented reality displays with a cycloidal diffractive waveplate. *Optics Express*, 24(7):7287–7298, Apr 2016.
- [105] Jihwan Kim, Chulwoo Oh, Steve Serati, and Michael J. Escuti. Wide-angle, nonmechanical beam steering with high throughput utilizing polarization gratings. *Applied Optics*, 50(17):2636–2639, Jun 2011.
- [106] R. G. Lindquist, J. H. Kulick, G. P. Nordin, J. M. Jarem, S. T. Kowel, M. Friends, and T. M. Leslie. High-resolution liquid-crystal phase grating formed by fringing fields from interdigitated electrodes. *Optics Letters*, 19(9):670–672, May 1994.
- [107] Ichiro Fujieda. Liquid-crystal phase grating based on in-plane switching. *Applied Optics*, 40(34):6252–6259, Dec 2001.
- [108] Ichiro Fujieda, Osamu Mikami, and Atsushi Ozawa. Active optical interconnect based on liquid-crystal grating. *Applied Optics*, 42(8):1520–1525, Mar 2003.
- [109] F. Fan, A. K. Srivastava, V. G. Chigrinov, and H. S. Kwok. Switchable liquid crystal grating with sub millisecond response. *Applied Physics Letters*, 100(11):111105, 2012.
- [110] Haiwei Chen, Guanjun Tan, Yuge Huang, Yishi Weng, Tae-Hoon Choi, Tae-Hoon Yoon, and Shin-Tson Wu. A low voltage liquid crystal phase grating with switchable diffraction angles. *Nature*, 7:39923, 2017.

## Bibliographie

- [111] I. Drevensek-Olenik, M. E. Sousa, G. P. Crawford, and M. Copic. Optical diffraction gratings from polymer-dispersed liquid crystals switched by interdigitated electrodes. *Journal of Applied Physics*, 96(11):6207–6212, 2004.
- [112] Jin Yan, Yan Li, and Shin-Tson Wu. High-efficiency and fast-response tunable phase grating using a blue phase liquid crystal. *Optics Letters*, 36(8):1404–1406, Apr 2011.
- [113] Liang Gao, Zhe-Zhe Zheng, Ji-Liang Zhu, Wen-Ming Han, and Yu-Bao Sun. Dual-period tunable phase grating based on a single in-plane switching. *Optics Letters*, 41(16):3775–3778, Aug 2016.
- [114] D. Subacius, S. V. Shiyonovskii, Ph. Bos, and O. D. Lavrentovich. Cholesteric gratings with field-controlled period. *Applied Physics Letters*, 71(23):3323–3325, 1997.
- [115] D. Subacius, P. J. Bos, and O. D. Lavrentovich. Switchable diffractive cholesteric gratings. *Applied Physics Letters*, 71(10):1350, 1997.
- [116] Jin-Jei Wu, Fu-Chen Chen, Yeong-Shiun Wu, and Shu-Hsia Chen. Phase gratings in pretilted homeotropic cholesteric liquid crystal films. *Japanese Journal of Applied Physics*, 41(10R):6108, 2002.
- [117] B. I. Senyuk, I. I. Smalyukh, and O. D. Lavrentovich. Switchable two-dimensional gratings based on field-induced layer undulations in cholesteric liquid crystals. *Optics Letters*, 30(4):349–351, Feb 2005.
- [118] Stephen M. Morris, Damian J. Gardiner, Flynn Castles, Philip J. W. Hands, Timothy D. Wilkinson, and Harry J. Coles. Fast-switching phase gratings using in-plane addressed short-pitch polymer stabilized chiral nematic liquid crystals. *Applied Physics Letters*, 99(25):253502, 2011.
- [119] Igor Gvozдовskyy, Oleg Yaroshchuk, Marina Serbina, and Rumiko Yamaguchi. Photoinduced helical inversion in cholesteric liquid crystal cells with homeotropic anchoring. *Optics Express*, 20(4):3499–3508, Feb 2012.
- [120] Alexander Ryabchun, Alexey Bobrovsky, Joachim Stumpe, and Valery Shibaev. Rotatable diffraction gratings based on cholesteric liquid crystals with phototunable helix pitch. *Advanced Optical Materials*, 3(9):1273–1279, 2015.
- [121] Elena Ramos George W. Smith Nuno Yaz James L. Kohler Charles R. Allison John D. Margerum, Anna M. Lackner. Polymer dispersed liquid crystal film devices, 1990.
- [122] Akifumi Ogiwara, Department of Electronic Engineering, and Kobe City College of Technology. Effects of anisotropic diffractions on holographic polymer-dispersed liquid-crystal gratings. *Optical Society of America*, 2011.
- [123] Shing-Trong Wu and Andy Ying-Guey Fuh. Two-dimensional diffraction grating based on polymer-dispersed liquid crystals. *Japanese Journal of Applied Physics*, 43(10R):7077, 2004.
- [124] K Pavani, I Naydenova, J Raghavendra, S Martin, and V Toal. Electro-optical switching of the holographic polymer-dispersed liquid crystal diffraction gratings. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 11(2):23–24, 2009.
- [125] Augustine Urbas, Vincent Tondiglia, Lalgudi Natarajan, Richard Sutherland, Haiping Yu, J.-H. Li, and Timothy Bunning. Optically switchable liquid crystal photonic structures. *Journal of the American Chemical Society*, 126(42):13580–13581, 2004. PMID: 15493891.
- [126] Roberto Caputo, Luciano De Sio, Alessandro Veltri, Cesare Umeton, and Andrey V. Sukhov. Development of a new kind of switchable holographic grating made of liquid-crystal films separated by slices of polymeric material. *Optics Letters*, 29(11):1261–1263, Jun 2004.
- [127] Alessandro Veltri Audrey Sukhov Nelson Tabiryan Robert Caputo, Cesare Umeton. Holographic diffraction grating, process for its preparation and opto-electronic devices incorporating it, 2004.

## Bibliographie

- [128] Yi-Ting Lin, Hung-Chang Jau, and Tsung-Hsien Lin. Polarization-independent rapidly responding phase grating based on hybrid blue phase liquid crystal. *Journal of Applied Physics*, 113(6):063103, 2013.
- [129] R Caputo, A De Luca, L De Sio, L Pezzi, G Strangi, C Umeton, A Veltri, R Asquini, A Alessandro, D Donisi, R Beccherelli, A V Sukhov, and N V Tabiryan. Polycrystals: a liquid crystal composed nano/microstructure with a wide range of optical and electro-optical applications. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 11(2):024017, 2009.
- [130] Kangni Wang, Jihong Zheng, Feiyue Lu, Hui Gao, Aswin Palanisamy, and Songlin Zhuang. Varied-line-spacing switchable holographic grating using polymer-dispersed liquid crystal. *Applied Optics*, 55(18):4952–4957, Jun 2016.
- [131] Bing Wen, Rolfe G. Petschek, and Charles Rosenblatt. Nematic liquid-crystal polarization gratings by modification of surface alignment. *Applied Optics*, 41(7):1246–1250, Mar 2002.
- [132] Valeri Kapoustine, Anna Kazakevitch, Vincent So, and Robin Tam. Simple method of formation of switchable liquid crystal gratings by introducing periodic photoalignment pattern into liquid crystal cell. *Optics Communications*, 266(1):1 – 5, 2006.
- [133] A. A. Kazak, A. L. Tolstik, and E. A. Mel'nikova. Controlled diffraction liquid-crystal structures with a photoalignment polymer. *Technical Physics Letters*, 34(10):861–863, Oct 2008.
- [134] Hiroshi Ono, Shinji Oikawa, and Nobuhiro Kawatsuki. Effects of anchoring strength on diffraction properties of liquid crystal phase gratings formed on photoalignment polymer films. *Journal of Applied Physics*, 101(12):123523, 2007.
- [135] Wei Hu, Abhishek Srivastava, Fei Xu, Jia-Tong Sun, Xiao-Wen Lin, Hong-Qing Cui, Vladimir Chigrinov, and Yan-Qing Lu. Liquid crystal gratings based on alternate tn and pa photoalignment. *Optics Express*, 20(5):5384–5391, Feb 2012.
- [136] Egor Andreevich Shteyner, Abhishek Kumar Srivastava, Vladimir Grigorievich Chigrinov, Hoi-Sing Kwok, and Alexander Diomidovich Afanasyev. Submicron-scale liquid crystal photo-alignment. *Soft Matter*, 9:5160-5165, 2013.
- [137] Xuemin Lu, Fuk Kay Lee, Ping Sheng, H. S. Kwok, V. Chigrinov, and Ophelia K. C. Tsui. Substrate patterning for liquid crystal alignment by optical interference. *Applied Physics Letters*, 88(24):243508, 2006.
- [138] Wei Hu, Abhishek Kumar Srivastava, Xiao-Wen Lin, Xiao Liang, Zi-Jian Wu, Jia-Tong Sun, Ge Zhu, Vladimir Chigrinov, and Yan-Qing Lu. Polarization independent liquid crystal gratings based on orthogonal photoalignments. *Applied Physics Letters*, 100(11):111-116, 2012.
- [139] L. Wang V. G. Chigrinov J. Sun, A. K. Srivastava and H. S. Kwok. Optically tunable and rewritable diffraction grating with photoaligned liquid crystals. *Optics Letters*, 2013.
- [140] Xiao-Qian Wang, Abhishek Kumar Srivastava, Fan Fan, Zhi gang Zheng, Dong Shen, Vladimir Grigorievich Chigrinov, and Hoi-Sing Kwok. Electrically/optically tunable photo-aligned hybrid nematic liquid crystal dammann grating. *Optics Letters*, 41(24):5668–5671, Dec 2016.
- [141] Hua Tan, Allan Chang, Wei Wu, Zhaoning Yu, Shufeng Bai, and Stephen Chou. A tunable subwavelength resonant grating optical filter. *Lasers and Electro-Optics Society*, 2:825–826, 12 2002.
- [142] Allan S. P. Chang, Keith J. Morton, Hua Tan, Patrick F. Murphy, Wei Wu, and Stephen Y. Chou. Tunable liquid crystal-resonant grating filter fabricated by nanoimprint lithography. *IEEE Photonics Technology Letters*, 19(19):1457–1459, Oct 2007.
- [143] Chun-Ta Wang, Hao-Hsiang Hou, Ping-Chien Chang, Cheng-Chang Li, Hung-Chang Jau, Yung-Jr Hung, and Tsung-Hsien Lin. Full-color reflectance-tunable filter based on liquid crystal cladded guided-mode resonant grating. *Optics Express*, 24(20):22892–22898, Oct 2016.

- [144] Jargen Sautter, Isabelle Staude, Manuel Decker, Evgenia Rusak, Dragomir N. Neshev, Igal Brener, and Yuri S. Kivshar. Active tuning of all-dielectric metasurfaces. *ACS Nano*, 9(4):4308–4315, 2015. PMID: 25748581.
- [145] Andrei Komar, Zheng Fang, Justus Bohn, Jargen Sautter, Manuel Decker, Andrey Miroshnichenko, Thomas Pertsch, Igal Brener, Yuri S. Kivshar, Isabelle Staude, and Dragomir N. Neshev. Electrically tunable all-dielectric optical metasurfaces based on liquid crystals. *Applied Physics Letters*, 110(7):071109, 2017.
- [146] Qi Wang, Dawei Zhang, Yuanshen Huang, Zhengji Ni, Jiabi Chen, Yangwan Zhong, and Songlin Zhuang. Type of tunable guided-mode resonance filter based on electro-optic characteristic of polymer-dispersed liquid crystal. *Optics Letters*, 35(8):1236–1238, Apr 2010.
- [147] Banglian Xu, Dawei Zhang, Yuanshen Huang, Qi Wang, Baicheng li, and Dao Hua Zhang. Real-time angular sensitivity compensation of guided-mode resonance filter. *IEEE Photonics Technology Letters*, 26:231–234, Feb 2014.
- [148] Chun-Ta Wang, Yuan-Cheng Li, Jui-Hao Yu, Cheng Yu Wang, Chih-Wei Tseng, Hung-Chang Jau, Yung-Jui Chen, and Tsung-Hsien Lin. Electrically tunable high q-factor micro-ring resonator based on blue phase liquid crystal cladding. *Optics Express*, 22(15):17776–17781, Jul 2014.
- [149] Joanna Ptasiński, Sung W. Kim, Lin Pang, Iam-Choon Khoo, and Yeshaiah Fainman. Optical tuning of silicon photonic structures with nematic liquid crystal claddings. *Optics Letters*, 38(12):2008–2010, Jun 2013.
- [150] <http://www.scilab.org/>.
- [151] Dong-Po Cai, Shan-Chi Nien, Hua-Kung Chiu, Chii-Chang Chen, and Chien-Chieh Lee. Electrically tunable liquid crystal waveguide attenuators. *Optics Express*, 19(12):11890–11896, Jun 2011.
- [152] Alexander Minovich, James Farnell, Dragomir N. Neshev, Ian McKerracher, Fouad Karouta, Jie Tian, David A. Powell, Ilya V. Shadrivov, Hark Hoe Tan, Chennupati Jagadish, and Yuri S. Kivshar. Liquid crystal based nonlinear fishnet metamaterials. *Applied Physics Letters*, 100(12):113–121, 2012.
- [153] Minoru Nakamura. Alignment of nematic liquid crystals on ruled grating surfaces. *Journal of Applied Physics*, 52(1):210, 1981.
- [154] M. Behdani, S. H. Keshmiri, S. Soria, M. A. Bader, J. Ihlemann, G. Marowsky, and Th. Rasing. Alignment of liquid crystals with periodic submicron structures ablated in polymeric and indium tin oxide surfaces. *Applied Physics Letters*, 82(16):2553–2555, 2003.
- [155] Min Ju Park and O Ok Park. Alignment of liquid crystals on a topographically nano-patterned polymer surface prepared by a soft-imprint technique. *Microelectronic Engineering*, 85(11):2261–2265, Nov 2008.
- [156] Christopher Gear, Kenneth Diest, Vladimir Liberman, and Mordechai Rothschild. Engineered liquid crystal anchoring energies with nanopatterned surfaces. *Optics Express*, 23(2):807, Jan 2015.
- [157] Victor Liu and Shanhui Fan. S4: A free electromagnetic solver for layered periodic structures. *Computer Physics Communications*, 183(10):2233 – 2244, 2012.
- [158] Jun Li, Shin-Tson Wu, Stefano Brugioni, Riccardo Meucci, and Sandro Faetti. Infrared refractive indices of liquid crystals. *Journal of Applied Physics*, 97(7):073501, 2005.
- [159] Remy Bossuyt. Etude et conception de microstructures complexes pour la réalisation de systèmes optiques à destination de la correction ophtalmique. Master’s thesis, Génie électrique, électronique et télécommunications, 2012.
- [160] <http://www.nanoworld.com/tapping-mode-afm-tip-arrow-nc>, 2018.
- [161] <http://www.nanoworld.com/pointprobe-high-aspect-ratio-afm-tip-ar5t-nchr>, 2018.

## Bibliographie

- [162] <https://refractiveindex.info/?shelf=other&book=in2o3-sno2&page=konig-ema>, 2018.
- [163] Tobias A F Konig, Petr A Ledin, Justin Kerszulis, Mahmoud A Mahmoud, Mostafa A El-Sayed, John R Reynolds, and Vladimir V Tsukruk. Electrically tunable plasmonic behavior of nanocube-polymer nanomaterials induced by a redox-active electrochromic polymer. *ACS nano*, 8(6):6182–6192, June 2014.
- [164] Robert J. Moerland and Jacob P. Hoogenboom. Subnanometer-accuracy optical distance ruler based on fluorescence quenching by transparent conductors. *Optica*, 3(2):112–117, Feb 2016.
- [165] Jean-Pierre Jolivet. *De la solution à l'oxyde : Chimie aqueuse des cations métalliques - Synthèse de nanostructures*. EDP Sciences, Mar 2016.
- [166] Jacques Livage Jean-Pierre Jolivet, Marc Henry. *De la solution à l'oxyde : Condensation des cations en solution aqueuse; Chimie de surface des oxydes*. EDP Sciences, 1994.
- [167] Werner Stober, Arthur Fink, and Ernst Bohn. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. *Journal of Colloid and Interface Science*, 26(1):62 – 69, 1968.
- [168] F. Guillemot, A. Brunet-Bruneau, E. Bourgeat-Lami, T. Gacoin, E. Barthel, and J.-P. Boilot. Latex-templated silica films: Tailoring porosity to get a stable low-refractive index. *Chemistry of Materials*, 22(9):2822–2828, May 2010.
- [169] Mélanie Bedu, Gabriel Sagarzazu, Thierry Gacoin, Pierre Audebert, Claude Weisbuch, and Lucio Martinelli. Sol-gel planar waveguides for improved fluorescence microarrays. *Thin Solid Films*, 518(15):4450 – 4457, 2010.
- [170] Mélanie Bedu. Développement de guides d'ondes planaires de tio2 optiquement actifs pour biopuces à ondes évanescentes. Master's thesis, Ecole normale supérieure de Cachan, 2009.
- [171] <https://www.filmetrics.com/refractive-index-database>, 2018.
- [172] [http://www.horiba.com/fileadmin/uploads/scientific/downloads/opticalschooll\\_cn/tn/ellipsometer/new\\_amorphous\\_dispersion\\_formula.pdf](http://www.horiba.com/fileadmin/uploads/scientific/downloads/opticalschooll_cn/tn/ellipsometer/new_amorphous_dispersion_formula.pdf), 2018.
- [173] Lucie Devys. Effets de microstructure dans les nanoparticules et couches minces luminescentes. Master's thesis, Ecole normale supérieure de Cachan, 2014.
- [174] Mohd Danish and Ashutosh Pandey. Influence of thickness and calcination under ammonia gas flow on topographical, optical and photocatalytic properties of Nb2O5 thin films prepared by sol-gel: a comparative study. 27, 03 2016.
- [175] Rongsheng Lin and John A. Rogers. Molecular-scale soft imprint lithography for alignment layers in liquid crystal devices. *Nano Letters*, 7(6):1613–1621, Jun 2007.
- [176] Gert L Duveneck, Andreas P Abel, Martin A Bopp, Gerhard M Kresbach, and Markus Ehrat. Planar waveguides for ultra-high sensitivity of the analysis of nucleic acids. *Analytica Chimica Acta*, 469(1):49 – 61, 2002. Emerging technologies for nucleic acid analysis.
- [177] Patrice Francois, Yvan Charbonnier, Jean Jacquet, Dominic Utinger, Manuela Bento, Daniel Lew, Gerhard M. Kresbach, Markus Ehrat, Werner Schlegel, and Jacques Schrenzel. Rapid bacterial identification using evanescent-waveguide oligonucleotide microarray classification. *Journal of Microbiological Methods*, 65(3):390 – 403, 2006.
- [178] P. K. Tien and R. Ulrich. Theory of prism–film coupler and thin-film light guides. *Journal of the Optical Society of America*, 60(10):1325–1337, Oct 1970.
- [179] Claude Weisbuch. Device for supporting chromophore elements, Oct 2002.
- [180] Randy M. Wadkins, Joel P. Golden, Leo M. Pritsiolas, and Frances S. Ligler. Detection of multiple toxic agents using a planar array immunosensor. *Biosensors and Bioelectronics*, 13(3):407–415, 1998.

## Bibliographie

- [181] Samuel E Tolley, Hsu kun Wang, Richard S Smith, Douglas A Christensen, and James N Herron. Single-chain polymorphism analysis in long qt syndrome using planar waveguide fluorescent biosensors. *Analytical Biochemistry*, 315(2):223 – 237, 2003.
- [182] S. Olivier, H. Benisty, C. Weisbuch, C. J. M. Smith, T. F. Krauss, and R. Houdré. Coupled-mode theory and propagation losses in photonic crystal waveguides. *Optics Express*, 11(13):1490–1496, Jun 2003.
- [183] Y. Ding and R. Magnusson. Band gaps and leaky-wave effects in resonant photonic-crystal waveguides. *Optics Express*, 15(2):680–694, Jan 2007.
- [184] Tomiki Ikeda. Photomodulation of liquid crystal orientations for photonic applications. *Journal of Materials Chemistry*, 13:2037–2057, 2003.
- [185] Ichimura. "Command surfaces" of langmuir-blodgett films. *American Chemical Society*, 1992.
- [186] Harald Knobloch, Horst Orendi, Michael Buchel, Takahiro Seki, Shinzaburo Ito, and Wolfgang Knoll. Command surface controlled liquid crystalline waveguide structures as optical information storage. *Journal of Applied Physics*, 76(12):8212–8214, 1994.
- [187] Yanlei Yu and Tomiki Ikeda. Alignment modulation of azobenzene-containing liquid crystal systems by photochemical reactions. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 5(3):247 – 265, 2004.
- [188] <http://www.beamco.com/>, 2018.
- [189] T. Ikeda and O. Tsutsumi. Optical switching and image storage by means of azobenzene liquid-crystal films. *Science*, 268:1873–1875, jun 1995.
- [190] Nelson V. Tabiryan Landa Hoke Diane M. Steeves Uladzimir A. Hrozhyk, Svetlana V. Serak and Brian R. Kimball. Azobenzene liquid crystalline materials for efficient optical switching with pulsed and/or continuous wave laser beams. *Optics Express*, 2010.