



HAL
open science

Étude et réalisation de dispositifs photoniques passifs fonctionnant dans le domaine du visible : application à la détection optique et au guidage large bande

Théo Rouanet

► To cite this version:

Théo Rouanet. Étude et réalisation de dispositifs photoniques passifs fonctionnant dans le domaine du visible : application à la détection optique et au guidage large bande. Electronique. Université de Bordeaux; Université de Sherbrooke (Québec, Canada), 2023. Français. NNT : 2023BORD0310 . tel-04482575

HAL Id: tel-04482575

<https://theses.hal.science/tel-04482575v1>

Submitted on 28 Feb 2024

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 COTUTELLE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX
ET DE L'UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

ECOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR (SPI) -
SPÉCIALITÉ ÉLECTRONIQUE
FACULTÉ DE GÉNIE, DÉPARTEMENT DE GÉNIE ÉLECTRIQUE ET DE GÉNIE
INFORMATIQUE

Par Théo ROUANET

**Étude et réalisation de dispositifs photoniques passifs fonctionnant dans le
domaine du visible : applications à la détection optique et au guidage large
bande**

Sous la direction de : Laurent BECHOU et Paul G. CHARETTE

Soutenue le 16 novembre 2023 à Bordeaux

Membres du jury :

Isabelle LEDOUX-RAK	Professeur	ENS Paris-Saclay	Présidente
Luiz POFFO	Maître de conférences	Université de Rennes 1	Rapporteur
Christelle AUPETIT-BERTHELEMOT	Professeur	Université de Limoges	Rapporteur
Michael CANVA	Directeur de recherche	Université de Sherbrooke	Examineur
Laurent BECHOU	Professeur	Université de Bordeaux	Co-directeur
Paul G. CHARETTE	Professeur	Université de Sherbrooke	Co-directeur
Membres invités :			
Laurent OYHENART	Maître de conférences	Université de Bordeaux	Co-encadrant
Simon JOLY	Maître de conférences	Université de Bordeaux	Co-encadrant

Titre : Étude et réalisation de dispositifs photoniques passifs fonctionnant dans le domaine du visible : applications à la détection optique et au guidage large bande.

Résumé : Le développement de structures photoniques en optique intégrée fonctionnant à des longueurs d'onde visible devient un enjeu majeur dans différents domaines tels que la santé, la détection, ou encore l'imagerie. Cette thèse a pour objectif de développer différentes structures optiques fonctionnant dans cette gamme ; dispositifs de détection de molécules spécifiques en milieu liquide et guides d'onde fonctionnant sur une large bande spectrale.

Les dispositifs de détection ont été réalisés à partir de deux familles distinctes de matériaux en vue de comparer leurs performances : des polymères sur un substrat de silice poreuse et le nitrure de silicium (SiN) sur substrat de Silicium. La transduction est basée sur un résonateur optique en anneau (OMR), présentant une sensibilité optimale dans le domaine du visible où les signatures spectrales des polluants sont répertoriées. Les structures sont optimisées pour fonctionner à une unique longueur d'onde.

Par ailleurs, nous avons également développé des guides d'onde fonctionnant sur une large bande spectrale du visible. Ces guides d'onde ont été réalisés à partir d'un unique matériau, l'oxynitrure de silicium (SiON), en contrôlant le gradient d'indice des différentes couches mises en œuvre. En utilisant des modélisations par des méthodes qui sont décrites et des modèles spécifiquement développés pour cette étude mais également en adaptant le procédé de microfabrication en salle blanche, des premiers capteurs OMR constitués de guides d'onde dits à « ruban » et des guides d'onde enterrés en SiON ont été fabriqués. Un banc de caractérisation adapté aux longueurs d'onde du visible permet de mesurer les performances optiques des dispositifs fabriqués et situer les résultats par rapport à l'état de l'art actuel. Des perspectives à ces travaux sont proposées en fin de manuscrit.

Mots-clés : Matériaux diélectriques, Matériaux poreux, Optique intégrée, Photonique

Title: Modelling and fabrication of passive photonic devices operating in the visible range: application to optical sensing and highly broadband waveguiding.

Abstract: The development of photonic structures based on integrated optics operating at visible wavelengths is becoming a major challenge in various fields such as healthcare, detection, and imaging. The aim of this thesis is to develop various optical structures operating in this range: devices for the detection of specific molecules in aqueous environments and waveguides operating over a wide spectral band.

The detection devices were created using two distinct families of materials in order to compare their performance: polymers on a porous silica substrate and silicon nitride (SiN) on a silicon substrate. The sensing area is based on an optical microresonator (OMR), which exhibits optimal sensitivity in the visible domain where pollutant spectral signatures are already known. The structures are optimized to operate at a single wavelength. Furthermore, we have also developed waveguides operating over a wide spectral range in the visible domain. These waveguides were fabricated using a single material, silicon oxynitride (SiON), by controlling the refractive index gradient of each layer. By using modelling methods that are described and models specifically developed for our study, as well as optimizing the cleanroom microfabrication process, first OMR sensors consisting of ridge waveguides and buried SiON waveguides were fabricated. A dedicated test bench suitable for visible wavelengths was also used to extract optical performance of these devices and compare the results to the current state-of-the-art. Finally, prospects for this work have been proposed.

Keywords: Dielectrics materials, Porous materials, integrated optics, Photonics

Unités de recherche

[Unité Mixte de Recherche n°5218 Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système, International Research Laboratory n°3463 Laboratoire Nanotechnologies et Nanosystèmes]

Table des matières

Liste des tableaux	12
Introduction générale.....	13
Chapitre 1 : De la photonique intégrée aux dispositifs de détection	18
1.1 Principaux matériaux utilisés en optique intégrée	20
1.1.1 Photonique sur silicium	20
1.1.2 Matériaux semi-conducteurs	21
1.1.3 Matériaux polymères.....	22
1.1.4 Synthèse.....	23
1.2 Principales technologies optiques utilisées pour la détection.....	25
1.2.1 Capteur à base de fibre optique	25
1.2.2 Détection par résonance plasmonique de surface.....	26
1.2.3 Détection en optique guidée par perturbation du champ évanescent	27
1.2.4 Principales grandeurs fonctionnelles caractéristiques des capteurs réalisés en optique intégrée	30
1.3 Les guides d'ondes au service de la détection par voie optique	35
1.3.1 Guide d'onde ruban	35
1.3.2 Guides à fente.....	37
1.3.3 Guide ARROW	38
1.3.4 Guides à cristaux photoniques.....	39
1.3.5 Guides suspendus	40
1.3.6 Synthèse.....	41
1.4 Structures optiques interférométriques.....	43
1.4.1 Dispositifs de type Mach-Zehnder	43
1.4.2 Résonateur en anneau.....	44
1.4.3 Synthèse.....	47
1.5 Guide d'onde à large bande spectrale.....	49
Conclusion.....	52
Chapitre 2 : Simulation numérique des performances optiques des structures retenues opérant dans le visible	54
2.1 Méthodes de modélisation des dispositifs de guidage.....	56
2.1.1 Méthode de l'indice effectif (EIM)	56
2.1.2 Méthode numérique pour le calcul des modes propres	57
2.1.3 Justification de la méthode retenue	59
2.2 Modélisations de dispositifs en vue d'une détection optique dans le domaine du visible.....	62
2.2.1 Choix des matériaux de guidage.....	62

2.2.2 Modélisation analytique du résonateur en anneau en vue d'une application de détection par voie optique	71
2.2.3 Synthèse dimensionnelle et technologique des structures à réaliser	82
2.3 Modélisations de guides enterrés en technologie « full SiON » pour du guidage optique à large bande dans le visible.....	84
Conclusion.....	88
Chapitre 3 : Etapes de fabrication des dispositifs de détection et de guidage opérant dans le visible ..	90
3.1 Techniques de fabrication en salle blanche	91
3.1.1 Description des matériaux utilisés.....	91
3.1.2 Techniques de lithographie.....	96
3.1.3 Transfert de motifs par retrait de matériau	100
3.2 Réalisation technologique des structures optiques à base de polymères.....	103
3.2.1 Etapes de fabrication des guides à base de polymères	103
3.2.2 Description des étapes	103
3.3 Réalisation technologique des structures optiques à base de SiN	110
3.3.1 Etapes de fabrication des guides à base de SiN.....	110
3.3.2 Description des étapes	110
3.4 Réalisation technologique des guides en technologie « full SiON ».....	120
3.4.1 Etapes de fabrication des guides en SiON.....	120
3.4.2 Paramètres optimums de dépôt utilisés pour la fabrication des couches des couches de SiON	120
3.4.3 Réalisation de la couche de cœur et des guides.....	122
Conclusion.....	128
Chapitre 4 : Caractérisation des dispositifs optiques réalisés.....	130
4.1 Description du banc de caractérisation optique et méthodologies mises en place	131
4.1.1 Présentation générale du banc de caractérisation optique	131
4.1.2 Caractéristiques des sources optiques utilisées	133
4.1.3 Méthodologie d'extraction paramétrique du coefficient de transmission des dispositifs optiques réalisés	136
4.2 Résultats et analyse des performances optiques des structures réalisées en vue d'une application de détection.....	145
4.2.1 Structures résonantes à base de SiN/SiO ₂	146
4.2.2 Structures résonantes à base de matériaux organiques déposés sur silice poreuse.....	149
4.2.3 Synthèse des résultats	158
4.3 Analyse des performances des structures enterrées de guidage optique large bande	162
4.3.1 Description technologique de la structure	162
4.3.2 Analyse technologique des guides fabriqués à base de SiON sur substrat de silicium	162

4.3.3 Présentation des performances optiques des guides enterrés – Estimation des différentes pertes	163
Conclusion.....	170
Conclusion générale	172
Perspectives	177
Production scientifique en lien avec la thèse.....	179
Bibliographie.....	180

Liste des figures

Figure 1 - Prévisions du marché pour les technologies photoniques sur silicium par application [8].	20
Figure 2 - Tableau périodique des éléments avec des marqueurs sur les éléments utilisés dans l'industrie du semi-conducteur [9].	21
Figure 3 - Fenêtres de transparence de différents matériaux photoniques et applications visées sur différentes fenêtres spectrales [13].	22
Figure 4 - Principe général de la technique de résonance plasmonique de surface [34].	27
Figure 5 – Schéma représentatif d'un guide d'onde dit « ruban » (vue en coupe).	28
Figure 6 – Schéma représentatif de la détection par perturbation du champ évanescent se propageant au-dessus du cœur d'un guide d'onde.	29
Figure 7 – Principes généraux de détection par perturbation du champ évanescent d'une structure guidante réalisée en optique intégrée : (a) détection surfacique ; (b) détection en volume.	30
Figure 8 – Exemple de mesure effectuée à partir du décalage de la longueur d'onde de résonance. En noir, la courbe obtenue avec la solution de référence. En rouge, la courbe obtenue en présence de l'analyte (sous une concentration spécifique).	31
Figure 9 – Exemple de spectre d'absorption à haute résolution dans le domaine du visible de la nébuleuse planétaire HEN 3-1312 avec des lignes d'absorption caractéristiques des éléments Ca, Fe et Ba(II) ©2004 ESO [41].	32
Figure 10 – Exemple de Spectre de transmission d'un résonateur à anneau pour différentes variations d'indice de réfraction complexe [4].	32
Figure 11 – Spectre d'absorption de la sulfo-cyanine 7 pour différentes concentrations (10µg/L à 10mg/L) en milieu liquide.	34
Figure 12 – En haut, une image réalisée au microscope électronique à balayage (MEB) d'un guide d'onde « ruban ». En bas, un schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » (vue 3D et en coupe).	36
Figure 13 – Structure de guide d'onde à fente en TiO ₂ pour la détection dans un milieu liquide. Profil du mode quasi-TE à 635 nm [50].	37
Figure 14 – Principe de fonctionnement d'un guide ARROW [53].	38
Figure 15 – Vue MEB de guides de type ARROW à cœur rectangulaire et courbe [54].	39
Figure 16 - (a)- Vue MEB d'un microrésonateur fabriqué à base de cristaux photonique (vue de dessus). (b)- Vue MEB de la région de couplage (zoom sur la région encadrée en pointillés de l'image (a)). (c)- Profil d'un mode optique modélisé en conditions de résonance (FDTD) [59].	39
Figure 17 - a) Schéma représentatif d'un guide suspendu (vue 3D). b) Vues MEB d'une section d'un interféromètre multimodes (MMI) (vue de dessus) et d'une facette clivée avec quelques bandes de silicium détruites en raison du clivage [60].	40
Figure 18 -. (a) Schéma d'un interféromètre de Mach-Zehnder (MZI). Le magenta représente la structure en guide d'onde (Si) et le cyan représente le substrat (SiO ₂). Le cadre rectangulaire bleu représente la zone de détection en contact avec le milieu extérieur. (b) Vue MEB d'une structure MZI avec la zone de détection. La cadre rouge montre un agrandissement du séparateur d'entrée où la lumière sera séparée de manière équivalente (50/50) entre les deux guides du MZI. (d) Vue MEB de la zone de détection du MZI à base de cristaux photoniques (trous rectangulaires) [66].	44
Figure 19 - A gauche, Schéma fonctionnel d'un résonateur en forme d'anneau. A droite, Spectre en transmission de la réponse du résonateur.	45
Figure 20 - Schéma représentatif des deux types de couplage entre deux guides d'onde : A gauche, le couplage latéral et à droite, le couplage vertical.	46
Figure 21 – Etat de l'art non-exhaustif de structures large bande spectrale fonctionnant à des longueurs d'onde proche du visible	49
Figure 22 – Schéma représentatif d'un guide d'onde enterré.	50

Figure 23 - Principales étapes de la méthode de l'indice effectif appliqué à un guide plan dont les caractéristiques sont données en étape 1.	57
Figure 24 - Schéma représentatif des procédures de maillage utilisées par les méthodes numériques FEM, FDM et FMM.	59
Figure 25 - Vue en coupe de la structure du guide présenté par P. Girault et al. [95] et modélisé à l'aide des différentes méthodes utilisées (FDM, FEM, FMM, méthode de l'indice effectif).	60
Figure 26 - Vue en coupe au MEB de porosification d'une couche de silice de 5µm déposée sur substrat de silicium.	64
Figure 27 - Vue en coupe d'un guide d'onde de type ridge utilisé comme architecture de base pour nos modélisations.	65
Figure 28 - Variations du taux de champ évanescent en fonction de la hauteur (gauche) et de la largeur (droite) des guides d'onde simulés pour différentes résines polymères : PMMA ($n_{\text{PMMA}} = 1,49$), SU-8 ($n_{\text{SU-8}} = 1,56$) ; et pour différents indices de réfraction de silicium poreux ($n_{\text{SiO}_2\text{ poreux}} = 1,2$ et $n_{\text{SiO}_2\text{ poreux}} = 1,34$).	66
Figure 29 - Cartographie modale avec les variations de l'indice effectif (a) et du taux de champ évanescent (b) des modes TE00 et TM00 en fonction des dimensions (hauteur et largeur) d'un guide d'onde de type eau/PMMA/SiO ₂ poreux/Si.	67
Figure 30 - Cartographie modale avec les variations de l'indice effectif (a) et du taux de champ évanescent (b) des modes TE00 et TM00 en fonction des dimensions (hauteur et largeur) d'un guide d'onde de type eau/SiN/SiO ₂ /Si.	70
Figure 31 - Principes génériques de détection d'un capteur optique exploitant les perturbations du champ évanescent : détection surfacique (à gauche), détection volumique (à droite).	72
Figure 32 - Exemple d'une simulation de variations de l'intensité de transmission (contraste des pics de résonance) d'un microrésonateur pour différentes concentrations de sulfo-cyanine7 à 760 nm.	73
Figure 33 - Structure d'un microrésonateur planaire à anneau circulaire avec son guide bus.	74
Figure 34 - Variations des pertes par courbure d'un guide d'onde de type SiN/SiO ₂ /Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du rayon de courbure et obtenues par la méthode FMM en présence d'eau comme superstrat.	76
Figure 35 - Variations de la sensibilité du microrésonateur de type SiN/SiO ₂ /Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du gap guide-anneau et obtenues par la méthode analytique proposée en présence d'eau comme superstrat.	78
Figure 36 - Schéma de principe des variations du couplage de la lumière au sein de l'anneau en fonction de la valeur du gap guide-anneau [a- sur-couplage, b- couplage critique et c- sous-couplage].	79
Figure 37 - Variations de la sensibilité et des pertes optiques du microrésonateur de type SiN/SiO ₂ /Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du rayon de courbure en présence d'eau comme superstrat. Ces résultats ont été obtenus par le modèle analytique proposé à l'exception des pertes par courbure simulées par la méthode FMM.	80
Figure 38 - Variations de la sensibilité maximale en fonction du rayon de l'anneau pour le microrésonateur-MR (courbe bleu), le guide d'onde droit (courbe verte) et la spirale d'Archimède (courbe noire). La spirale d'Archimède est calculée pour avoir au moins un tour et un espacement de 5 µm. Les guides d'onde des structures sont en configuration Eau/SiN/SiO ₂ /Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm. Ces résultats ont été obtenus par le modèle analytique proposé à l'exception des pertes par courbure des guides qui ont été simulées par la méthode FMM.	82
Figure 39 - Représentation schématique (vue en coupe) d'un guide enterré.	84
Figure 40 - Cartographie modale avec le pourcentage de taux de champ évanescent des modes TE00 et TM00 en fonction des dimensions (hauteur et largeur) du guide d'onde enterré en configuration SiON/SiON/SiON/Si aux longueurs d'onde respectivement de 532 nm (a), 633 nm (b) et 760 nm (c).	86
Figure 41 - Variations de l'indice effectif des premiers modes guidés (TE, TM) en fonction de la longueur d'onde.	87

Figure 42 - Schéma simplifié du fonctionnement d'un réacteur PECVD [114].	91
Figure 43 - Schéma d'une cellule d'anodisation électrochimique [34].	94
Figure 44 - Mécanisme réactionnel de la formation du silicium poreux par la technique d'anodisation électrochimique.	94
Figure 45 - Représentation schématique de la porosification d'un substrat de silicium et profil thermique appliqué : 1) Formation de la première couche de silicium poreux. 2) Formation de la deuxième couche de silicium poreux en augmentant le courant appliqué. 3) Oxydation du silicium poreux afin d'obtenir de la silice poreuse.	96
Figure 46 - Schéma représentant les principales étapes de photolithographie : a) Dépôt de la résine électrosensible. b) Insolation de la résine photosensible à travers un masque en quartz. c) Développement de la résine non exposée.	97
Figure 47 - Vues MEB (vues de face) : a) Exemple d'un masque de guide en résine photosensible sur-exposée (largeur de guide = 800 nm). b) Exemple d'un masque de guide en résine photosensible sous-exposée (largeur de guide = 4 μm).	98
Figure 48 - Vue MEB (vue de face) d'un profil dit en « oreilles » observé sur un guide d'onde.	98
Figure 49 - Processus de fabrication des guides : 1) Dépôt de la résine électrosensible. 2) Exposition de la résine à un faisceau d'électron focalisé. 3) Développement de la résine non-exposé.	99
Figure 50 - Illustration du mécanisme de gravure du SiO_2 avec un mélange gazeux de CF_4/H_2 [122].	101
Figure 51 - Procédé Bosch : alternance entre de courtes périodes de passivation et gravure. a) Phase de passivation : dépôt d'un film de type teflon. b) Phase de gravure : retrait des parties horizontales du film de polymères par bombardement ionique et gravure isotrope du Silicium par réaction avec des atomes de Fluor. c) Période de passivation : début d'un nouveau cycle. La taille des ondulations est volontairement exacerbée pour une meilleure compréhension.	102
Figure 52 - Principales étapes de fabrication de guides d'onde à base de PMMA sur silice poreuse : 1) Développement de la première couche de silice poreuse. 2) Développement de la deuxième couche de silice poreuse. 3) Oxydation du silicium pour obtenir de la silice poreuse. 4) Dépôt du PMMA par spin-coating. 5) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 6) Insolation UV pour former les guides. 7) Développement de la résine. 8) Gravure ICP avec un plasma O_2 . 9) Exposition du reste de la résine. 10) Retrait des résidus de résine. 11) Clivage des différentes puces.	103
Figure 53 - Vues MEB des différentes couches de silice poreuse.	104
Figure 54 - Schéma de principe de la réflectométrie optique et photographie du banc de mesure utilisé.	105
Figure 55 - Mesure de porosité et d'indice de réfraction en fonction de la densité de courant sur 4 gaufres de silicium.	105
Figure 56 - Vues MEB (vue de dessus) des couches de silicium poreux obtenues avant oxydation et de silice poreuse obtenues après oxydation.	106
Figure 57 - Variations d'épaisseur de la couche de PMMA déposée pour différents pourcentages de dilution en fonction de la vitesse de rotation du spin-coater.	107
Figure 58 - Variations de l'épaisseur résiduelle de résine (PMMA) en fonction du temps de gravure.	108
Figure 59 - Vue MEB (vue de face) d'un guide d'onde en PMMA/ SiO_2 poreux/Si de hauteur 300 nm et de largeur 1 μm .	109
Figure 60 - Principales étapes de fabrication de guides à base de SiN : 1) Gravure du SiO_2 de la face arrière. 2) Dépôt du SiN par HF-PECVD. 3) Dépôt de la résine électrosensible par spin-coating. 4) Exposition de la résine par EBPG pour former les guides. 5) Développement de la résine. 6) Gravure sèche ICP du SiN. 7) Retrait de la résine. 8) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 9) Insolation UV pour la gravure des facettes. 10) Gravure sèche ICP du SiO_2 . 11) Gravure DRIE du silicium. 12) Retrait de la résine.	110
Figure 61 - Equipement d'ellipsométrie présent au LN2.	112

Figure 62 – Cartographies paramétriques d’une gaufre réalisé par la technique d’ellipsométrie. a) Mesure de l’indice de réfraction de la couche. b) Mesure de l’épaisseur de la couche. Les points identifiés par les croix rouges ne doivent pas être pris en considération (erreur de mesure).	113
Figure 63 - Vue optique (vue de dessus) d’une puce mettant en lumière un problème d’adhésion d’une résine négative après la phase de développement de cette dernière. Des exemples de défauts d’adhésion sont entourés par le cercle rouge.	114
Figure 64 - Image extraite du logiciel de design des structures (Beamer) représentant un microrésonateur. La zone rose correspond à la gravure « bulk » et la zone bleue correspond à la zone de gravure « sleeve ».	115
Figure 65 - Vue MEB (vue de face) d’un guide d’onde réalisé par EBL avec la technique dite « bulk and sleeve ».	115
Figure 66 - Vue optique (vue de dessus) de motifs obtenus après le développement de la résine.	116
Figure 67 - a) Vue MEB (vue de face) d’un guide ayant été endommagé lors du retrait de la résine. b) Vue MEB (vue de dessus) d’un anneau avec des résidus photosensibles qui n’ont pas correctement été retirés.	116
Figure 68 - Vues MEB (vues de face) de flanc d’une puce après une clive mécanique mettant en évidence le problème d’arrachement.	117
Figure 69 - Vues MEB (vues en coupe) du flanc d’une structure après gravure DRIE. En haut en rouge : Dentelures inhérentes au procédé Bosch. En bas en bleu : effet « grass ».	118
Figure 70 - Vue MEB (vue de face) de la coupe transverse d’un guide d’onde où la résine de protection est encore présente (~ 5µm d’épaisseur).	119
<i>Figure 71 - Principales étapes de fabrication de guides en technologie full-SiON : 1) Dépôt de la couche de confinement en SiON. 2) Dépôt de la couche de cœur en SiON. 3) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 4) Insolation UV à travers un masque pour former les guides d’onde. 5) Développement de la résine. 6) Gravure sèche ICP du SiON. 7) Retrait de la résine. 8) Dépôt de la couche de superstrat en SiON. 9) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 10) Insolation UV à travers le masque pour la gravure des facettes. 11) Développement de la résine. 12) Gravure sèche ICP des couches de SiON. 13) Gravure DRIE du silicium. 14) Retrait de la résine.</i>	120
Figure 72 - Vues optiques (vues de dessus) de la résine à un grossissement de 20x (a) et de 50x (b) montrant une zone résiduelle de produits de la réaction de développement après l’étape de développement utilisant un seul bain de développement. Les lignes horizontales représentent des guides d’onde de largeur 1 µm.	123
Figure 73 - Vue MEB (vue de face) de la couche de cœur de deux guides d’onde après l’étape de gravure par AOE avec la résine AZ 1505 et des défauts observés en surface des guides obtenus [6].	124
Figure 74 - Vues MEB de la couche de cœur d’un guide d’onde après l’étape de gravure par AOE avec la résine AZ MiR 701. A gauche, une vue en coupe et à droite, une vue de dessus des guides obtenus [6].	125
Figure 75 - Vue MEB de la coupe transversale d’un guide enterré en SiON. La délimitation du cœur du guide est marquée par les traits verts avec ces dimensions. La différence de niveau de gris est liée aux conditions d’observation MEB [6].	125
Figure 76 - Vue optique (vue de dessus) d’une tranchée de largeur 200 µm après l’étape de développement de la résine AZ 4903 [6].	126
Figure 77 – Vue MEB (vue en coupe) du profil de gravure par le procédé Bosch sur un échantillon d’essai.	127
Figure 78 - Schéma fonctionnel du système de caractérisation de structures optiques guidées dans le domaine du visible.	131
Figure 79 - Vue schématique du montage de caractérisation des dispositifs intégrés en configuration de calibration.	136
Figure 80 - Vue schématique d’une onde elliptique avec une composante principale perpendiculaire et résiduelle parallèle.	137

Figure 81 - Méthode de détermination du courant de seuil de la diode laser émettant à 760 nm à l'aide de la caractéristique P(I) et de sa dérivée première dP/dI.	140
Figure 82 - Variations de la longueur d'onde d'émission de la diode laser émettant à 760nm, mesurées en fonction du courant pour différentes températures [20 à 36°C] (à gauche) puis en fonction de la température pour différents courants d'alimentation [50 à 115mA] (à droite).	141
Figure 83 - Mesure de la puissance émise par la diode laser émettant à 760 nm, en fonction du courant pour différentes températures [20 à 36°C] (à gauche) et puis en fonction de la température pour différents courants d'alimentation [50 à 115mA] (à droite).	141
Figure 84 – A gauche, exemple des variations de puissance obtenue en sortie des structures optiques (P_{out}) en fonction de la longueur d'onde d'émission du laser pour différentes températures du laser. A droite, exemple de spectre de transmission pour un résonateur optique en configuration eau/PMMA/SiO ₂ poreux/Si pour différentes températures du laser. Un exemple de défauts de recouvrement a été entouré en rouge (traits pointillés) sur la figure de droite.	142
Figure 85 - Résultats des grandes étapes de la méthodologie explicitée pour obtenir le spectre de transmission d'un résonateur. L'exemple donné correspond à un microrésonateur en anneau de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m, avec un rayon d'anneau de 200 μ m, de longueur de couplage 50 μ m et de gap 1 μ m, en configuration eau/PMMA/SiO ₂ poreux/Si.	143
Figure 86 – Spectre de transmission expérimental d'un microrésonateur de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m, avec un rayon d'anneau de 200 μ m, de longueur de couplage 50 μ m et de gap 1 μ m, en configuration eau/PMMA/SiO ₂ poreux/Si, restreint sur la plage spectrale variant de 760,3 à 761 nm.	144
Figure 87 - Schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » réalisé en SiN/SiO ₂ sur substrat silicium (vue en coupe).	146
Figure 88 - Vue MEB (vue de face) de la facette d'injection gravée d'un guide d'onde en SiN/SiO ₂	147
Figure 89 - Vue optique (vue de dessus) montrant le rebord observé sur un guide d'onde de type SiN/SiO ₂	147
Figure 90 - Vue optique (vue de dessus) montrant l'injection optique à 633 nm dans un guide d'onde de type SiN/SiO ₂ . Des exemples de rupture de continuité des guides d'onde et les défauts sur l'état des flancs des facettes sont entourés en rouge sur la figure.	148
Figure 91 - Vues MEB (vues en coupe) transverses d'un guide d'onde avec un reste de résine de protection sur le dessus.	149
Figure 92 - Schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » réalisé en PMMA/Silice porosifiée sur substrat silicium (vue en coupe).	150
Figure 93 - Schéma représentatif des fuites d'eau rencontrées lors de la mise en place de cellule PDMS pour l'utilisation de la microfluidique.	150
Figure 94 - Spectres de transmission, mesurés expérimentalement, d'un microrésonateur PMMA/SiO ₂ poreux/Si en présence d'eau désionisée et en fonction des dimensions des dispositifs fabriqués (rayon de l'anneau et hauteur des guides). Tableau récapitulatif des dimensions des structures étudiées ainsi que des grandeurs fonctionnelles caractéristiques extraites pour ces dispositifs.	151
Figure 95 - Spectres de transmission expérimental et théorique d'un microrésonateur PMMA/SiO ₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m de rayon R = 200 μ m et un gap = 1 μ m en présence d'eau désionisée sur une plage de longueurs d'onde variant de 760,3 à 760,8 nm.	153
Figure 96 - Variations des principaux paramètres du microrésonateur PMMA/SiO ₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m de rayon R = 200 μ m et un gap = 1 μ m en présence d'eau désionisée au cours des différentes mesures de reproductibilité.	154
Figure 97 - Spectres de transmission obtenus dans le visible (760 nm) d'un microrésonateur PMMA/SiO ₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m de rayon R = 200 μ m et un gap = 0,9 μ m sur une plage de longueurs d'onde variant de 760 à 761 nm pour des concentrations de 0 g/L (utilisée comme référence), 1 g/L, 3 g/L, 5 g/L, 7 g/L et de 11 g/L d'eau glucosée.	155

Figure 98 - Variations de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction des variations de l'indice de réfraction du superstrat (Δn_{sup}), pour différentes hauteurs de guide de microrésonateur ($h = 250 \text{ nm}$; 300 nm ; 500 nm) en configuration PMMA/SiO ₂ poreux/Si de rayon $R = 200 \text{ }\mu\text{m}$ et un gap = $0,9 \text{ }\mu\text{m}$. Ces mesures ont été réalisées pour différentes concentrations de glucose dissout dans l'eau désionisée (1 à 11g/L).....	157
Figure 99 - Performances de structures de détection optique présentées dans l'état de l'art permettant de positionner nos résultats obtenus en configuration PMMA/SiO ₂ poreux/Si.	160
Figure 100 - Schéma représentatif d'un guide d'onde enterré réalisé en technologie « full SiON » (Vue en coupe).	162
Figure 101 - Vue MEB (vue de face) de l'état d'une facette d'injection gravée d'un guide enterré. Les « coulures » mises en évidence après gravure ont été observées sur l'ensemble des facettes de la plaque réalisée.....	163
Figure 102 – Variations des pertes totales sur le premier mode TE et TM d'un guide d'onde de hauteur 200 nm et de largeur $1 \text{ }\mu\text{m}$ à différentes longueurs d'onde (532 nm ; 633 nm ; 760 nm et 808 nm). Les barres d'erreur correspondent aux mesures de reproductibilité.....	165
Figure 103 - Estimation des niveaux de pertes sur un premier mode TE d'un guide d'onde de hauteur 200 nm et de largeur $1 \text{ }\mu\text{m}$. Les pertes totales, les pertes par insertion et les pertes par propagation ont été mesurées à 532 nm , 633 nm et 760 nm	166
Figure 104 - Variations des pertes totales du premier mode TE et TM de deux guides d'onde différents mesurées à 532 nm , 633 nm , 760 nm et 808 nm	167
Figure 105 - Synthèse des bandes spectrales obtenues et publiées dans l'état de l'art par des structures guidantes monomode dans le domaine du visible.	169

Liste des tableaux

Tableau 1 - Avantages et inconvénients des différentes structures de guidage utilisées en optique intégrée et présentées dans notre étude bibliographique.	41
Tableau 2 - Récapitulatif des performances (sensibilité et limite de détection - LOD) des différentes structures.	47
Tableau 3 - Synthèse issue de la bibliographie présentant des guides d'onde monomode ayant une large bande spectrale d'utilisation.....	50
Tableau 4 - Synthèse des performances des différentes méthodes de calcul de l'indice effectif (neff TE) et du taux de champ évanescent ($\Gamma_{sup TE00}$) du premier mode TE se propageant dans un guide d'onde dont la géométrie est représentée en Figure 25.	61
Tableau 5 - Pertes d'absorption et indice de réfraction des composés inorganiques les plus utilisés en optique intégrée dans les bandes du visible et du proche infrarouge.	69
Tableau 6 - Tableau de synthèse des paramètres physiques des structures optiques qui seront fabriquées.	83
Tableau 7 - Paramètres optimums de dépôt à utiliser pour la fabrication des couches de SiON déposées par PECVD. La fréquence de la source RF est de 13,56 MHz.....	121
Tableau 8 - Valeurs mesurées par ellipsométrie spectroscopique moyennées sur deux gaufres différentes (P378 et P490) dans le domaine du visible.	122
Tableau 9 - Synthèse des caractéristiques techniques des composants retenus pour le contrôle de la polarisation.	133
Tableau 10 - Synthèse des caractéristiques techniques du prisme de Glan-Taylor utilisé.	137
Tableau 11 - Synthèse des performances obtenues avec des microrésonateurs PMMA/SiO ₂ poreux/Si de rayon R = 200 μ m et un gap = 0,9 μ m en présence de glucose et en fonction du taux de champ évanescent (dépendant de la hauteur des guides).....	158
Tableau 12 - Tableau récapitulatif des références des articles présentés dans la Figure 99 pour comparer les performances de nos dispositifs de détection.....	159
Tableau 13 - Tableau de synthèse des articles présentant des structures guidantes monomode à large bande spectrale obtenue dans le domaine du visible.	169

Introduction générale

Le déploiement de la photonique moderne au service de nombreuses applications a été rendu possible notamment par la fabrication et la commercialisation des premiers lasers à semiconducteurs apparus dans les années 1960 mais également, par le développement des dispositifs issus des technologies de l'optique intégrée.

Depuis, la capacité unique des sources laser à créer un faisceau de lumière avec des propriétés spécifiques (puissance, cohérence, largeur spectrale...) a permis d'accéder à une large variété d'applications et notamment la fabrication de « systèmes sur puces » dérivées des technologies de la microélectronique.

L'optique intégrée s'est appuyée sur ces technologies avec un développement constant dans l'objectif d'améliorer la génération, le guidage et la détection de la lumière. Dès les années 80-90, les méthodes de micro et nanofabrication ont permis de créer des dispositifs de taille submillimétrique, opérant dans le domaine du proche infrarouge (1 – 1,55 μm), en particulier pour des applications de communications numériques à très haut débit par fibre optique (> 1Gb/s).

Aujourd'hui, le marché principal de la photonique intégrée est celui de la communication optique mais adressant des bandes spectrales plus étendues que le proche infrarouge.

La maturité de la plateforme « photonique sur silicium » et l'évolution rapide de son écosystème seront les moteurs d'un marché des Datacom de 5,4 Md€ en 2027, selon une étude du groupe Yole : « *Market and technology trends - Silicon Photonics 2022* ». Cette croissance sera également nourrie par de nombreux marchés émergents grâce à la maturité croissante de ces plateformes technologiques.

Les technologies de l'optique intégrée au service des applications médicales font leur apparition sur le marché, avec de nombreuses jeunes entreprises utilisant les potentialités offertes par ces technologies. Par exemple, la société GENALYTE utilise des résonateurs optiques en anneau pour analyser *in-situ* des échantillons sanguins et détecter des molécules spécifiques¹.

Les interconnexions optiques utilisant la photonique sur silicium permettront également d'augmenter la puissance disponible pour le calcul à haute performance et les communications de données.

L'informatique photonique, qui permet des calculs analogiques réalisés pour l'intelligence artificielle (IA) beaucoup plus rapides que l'IA numérique actuelle, est en cours de développement et arrivera à court terme sur le marché. Enfin, dans le domaine automobile, de plus en plus de fabricants intègrent la détection et la télémétrie par ondes lumineuses (LiDAR pour « *Light Detection And Ranging* ») dans leurs produits. La photonique intégrée est devenue une passerelle pertinente pour ce type de technologies en les miniaturisant et en réduisant les coûts de fabrication.

S'agissant des missions opérationnelles, la majorité des applications fonctionnent aux longueurs d'onde du domaine 1-1,55 μm ; domaine classiquement couvert par les applications

¹ <https://www.genalyte.com/home/maverick/>

de télécommunications optiques et les briques de base associées (sources, guides, conversions, et photodétection). En revanche, travailler avec des guides d'onde optiques dans le domaine visible est moins fréquent. La raison principale réside dans la difficulté à réaliser des structures dont le motif est submicronique. Cependant, les longueurs d'onde du visible font l'objet d'une attention croissante de la communauté en raison de leurs capacités d'application en communication et détection voire plus récemment avec les besoins en quantique.

A titre d'exemple, dans le domaine des communications, les longueurs d'onde 0,4-0,6 μm (bleu-vert) peuvent être utilisées pour les communications sous-marines, tandis que les systèmes Li-Fi (de l'anglais « *Light Fidelity* ») peuvent opérer dans le spectre complet du visible [1]. Le Li-Fi est une technologie permettant la communication optique sans fil sur des distances couvrant jusqu'à quelques dizaines de mètres. Elle ne nécessite pas obligatoirement de transmissions de données à haut débit et donc limite la consommation d'énergie.

Pour cela, des systèmes d'émission-réception et de modulation des signaux transmis, opérant dans le visible (450-650 nm), sont requis.

La lumière visible peut également être utile pour les LiDAR et la détection atmosphérique. Les technologies LiDAR se basent sur une méthode de calcul permettant de déterminer une distance entre le capteur et l'obstacle visé. Différentes longueurs d'onde sont usitées mais, pour exemple, les longueurs d'onde du visible restent très pertinentes pour la bathymétrie (estimation des profondeurs de l'océan ou de la mer) puisqu'elles ne sont pas réfléchies par la surface de l'eau.

Le choix de développer des structures optiques fonctionnant dans ce domaine de longueur d'onde impose donc de nouveaux défis à relever, non seulement dans le choix des matériaux mais également pour la fabrication de structures avec des dimensions de l'ordre de la centaine de nanomètres, qui ont fait l'objet de ce travail de thèse.

Cette étude s'est déroulée en codirection et cotutelle entre le laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS – Université de Bordeaux, UMR CNRS, France) et l'IRL Nanotechnologies et Nanosystèmes (LN2 – Université de Sherbrooke, CNRS, Canada), et s'appuie sur leur expérience dans le domaine.

Cette thèse a été financée par le programme « Doctorat international » de l'IdEx Bordeaux. Ce programme soutient des partenariats internationaux avec des destinations ciblées dont l'objectif est de financer des contrats doctoraux pour des projets s'inscrivant dans le cadre d'une coopération internationale (cotutelle ou codirection) avec des partenaires stratégiques ciblés de l'Université de Bordeaux, dont l'Université de Sherbrooke peut se revendiquer depuis mars 2018.

Elle s'inscrit également dans un programme de recherche, initié par le laboratoire IMS depuis 2015, en collaboration avec le LN2, visant à développer des dispositifs de guidage en optique intégrée opérant dans le domaine du visible et capables d'être hybridés avec des dispositifs réalisés par d'autres techniques de fabrication telles que la fabrication additive assistée par faisceau laser. Il fait suite à deux thèses soutenues à l'IMS (Farida MEZIANE, 2012-2015 et Miguel DIEZ-GARCIA, 2015-2018) et une thèse menée en cotutelle entre les deux unités (Régis ROBLES, 2017-2022).

Dans ce cadre, la thèse de Farida MEZIANE (soutenue en 2016) a porté sur l'étude de faisabilité d'un système de détection et la simulation d'un capteur réalisé en optique intégrée, appliqué à la détection en volume d'ions métalliques dans l'eau, tout en s'affranchissant d'une fonctionnalisation chimique de surface [2]. Ces travaux se sont orientés vers les microrésonateurs en anneau (OMR) à base de polymères SU-8 (biphénol A d'éther glycidyle) et dont la couche de gaine supérieure est représentée par le milieu à analyser. Ils ont également porté sur la détection d'un polluant particulier - le chrome hexavalent, Cr(VI) ainsi qu'une technique de détection qui puisse être facile à mettre en œuvre, rapide et sensible : la spectroscopie d'absorption.

Afin de mettre en application cette technique de détection : une étape de pré-concentration en volume doit être effectuée, au préalable, à l'aide d'un ligand spécifique à mélanger à l'analyte à détecter, à savoir le 1,5-diphénylcarbazine (DPC). L'intérêt de cette complexation, formé par le groupement chimique Cr(VI)-DPC, est de garantir une absorption maximale dans le domaine du visible (545nm) dans l'eau [3].

S'agissant de la thèse de Miguel DIEZ-GARCIA (soutenue en 2018) qui s'est inscrite dans le prolongement des travaux de thèse de F. MEZIANE, elle a porté sur le développement de procédés de fabrication dédiés, la caractérisation de nanostructures sub-longueur d'onde en polymères NILUV-394 déposés sur CYTOP et leur utilisation de ces dispositifs pour la microspectrométrie dans le visible [4]. En collaboration avec le centre espagnol TECNALIA et le LuMIn (Université Paris-Saclay, CNRS, ENS, Centrale Supélec), les briques de base proposées par Miguel DIEZ-GARCIA ont consisté en des résonateurs optiques, possédant des coupleurs de réseau de diffraction en polymère pour un couplage optimisé source-guide.

La caractérisation des dispositifs a permis à la fois de poursuivre les travaux sur le banc optique de l'IMS, d'apporter des réponses à la problématique de couplage dans les guides, de décrire les impacts de la fabrication sur le rendement optique et de démontrer l'influence de la température sur les matériaux utilisés pour la fabrication [5].

Cette thèse a présenté l'utilisation de coupleurs par réseau de diffraction liés avec un microrésonateur, tout en suggérant des optimisations possibles pour le futur. Toutefois, elle a aussi mis en lumière la limitation d'utilisation des matériaux polymères pour la fabrication de ces dispositifs, à savoir : leur forte sensibilité aux variations de température extérieures et la difficulté de reproductibilité en termes de détection notamment en régime statique (i.e. par dépôt de gouttes au-dessus de la zone de détection).

Enfin, la thèse de Régis ROBLES (2017-2022) a traité de la conception de structures en photonique intégrée pour la réalisation de fonctions optiques capables d'opérer dans une large bande spectrale ($> 100\text{nm}$). L'application de ces structures visait l'imagerie par synthèse d'ouverture dans le visible [6]. Les leçons tirées des précédentes thèses sur la mise en œuvre de polymères comme matériaux de guidage, nous ont amené à privilégier les matériaux inorganiques notamment les composés à base de nitrures. Ces dispositifs ont été fabriqués à partir de différentes stœchiométries d'oxynitride de silicium (SiON) et d'une ingénierie de ces matériaux pour obtenir un très faible gradient d'indice de réfraction entre le cœur et les gaines inférieure & supérieure des structures, et garantir un excellent confinement dans le cœur ($> 90\%$). Cette thèse a permis d'établir un premier protocole de fabrication de guides optiques en

technologie dite « full-SiON » couvrant du dépôt des matériaux de guidage à la réalisation des facettes d'entrée/sortie des dispositifs.

En conséquence, les travaux menés dans le cadre de cette thèse s'inscrivent pleinement dans la continuité des précédentes études doctorales depuis 2015, ambitionnant de poursuivre :

- La mise en œuvre de dispositifs de détection de molécules spécifiques en milieu liquide et fonctionnant dans le visible, en s'attachant à proposer des dispositifs fabriqués à base de matériaux organiques (polymères) et inorganiques (SiN, SiON) dans l'objectif de comparer leurs performances.
- Parallèlement, les travaux sur le développement de guides d'onde à base de SiON et fonctionnant sur une large bande spectrale du visible ont également été poursuivis.

A ce titre, plusieurs objectifs sont ciblés :

- La modélisation des structures optiques retenues :
 - *Etude et comparaison des méthodes de calcul de la propagation utilisées dans les dispositifs de guidage.*
 - *Utilisation pour évaluer les performances optiques des structures envisagées dans le visible, en fonction de leurs paramètres : matériaux et dimensions.*
- Le développement des procédés de fabrication optimisés pour chacune des structures :
 - *Utilisation de procédés issus de la microélectronique et adaptés à la fabrication de dispositifs basés sur du silicium avec des dimensions micrométriques.*
 - *Fabrication complète des dispositifs de guidage.*
- Les performances optiques des dispositifs fabriqués :
 - *Mise en place d'un banc de mesure optique adapté aux longueurs d'onde du visible.*
 - *Etude des performances intrinsèques des dispositifs mis en œuvre.*

Ce manuscrit s'articule autour de **quatre grands chapitres**, qui décrivent les travaux menés et mettent en lumière les principaux points saillants de cette étude.

Le **premier chapitre** introduit les travaux de cette thèse avec une mise en contexte sur les technologies de l'optique intégrée et les structures que nous souhaitons réaliser. Ce chapitre a également pour but de rappeler brièvement les propriétés essentielles de la propagation guidée et les paramètres associés nécessaires à la bonne compréhension du manuscrit.

La première partie de ce chapitre se termine en précisant les métriques utilisées pour comparer les géométries des guides d'onde fabriqués, au service des applications de détection. La deuxième partie sera consacrée à une étude bibliographique des géométries de guide d'onde pour une application de détection en milieu liquide. Dans la troisième partie, nous décrivons la stratégie de détection que nous souhaitons utiliser pour les dispositifs de détection développés ainsi que les structures optiques résonantes couramment utilisées pour des applications capteurs.

Les structures retenues pour l'application de détection adressent les résonateurs en anneau à base de deux matériaux : d'une part, les polymères et d'autre part, le Nitrure de Silicium (SiN).

L'objectif est de comparer les performances de chacune des structures réalisées à partir de ces matériaux.

Enfin, ce chapitre se termine par une revue de l'état de l'art sur les guides d'onde enterrés fonctionnant sur une large bande spectrale dans le visible et nous justifierons le choix de l'oxy-nitride de silicium (SiON) pour réaliser ce type de dispositif.

Le **deuxième chapitre** traite de la modélisation des guides d'onde et des résonateurs présentés dans le chapitre précédent. Nous commencerons par un rappel et une comparaison des différentes méthodes numériques pour modéliser la propagation d'une onde électromagnétique dans un guide, à savoir : les éléments finis, les différences finies, le « *Film Mode Matching* » et enfin, la méthode de l'indice effectif.

Dans la suite du chapitre, nous utiliserons ces méthodes pour modéliser les guides d'onde en fonction de différents paramètres clés : matériaux avec leurs indices de réfraction optique associés et dimensions (hauteur et largeur) de ces structures.

Nous verrons ensuite comment optimiser la sensibilité de la structure résonante retenue à travers un modèle analytique, qui a été spécifiquement développé dans le cadre de cette étude et qui a fait l'objet d'une publication dans une revue internationale en 2023. Ce modèle prend en compte la technique de détection ainsi que les dimensions du dispositif de détection pour maximiser sa sensibilité. Une synthèse dimensionnelle des structures optiques pour la détection sera produite sous forme d'un tableau récapitulatif. Enfin, nous terminerons ce chapitre par la modélisation du guide d'onde enterré, réalisé en technologie « full-SiON » et fonctionnant sur une large bande spectrale dans le visible.

Le **troisième chapitre** détaille le développement technologique des structures optiques intégrées modélisées au précédent chapitre. Pour cela, les techniques de microfabrication en salle blanche utilisées sont exposées à travers la description des matériaux mis en œuvre, les techniques de lithographie et le transfert de motif par retrait de matériaux. A la suite, les multiples étapes de fabrication des différentes structures optiques sont données en distinguant les dispositifs de détection à base de polymères, à base de SiN et les guides enterrés en technologie SiON.

Enfin, le **dernier chapitre** adresse la caractérisation des structures optiques mises en œuvre. La première partie décrit le banc optique mis en place, qui permet d'évaluer les performances des structures fabriquées ainsi que la méthodologie d'extraction des résultats. La deuxième partie analyse les performances optiques obtenues par les dispositifs de détection en matériaux organiques et inorganiques et, plus particulièrement : sensibilité et limite de détection. La troisième partie de ce chapitre sera consacrée à l'analyse des performances optiques obtenues des guides d'onde enterrés et réalisés à base de SiON pour un fonctionnement large bande dans le visible, à savoir : plage de longueurs d'onde d'utilisation et extraction des différents niveaux de pertes optiques en fonction de la longueur d'onde.

Une conclusion générale synthétise les grands points saillants de cette étude, qui se veut pluridisciplinaire, et des perspectives à l'étude entreprise, découlant de ce travail, sont proposées en fin de manuscrit.

Chapitre 1 : De la photonique intégrée aux dispositifs de détection

L'optique intégrée est une technologie qui vise à mettre en œuvre des dispositifs à base de circuits planaires capables de guider la lumière et contenant un ou plusieurs composants qui peuvent être combinés pour accomplir des fonctions optiques complexes. Elle s'inspire largement des technologies de micro et nano-fabrication des circuits électroniques intégrés, qui ont connu un développement rapide depuis les années 90 notamment avec l'apparition des « systèmes sur puce » (SOC).

L'utilisation de cette terminologie est une manière de mettre en lumière la possibilité d'intégrer, de manière totale, un système technologique complexe sur une puce unique en silicium voire, à une échelle plus large, dans un seul et unique assemblage (« System in Package »).

Les circuits photoniques se décomposent généralement en différentes briques de base, remplissant chacune une fonction optique spécifique :

- Le laser en tant que source de lumière possédant des propriétés particulières (spectrale, cohérence, bruit, brillance...);
- Les dispositifs passifs permettant la répartition, la concentration, le multiplexage-démultiplexage et dont la composante de base est assurée par les guides d'onde ;
- Les photodétecteurs assurant la transduction optique-électrique associés à des blocs de traitement de l'information.

Pour miniaturiser ces circuits, la recherche a porté et continue de porter des efforts sur le développement de l'optique intégrée, en utilisant les procédés de fabrication largement usités pour les composants à semi-conducteurs de l'électronique et de l'optoélectronique. L'objectif est de miniaturiser, tant en surface qu'en volume, fabriquer et intégrer les composants optiques sur des substrats silicium voire connectés à des puces électroniques par des procédés hétérogènes, le tout avec la plus grande robustesse et fiabilité opérationnelle possible.

Dans ce contexte, ce chapitre présentera un état de l'art, probablement non exhaustif, de différents types de guide d'onde et différentes structures utilisées pour la détection de molécules déjà décrites dans la littérature.

Dans la première section, nous aborderons divers types de matériaux employés dans le domaine de l'optique intégrée. Nous rappellerons l'importance du silicium en tant que matériau de base ainsi que différents types de semi-conducteur, pour ensuite enchaîner avec les matériaux organiques à base de polymères.

La deuxième section s'attachera à lister les défis de l'optique appliquée à la détection, en commençant par une présentation de différentes solutions envisageables pour une application « capteur ». Nous effectuerons également un bref rappel sur la propagation guidée, suivi des principes de détection mis en œuvre en optique intégrée par la communauté.

Dans la troisième section, nous présenterons différentes topologies de guides d'onde utilisés pour des applications de détection. Nous détaillerons, dans une quatrième section, les structures optiques utilisant ces guides d'onde pour la détection.

Nous terminerons en introduisant les guides d'onde fonctionnant sur une large bande spectrale dans le domaine du visible et les travaux que nous mènerons dans ce cadre.

1.1 Principaux matériaux utilisés en optique intégrée

1.1.1 Photonique sur silicium

Pour comprendre le succès de la photonique sur silicium, il faut s'intéresser aux avantages qu'elle possède sur les autres technologies.

D'une part, le principal matériau utilisé est le silicium, transparent aux longueurs d'onde employées dans les télécommunications (proche infrarouge : entre 1,31 μm et 1,55 μm), ce qui justifie son fort intérêt pour le transfert d'informations avec un minimum de pertes de transmission. Ce matériau est également moins couteux que les autres semi-conducteurs et sa qualité cristalline est également bien meilleur [7].

D'autre part, l'indice de réfraction du silicium est particulièrement élevé en comparaison des autres matériaux (environ 3,5 à 1550 nm). Ce contraste d'indice optique permet, lorsqu'il est utilisé avec un autre matériau, un fort confinement de la lumière.

Enfin, les processus de fabrication des circuits photoniques sur silicium dérivent de ceux utilisés pour la fabrication des circuits électroniques CMOS (*Complementary Metal Oxyde Semiconductor*). Ils bénéficient donc d'infrastructures déjà largement développés dans le monde de la micro-nanoélectronique, suscitant un intérêt croissant pour la réalisation de technologies optiques intégrées puissantes, fiables et rentables.

Les domaines d'application adressés sont larges et vont continuer à progresser dans les prochaines années, comme le montre les projections à l'horizon 2026 présentées en Figure 1.

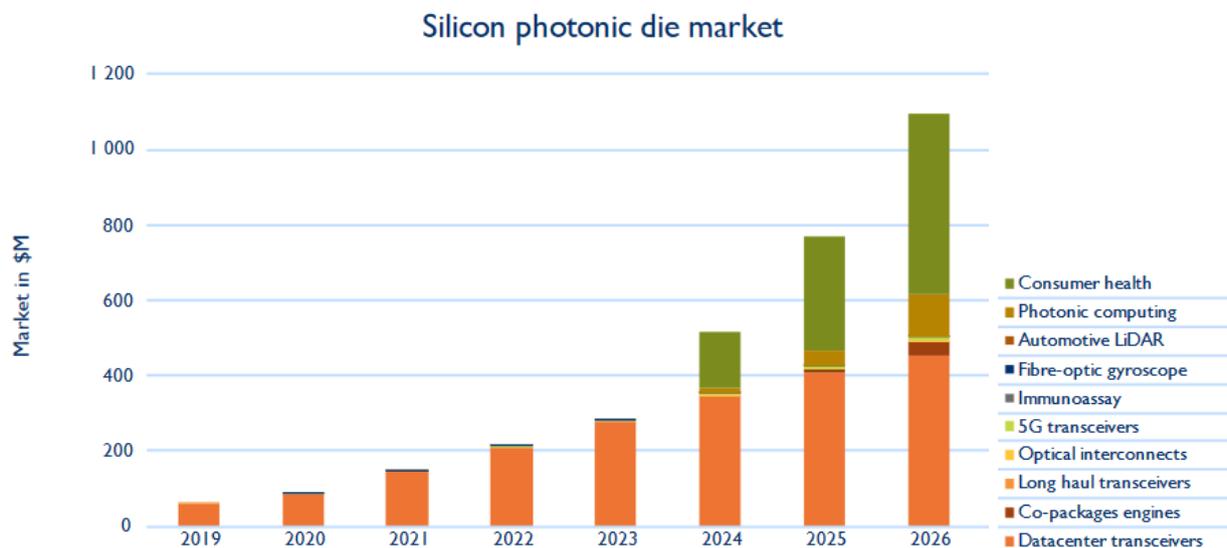


Figure 1 - Prévisions du marché pour les technologies photoniques sur silicium par application [8].

La photonique sur silicium est en cours de transfert du stade de recherche en laboratoire à celui de la production commerciale, notamment dans les domaines des télécommunications. Le silicium a été le premier constituant de base des premiers dispositifs à semi-conducteurs mais les dernières années ont été marquées par la mise en œuvre de composés, régulièrement utilisés dans la microélectronique comme nous le verrons par la suite, mais qui nécessite un niveau de

maitrise supplémentaire justifiant les activités de recherche entreprises par la communauté thématique du domaine.

1.1.2 Matériaux semi-conducteurs

Le nombre d'éléments chimiques et de composés utilisés dans la fabrication de semi-conducteurs a augmenté de façon spectaculaire au fur et à mesure de l'évolution des technologies et des applications adressées (Figure 2).

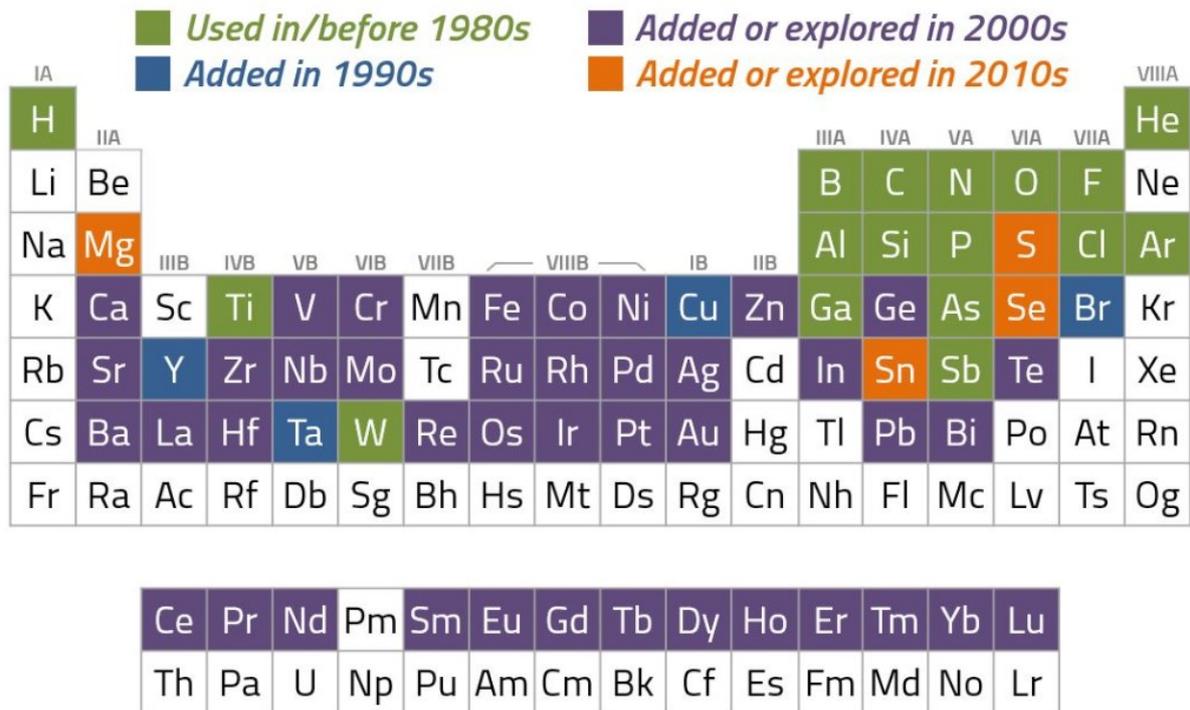


Figure 2 - Tableau périodique des éléments avec des marqueurs sur les éléments utilisés dans l'industrie du semi-conducteur [9].

Des applications émergentes, telles que la biodétection [10], la photonique quantique [11] ou encore la neurophotonique [12], nécessitent une couverture dans les bandes du visible ou du proche/moyen infra-rouge.

Il est donc souhaitable d'introduire de nouveaux matériaux présentant une très faible absorption à ces longueurs d'onde, tout en maintenant une capacité d'intégration compatible avec les processus de fabrication déjà existants. Le silicium est un matériau semi-conducteur avec une fenêtre de transparence entre 1100 nm et 8500 nm, ce qui en fait un matériau particulièrement compatible pour réaliser des structures optiques dans le domaine des télécommunications (Figure 3). D'autres matériaux peuvent alors être utilisés, tels que la silice ou le nitrure de silicium possédant des fenêtres de transparences aux plus basses longueurs d'onde.

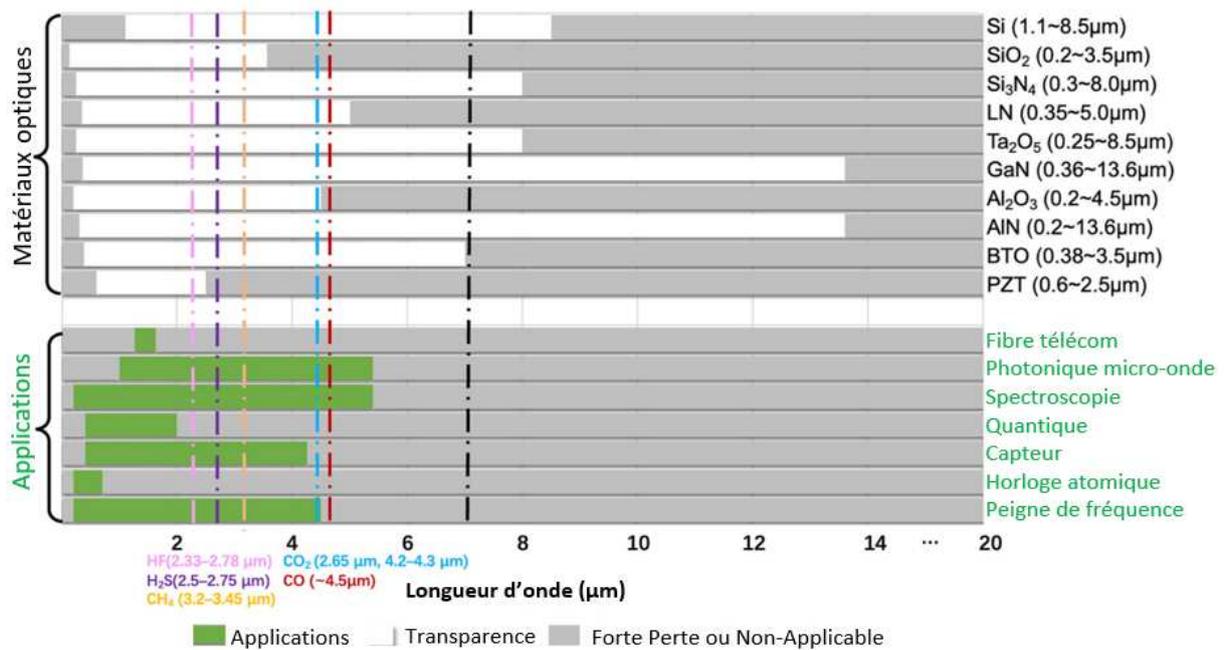


Figure 3 - Fenêtres de transparence de différents matériaux photoniques et applications visées sur différentes fenêtres spectrales [13].

Il est très difficile, pour un même matériau, d'offrir des solutions aux diverses exigences d'application sur une large bande spectrale. A ce titre, les circuits photoniques opérant dans le visible peuvent prendre appui sur une intégration hétérogène de plusieurs matériaux, tout en gardant à l'esprit que l'intégration doit être compatible avec les processus de fabrication sur substrat de silicium.

1.1.3 Matériaux polymères

Depuis plusieurs années, les matériaux polymères au service de la photonique intégrée font l'objet d'études intensives. La demande croissante de composants photoniques qui répondent à la fois à des critères économiques et à des exigences techniques a favorisé l'émergence de nouvelles technologies permettant une fabrication efficace sans trop compromettre les performances obtenues avec les matériaux semi-conducteurs et grand gap - diélectriques. Les technologies polymères sont en mesure de répondre à tous ces critères en permettant notamment une production en masse de circuits photoniques, à faible coût en parallèle sur des substrats plans [14], [15].

Les matériaux polymères présentent une variété de propriétés optiques intéressantes comme un large choix d'indice de réfraction couvrant de 1,3 à 1,7 et donnant accès à des contrastes d'indice élevés entre le cœur et la gaine [16]. La rapidité et les coûts relativement faibles de mise en œuvre constituent des atouts supplémentaires pour les polymères [17].

Parmi les polymères les plus utilisés pour la fabrication de structures optiques intégrées, nous trouvons :

- Le SU-8 (biphénol A d'éther glycidyle) avec un indice de réfraction optique de 1,56 ;
- Le PMMA (Poly Méthacrylate de Méthyle) avec un indice de 1,5 ;
- Le CYTOP (poly perfluoro butenyl vinyl ether) avec un indice de 1,33.

Certains polymères présentent de très faibles pertes par absorption aux longueurs d'onde visible. A ce titre, les travaux de *I. Assaïd et al.* montrent que le PMMA possède des pertes intrinsèques de $1,2 \cdot 10^{-4}$ dB/cm à 650 nm et deviennent insignifiantes à 1550 nm [18] ; Le SU-8 absorbe fortement la lumière dans la région proche de l'ultraviolet et montre une excellente transparence optique pour des longueurs d'onde supérieures à 400 nm [19], tandis que le CYTOP peut atteindre une transparence allant jusqu'à 90% dans la gamme de longueurs d'onde visibles [20].

Le développement de structures optiques à base de matériaux polymères a déjà été présenté : *C. Delezoide et al.* et *N-A. Kériel et al.* ont réalisé des capteurs optiques à base de microrésonateurs en polymère SU-8 atteignant respectivement des facteurs de qualité de $35 \cdot 10^3$ [21] et $72,9 \cdot 10^3$ [22]. Les travaux de *Y. Sanogo et al.* ont permis d'obtenir un facteur de qualité de $38 \cdot 10^3$ à partir du même matériau et des structures similaires [20].

Les travaux de thèse de *M. Diez* ont également porté sur des structures intégrées de type microrésonateur à partir de CYTOP fonctionnant dans le visible (532 nm) [4]. *D. Chauvin et al.* a développé des micro-hippodromes utilisant le CYTOP comme couche de gaine et le SU-8 comme couche de cœur de guides d'onde [23]. Ces études ont clairement montré l'intérêt de travailler avec des matériaux polymères.

1.1.4 Synthèse

Dans cette première partie, nous venons de montrer que les matériaux semi-conducteurs peuvent bénéficier d'écartés élevés en termes d'indice de réfraction par rapport à une couche de superstrat constituée d'air ou d'une solution d'analyte. Ce contraste d'indice conduit à un meilleur confinement et de faibles pertes par courbure. Ils peuvent alors être utilisés pour concevoir des structures à faibles dimensions. Toutefois, travailler dans le domaine visible limite l'utilisation du silicium en raison de la non-transparence de ce matériau dans cette gamme de longueur d'onde. En conséquence, d'autres matériaux inorganiques nitrurés tels que le nitrure de silicium (SiN) ou l'oxynitrure de silicium (SiON) sont mis en œuvre.

Parmi les différents matériaux utilisés pour travailler dans le domaine visible, les polymères constituent également un choix opportun en raison de leur faible coût, de leur simplicité et de la possibilité de les traiter à grande échelle.

Au cours des thèses précédentes conduites au laboratoire IMS de l'Université de Bordeaux (*F. Meziane* et *M. Diez*), un capteur composé d'un résonateur optique pour la détection de molécules dans l'eau, à base de polymères, a été mis au point. Ces travaux ont permis de développer un banc optique de caractérisation pour les structures fabriquées. Il a ainsi été possible de mettre en avant les limites de matériaux polymères, à savoir leur forte sensibilité

aux variations de températures extérieures. La thèse de *R. Robles*, également menée en cotutelle entre les Universités de Bordeaux et Sherbrooke a traité de la conception de structures en photonique intégrée à base de matériau SiON. Ces structures avaient pour objectif de permettre l'imagerie par synthèse d'ouverture dans le domaine visible. À cette fin, le doctorant a conçu des structures en photonique intégrée capables de fonctionner sur une large plage spectrale (> 100 nm).

Le point commun entre les travaux de *F. Meziane* et *M. Diez* a été de proposer une structure de détection privilégiant la détection volumétrique par colorimétrie, en utilisant l'amplification du champ évanescent dans l'analyte, tout en évitant la fonctionnalisation chimique de surface. Pour ce faire, les travaux ont porté sur des structures optiques à base de polymères, tandis que les travaux de *R. Robles* ont concerné des structures permettant la réalisation de fonctions optiques à base de matériaux inorganiques.

C'est dans ce contexte que s'inscrivent les travaux que nous allons mener dans le cadre de cette thèse. Les dispositifs de guidage réalisés seront basés sur deux grandes familles de matériaux :

- Le PMMA au titre des matériaux organiques,
- Le nitrure de silicium (SiN), l'oxynitrure de Silicium (SiON) et la silice (SiO₂) au titre des matériaux inorganiques.

L'objectif de cette thèse est double :

- Démontrer la faisabilité de mise en œuvre de dispositifs optiques de guidage (structure « ruban ») et de structures résonantes optiques capables de détecter des molécules spécifiques en milieu liquide, avec une sensibilité satisfaisante, en utilisant des matériaux organiques (polymères) et inorganiques (SiN, SiON) dans le domaine du visible.
- Modéliser, fabriquer et caractériser des guides d'onde enterrés robustes en technologie « full SiON » visant un fonctionnement monomode sur la plus large bande spectrale possible dans le visible.

1.2 Principales technologies optiques utilisées pour la détection

Une grande variété de matériaux et d'architectures existent et ont été testées pour la détection par voie optique. L'objectif des prochaines parties est de montrer la réflexion qui conduit des objectifs de l'étude décrit précédemment, à la décision de la structure optique.

Au vu des objectifs de la thèse mentionnés précédemment, l'analyse de l'état de l'art est cruciale pour prendre connaissance des solutions optiques déjà proposées et les comparer. A ce titre, il est nécessaire de définir les grandeurs fonctionnelles caractéristiques afin de comparer les dispositifs existants, à savoir :

- **La Sensibilité (S)** : De façon générale, elle correspond au rapport de la variation de l'indication du capteur et la variation du mesurande. Dans le cas de notre étude, une analyse de la variation de transmission du capteur en fonction de la variation de l'indice de réfraction du milieu à analyser sera effectuée pour définir la sensibilité.
- **La Limite de détection (*Limit of detection* ou LOD)** : Cette grandeur représente la plus petite quantité d'espèce détectable et se mesure en unité d'indice de réfraction (*refractive index unit*, RIU).

Ces grandeurs ne constituent pas les seuls « métriques » pour un dispositif de détection optique et, ci-après, nous dressons une revue, non exhaustive, des principales architectures offrant des capacités de détection optique et des principales propriétés & performances associées.

1.2.1 Capteur à base de fibre optique

Les fibres optiques sont largement utilisées pour les télécommunications à très haut débit de par leurs propriétés et performances à transmettre des signaux optiques notamment sur de très longues distances. Cette avancée a donné naissance à un moyen de communication, déployé à très large échelle, résistant aux interférences électromagnétiques basses fréquences et limitant les pertes optiques par propagation. Cette technologie est donc adaptée pour étudier le comportement des dispositifs optiques vis-à-vis des perturbations environnementales en mettant le cœur de la fibre en contact du milieu à analyser [24].

Le fonctionnement des fibres utilisées comme capteur est comparable à celui d'un guide d'onde ruban mais en considérant une géométrie cylindrique de guidage. La lumière est guidée dans la fibre (cœur), où une partie (gaine) est en contact avec le milieu à analyser. Dans la région de détection, la fibre optique est revêtue d'un matériau sensible à l'analyte à détecter. Lorsque le signal lumineux interagit avec le matériau sensible, ses propriétés (intensité ou son état de polarisation) changent avec la variation de concentration de molécules présentes dans le milieu [25].

Les fibres optiques peuvent être utilisées pour la fabrication de capteurs dits « à leviers ». Ce type de capteurs correspond à une structure mécanique qui se compose d'une poutre fixée à une extrémité et qui est libre de se déplacer à l'autre extrémité. Le cantilever est conçu de manière à fléchir ou à se déformer en réponse à certaines forces appliquées. Dans le contexte de détection mentionné précédemment, le cantilever est utilisé comme capteur de masse en mesurant les

changements de fréquence de résonance induits par l'adsorption de biomolécules sur sa surface. Pour exemple, nous pouvons citer les travaux de *F. Bokeloh et al.* [26] qui ont montré la possibilité de réaliser ce type de capteurs en une seule étape et dans un environnement sans salle blanche, en tant qu'extension du cœur de la fibre par une technique de fabrication à travers la fibre.

Des travaux ont également été portés sur des fibres optiques nanostructurées, telles que les fibres à cristaux photoniques. Ce type de capteurs, utilisant une partie microfluidique, intègre des guides d'onde creux où circule de l'analyte dans la structure optique. En raison de leur proximité avec le cœur optique, ces canaux peuvent avoir un bon chevauchement avec le mode optique de la fibre, ce qui en fait un candidat naturel pour les schémas de détection.

Pour exemple, les travaux de *D. K. C. Wu et al.* [27] présentent un capteur, fonctionnant à 1500 nm, capable d'atteindre une sensibilité de 38.10^3 nm/RIU et une limite de détection de $4,6.10^{-7}$ RIU. Toutefois, ces fibres à base de cristaux photoniques présentent une faible résistance mécanique la rendant très fragile lors de manipulations et des pertes élevées (2 à 7 dB/cm) en comparaison des guides d'onde sur puce à iso-longueur d'onde.

Bien que la sensibilité des fibres optiques nanostructurées soit élevée, cela nécessite des processus complexes de fabrication tels que l'amincissement ou la gravure de la fibre. De tels processus réduisent la résistance mécanique du capteur à fibre, rendant sa miniaturisation et son intégration relativement difficiles. Leur utilisation, en tant que solution commerciale, reste donc très limitée.

1.2.2 Détection par résonance plasmonique de surface

Le principe de détection par résonance de plasmons de surface (SPR pour « *surface plasmon resonance* ») consiste à générer une onde de surface, de polarisation transverse magnétique TM, se propageant à l'interface entre un métal et un diélectrique grâce aux électrons libres présents dans le métal qui interagissent avec la lumière incidente.

Les plasmons de surface sont dus à une excitation optique à l'interface entre deux milieux. Le premier milieu a une permittivité négative et contient des porteurs de charges libres (électrons dans un métal), tandis que le deuxième milieu a une permittivité positive (milieu diélectrique). Ces plasmons de surface sont essentiellement des ondes évanescentes se propageant le long de cette interface. Plus précisément, c'est un mode électromagnétique fondamental à l'interface entre deux milieux de permittivité opposée, présentant une fréquence propre.

En pratique, la méthode la plus courante pour exciter des plasmons est celle d'un couplage d'une source lumineuse à travers un prisme en exploitant le phénomène de réflexion totale interne et de l'angle critique associé. Le prisme d'indice de réfraction élevé dont une des faces est recouverte d'une couche métallique nanométrique elle-même en contact avec un milieu diélectrique de faible indice. Dans le cas de la Figure 4 ci-après où la lumière incidente arrive avec un angle supérieur à l'angle critique ($\theta > \theta_{\text{critique}}$) sur la surface du prisme, toute la lumière incidente est réfléchiée et une onde évanescente est produite sur cette interface. Cette onde peut se coupler avec un plasmon de surface à la jonction des deux milieux. Lorsque la lumière polarisée éclaire à travers le prisme la surface du capteur recouvert d'une fine couche métallique, celle-ci agit comme un miroir et la lumière sera réfléchiée. En changeant l'angle d'incidence et en suivant l'évolution de l'intensité lumineuse réfléchiée comme illustré sur la

Figure 4, on observe que cette dernière passe par un minimum. Pour cette valeur d'angle d'incidence appelé angle de résonance du plasmon de surface, la lumière vient exciter ce dernier.

Les capteurs, utilisant la SPR, sont largement utilisés pour la caractérisation et la quantification de molécules mais nécessitent de déposer une couche métallique entre le matériau diélectrique et le milieu à analyser.

La production scientifique, faisant référence à ce type de détection, ne fait qu'augmenter pour devenir aujourd'hui une méthode d'imagerie très utilisée en recherche mais également commercialement [28]–[30].

De tels capteurs ont démontré une excellente limite de détection (10^{-8} RIU) [31], [32]. Toutefois, un capteur SPR a une taille relativement grande et sa miniaturisation dans les plateformes de laboratoire sur puce reste très complexe, limitant encore aujourd'hui leur déploiement à large échelle en particulier pour des mesures *in-situ* [33].

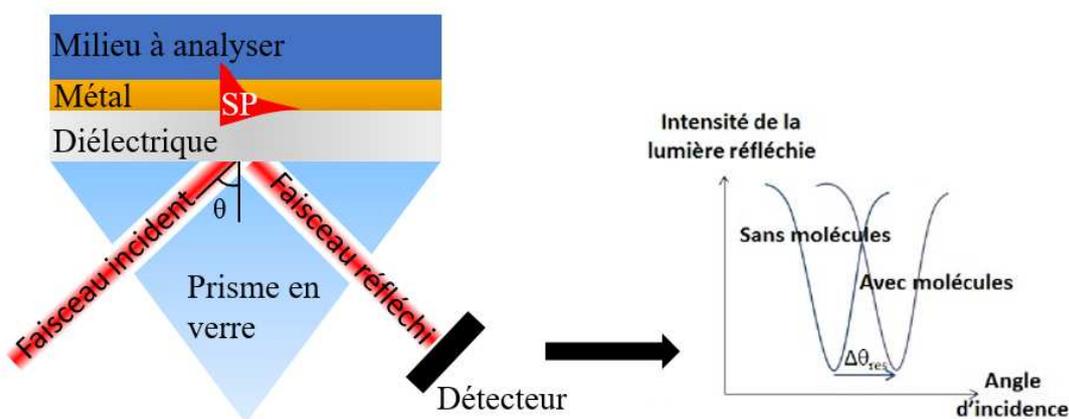


Figure 4 - Principe général de la technique de résonance plasmonique de surface [34].

1.2.3 Détection en optique guidée par perturbation du champ évanescent

1.2.3.1 Brefs rappels des conditions nécessaires à la propagation guidée

Avant de détailler les techniques de détection accessibles par la mise en œuvre de dispositifs développés en optique intégrée, nous allons procéder à un bref rappel de la propagation de la lumière dans des structures guidantes.

Deux approches, largement développées dans la littérature scientifique, permettent d'étudier la propagation de la lumière et ses principales propriétés dans une structure guidante :

- Une approche basée sur l'optique géométrique [35], [36],
- Et une autre méthode, basée sur la résolution des équations de Maxwell dans le cadre d'une approche ondulatoire [37], [38].

L'optique guidée utilise la propriété de base, à savoir le principe de réflexion totale interne aux interfaces afin de confiner et maîtriser la propagation de l'onde dans le cœur du guide. Un guide d'onde est donc un support de transport d'énergie lumineuse.

La forme la plus simple d'un guide, appelé guide « ruban », est composée d'un matériau considéré comme le cœur des guides, avec un indice de réfraction (n_c), déposé sur une couche de confinement, avec un indice plus faible (n_{cf}) et d'une couche supérieure appelée superstrat (n_{sup}) (Figure 5). Par un choix judicieux des indices de réfraction optique et des matériaux en présence, la très grande majorité de l'énergie lumineuse ($> 90\%$) est transportée par le cœur du guide.

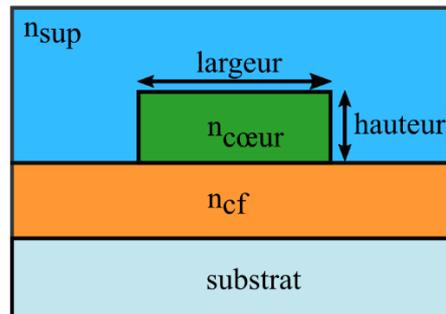


Figure 5 – Schéma représentatif d'un guide d'onde dit « ruban » (vue en coupe).

Afin d'obtenir la condition de réflexion totale interne dans le cœur, il est nécessaire que :

$$n_{sup} < n_{cœur} \text{ et } n_{cf} < n_{cœur}$$

Dans ce cas-là, le faisceau se propage selon différentes distributions spatiales possibles appelées « modes guidés ». L'indice effectif du mode guidé est propre à chaque mode. Il est donné par le rapport entre la vitesse de phase du mode et celle du vide.

Ces modes guidés ont une polarisation magnétique transverse (TM) ou électrique transverse (TE). De plus, le nombre de modes guidés existants dans un guide d'onde dépend de sa géométrie, des indices de réfraction des matériaux, de la longueur d'onde de travail et de la polarisation [39].

Lorsqu'un mode se propage dans le guide d'onde : une partie de l'onde se propage dans le superstrat (que l'on peut quantifier par le pourcentage de lumière dans le superstrat : Γ_{sup}), une autre dans le cœur (Γ_c), et le reste dans la couche de confinement (Γ_{cf}). Dans le cas d'une application de détection, seule la partie de l'onde au contact du milieu à analyser impacte la réponse optique. C'est l'interaction de cette onde évanescente avec le milieu à analyser qui permet de réaliser la transduction désirée.

Dans la suite du manuscrit, nous considérerons que la portion se propageant dans le superstrat constitue l'onde évanescente, à la différence de la définition connue dans la littérature qui représente la portion se propageant dans toute la gaine.

A ce titre, nous parlerons donc de taux de champ évanescent (EFR pour « *Evanescent Field Ratio* ») comme le pourcentage d'énergie lumineuse du faisceau se propageant dans le milieu à analyser. Il est très dépendant des dimensions du guide et des indices de réfraction des différentes couches.

1.2.3.2 Principes généraux de détection par perturbation du champ évanescent

Notre étude ambitionne de réaliser des structures guidantes permettant la détection de molécules spécifiques dans l'eau. Cette détection se fera par la perturbation de l'onde évanescente, comme nous allons le montrer.

Dans la suite de cette étude, un compromis sera fait sur l'optimisation du taux de champ évanescent. En effet, la sensibilité du capteur augmente proportionnellement à l'intensité lumineuse en contact avec le milieu à analyser. Néanmoins, la quantité de lumière sera également plus soumise aux pertes du guide, ce qui impactera les performances du capteur.

De manière générale, les capteurs optiques ont pour objectif de quantifier une variation de l'indice effectif du milieu à analyser au travers de la mesure d'une réponse spécifique. Cette réponse se traduit plus particulièrement par une variation de la transmission en fonction de la fréquence ou de la longueur d'onde.

En optique guidée, la propagation du mode principalement guidé est affectée par l'interaction entre l'onde évanescente et l'analyte placé au-dessus du cœur du guide (Figure 6).

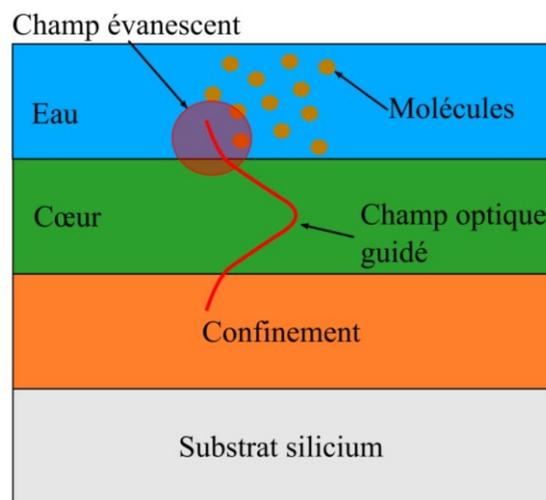


Figure 6 – Schéma représentatif de la détection par perturbation du champ évanescent se propageant au-dessus du cœur d'un guide d'onde.

A ce stade, la détection se fait par perturbation des conditions de propagation du champ évanescent et deux stratégies sont alors possibles :

- La première consiste en une détection surfacique (Figure 7.a), qui nécessite une étape de chimie sur la surface du capteur. Le greffage de récepteurs chimiques spécifiques à la surface du capteur permet d'immobiliser les molécules spécifiques présentes dans la solution. Cette méthode, largement usitée, est très sélective et offre de forts niveaux de sensibilité [40].
- L'autre possibilité s'appuie sur une détection en volume (Figure 7.b) : Cette technique ne nécessite pas de chimie de surface et permet d'obtenir des échantillons réutilisables, ce qui n'est pas toujours le cas avec un mode de détection surfacique.

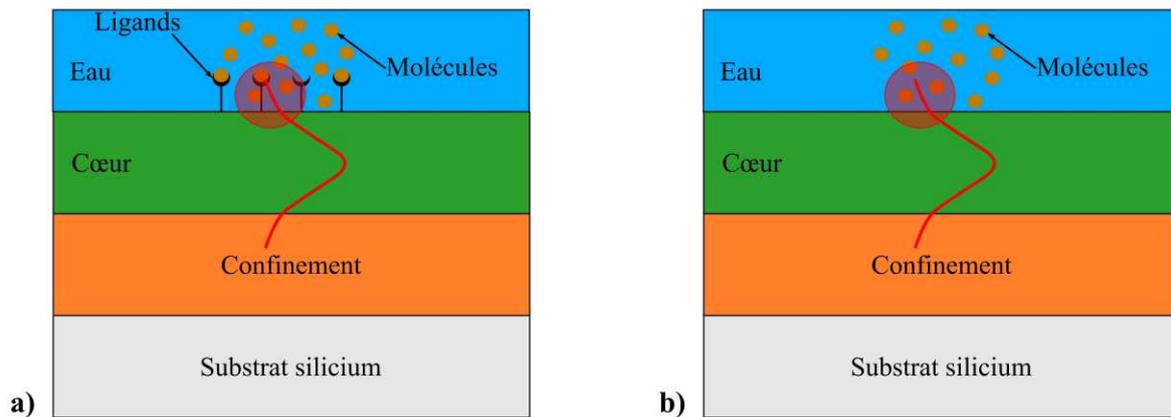


Figure 7 – Principes généraux de détection par perturbation du champ évanescent d’une structure guidante réalisée en optique intégrée : (a) détection surfacique ; (b) détection en volume.

La fonctionnalisation lors de la détection surfacique apporte à la fois une sensibilité et une spécificité de détection mais nécessite le dépôt de ligands chimiquement adaptés, qui allonge le temps de préparation et engendre des coûts supplémentaires de mise en œuvre.

Une détection en volume permet de simplifier la réalisation du capteur en s’affranchissant de cette étape de dépôt mais elle n’apporte, en revanche, aucune sélectivité intrinsèque. Toutefois, nous verrons par la suite comment répondre à cette problématique de sélectivité.

1.2.4 Principales grandeurs fonctionnelles caractéristiques des capteurs réalisés en optique intégrée

La présence de molécules en solution va engendrer une modification de l’indice de réfraction complexe de la couche de superstrat. Cette modification porte essentiellement sur la partie réelle et imaginaire de l’indice de réfraction complexe du milieu à analyser (n_{sup}) :

$$n_{\text{sup}} = n_{\text{Re}} + j n_i ; \text{ avec } n_{\text{Re}} \text{ la partie réelle et } n_i \text{ la partie complexe.}$$

Deux méthodes de mesure de la réponse optique d’un capteur à champ évanescent sont alors possibles :

- La mesure du décalage des raies de résonance du spectre de transmission (décalage spectral) ;
- La mesure d’absorption, qui se caractérise par une mesure de la variation d’intensité des raies de résonance à une longueur d’onde fixe.

Dans le cas d’un décalage spectral, la présence de molécules va engendrer une évolution de la position d’une raie de résonance, comme le montre la Figure 8. Le principe de cette méthode

de mesure consiste à suivre, à partir d'une solution de référence, l'évolution de la position d'un pic de résonance pour différentes concentrations de molécules dans l'analyte.

La sensibilité du dispositif est définie comme le rapport entre la variation du paramètre optique (décalage de la longueur d'onde), et la variation d'indice de réfraction du superstrat, qui est directement lié à la concentration de molécules présentes dans le milieu à analyser.

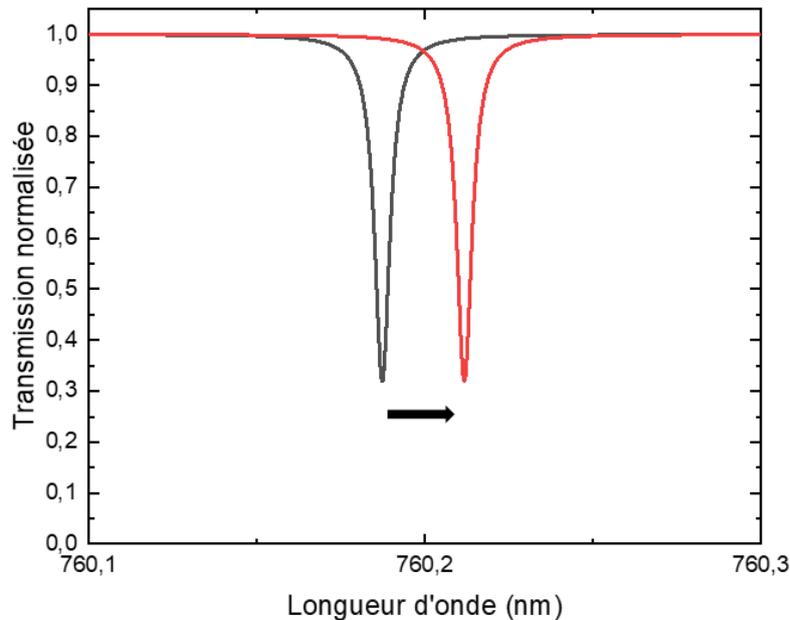


Figure 8 – Exemple de mesure effectuée à partir du décalage de la longueur d'onde de résonance. En noir, la courbe obtenue avec la solution de référence. En rouge, la courbe obtenue en présence de l'analyte (sous une concentration spécifique).

Cette technique est limitée par la plage spectrale de fonctionnement du capteur. Il est donc nécessaire d'utiliser une source de lumière accordable en longueur d'onde pour correctement observer le décalage d'une raie de résonance.

De manière générale, la spectroscopie d'absorption permet, à partir d'une signature de raies d'absorption d'un produit, de remonter à la répartition des composants qui sont l'origine de l'effet observé. La Figure 9 montre le spectre d'absorption de la nébuleuse planétaire HEN 3-1312 autour de $\lambda = 650$ nm, grâce auquel on peut remonter à sa composition, notamment la présence des éléments Ca(I), Fe(I) et Ba(II).

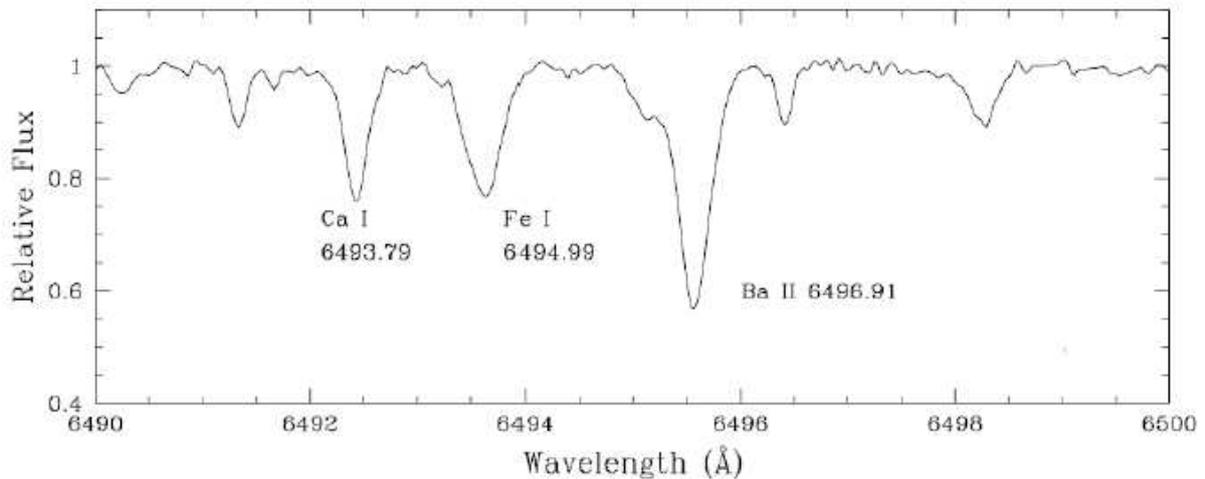


Figure 9 – Exemple de spectre d'absorption à haute résolution dans le domaine du visible de la nébuleuse planétaire HEN 3-1312 avec des lignes d'absorption caractéristiques des éléments Ca, Fe et Ba(II) ©2004 ESO [41].

Dans le cas d'une variation d'intensité, la présence de molécules se manifeste par une variation d'intensité lumineuse à une longueur d'onde spécifique, liée à la variation de la composante imaginaire de l'indice effectif de réfraction optique (Figure 10).

Cette variation d'intensité lumineuse est l'image d'une absorption d'énergie par les molécules présentes en solution. L'absorption sera maximale sous certaines conditions relatives à la formation complète du complexe colorimétrique et de la longueur d'onde d'étude. En conséquence, la partie imaginaire n_i est directement reliée au taux de décroissance de la puissance dans le mode guidé. Ici, la sensibilité du dispositif correspond au rapport entre la variation de perte de puissance transmise et la variation de la partie imaginaire de l'indice de réfraction du superstrat.

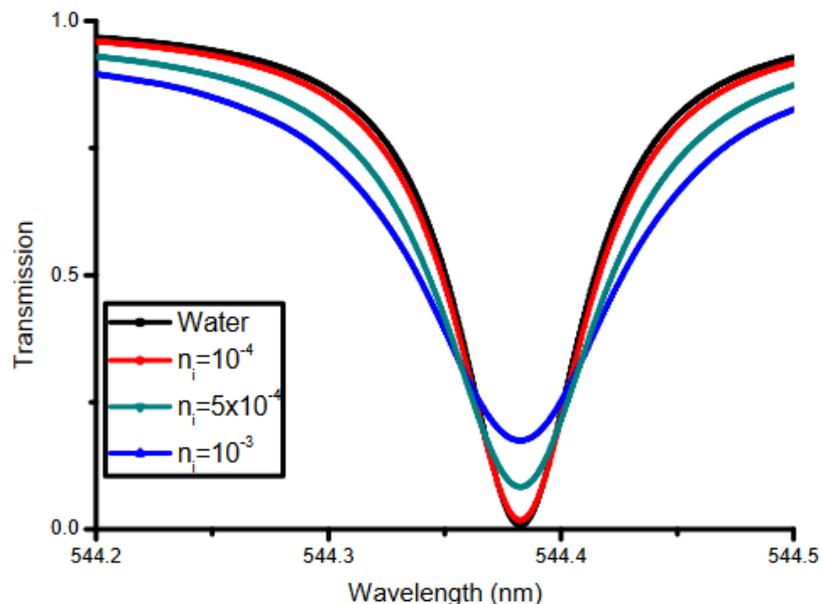


Figure 10 – Exemple de Spectre de transmission d'un résonateur à anneau pour différentes variations d'indice de réfraction complexe [4].

Pour ce projet de thèse, la détection de volume a été privilégiée à la détection surfacique en particulier dans l'objectif d'une plus grande simplicité de mise en œuvre, tout en considérant que la détection par fonctionnalisation chimique de surface reste une référence en termes de sensibilité et de sélectivité. Le défi de la détection en volume réside dans l'obtention d'une bonne sélectivité. Pour tenter de résoudre ce problème, notre choix s'est porté sur la mise en œuvre d'une réaction colorimétrique dans le domaine du visible. De cette manière, notre dispositif de détection ne réagira qu'aux molécules qui absorbent la lumière à la longueur d'onde d'absorption et gagner ainsi en spécificité qui, rappelons-le, est perdue dans le cadre d'une détection en volume [3]. Par ailleurs, les longueurs d'onde dans la gamme du visible présentent deux avantages majeurs :

- Une majorité des polluants de l'eau à détecter possèdent un spectre d'absorption dans le visible [4],
- Elles permettent de s'affranchir de l'absorption de la lumière dans l'eau.

Notre étude ambitionnera donc de montrer la faisabilité de réalisation d'un dispositif de détection opérant dans le domaine du visible, avec un double objectif :

- 1) De façon prioritaire, nous privilégierons une détection par la mesure du décalage des raies de résonance du spectre de transmission de nos dispositifs qui permettra d'évaluer les performances de ces derniers et de les comparer à l'état de l'art puisque cette technique de détection est largement utilisée par la communauté thématique,
- 2) Puis en fonction des résultats à l'issue de la fabrication des structures retenues, nous tenterons de réaliser une détection par la mesure de la variation d'intensité d'une raie de résonance à une longueur d'onde précise. Pour ce faire, nous synthétiserons, en collaboration avec à une équipe de l'Institut des Sciences Moléculaires de l'Université de Bordeaux une molécule absorbante à 760 nm et soluble dans l'eau : la sulfo-cyanine 7. Le spectre d'absorption de cette molécule sera caractérisé pour différentes concentrations grâce à un spectrophotomètre présent au Laboratoire Ondes et Matière d'Aquitaine (LOMA) de l'Université de Bordeaux, et dont le spectre d'absorption est présenté en Figure 11.

Cette molécule présente un pic d'absorption à la longueur d'onde de 760 nm que nous chercherons à détecter à travers une variation sur le coefficient d'absorption [3]. En effet, la sensibilité du capteur optique est directement liée aux variations de la partie imaginaire de l'indice effectif (n_i) à travers les pertes d'absorption du superstrat ($\alpha_{sup}(n_i)$) :

$$\alpha_{sup}(n_i) = \frac{4\pi n_i}{\lambda_{res}} \quad 1$$

Concrètement, cette modification sera détectée par une variation de l'intensité de transmission exaltée à la longueur d'onde de résonance (λ_{res}).

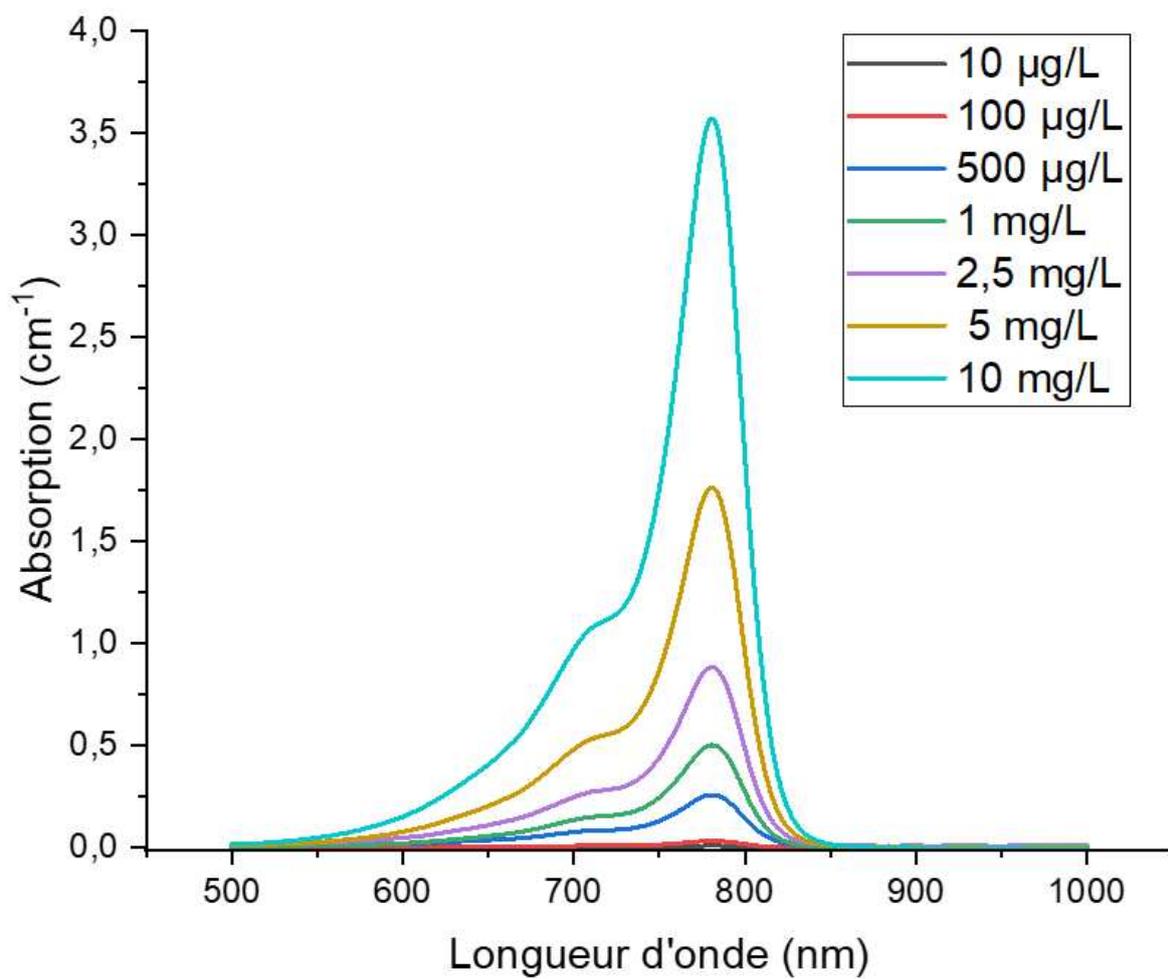


Figure 11 – Spectre d'absorption de la sulfo-cyanine 7 pour différentes concentrations (10μg/L à 10mg/L) en milieu liquide.

1.3 Les guides d'ondes au service de la détection par voie optique

Contrairement aux capteurs à fibres optiques ou en SPR, les capteurs en optique intégrée peuvent être miniaturisés et intégrés sur une petite surface avec les « systèmes sur puce » (SOC).

La section précédente s'est attachée à montrer l'intérêt des dispositifs guidants pour la détection en optique guidée par perturbation du champ évanescent qu'elle soit surfacique ou volumique. De tels dispositifs se basent sur une partie essentielle : le guide d'onde, qu'il soit rectiligne ou courbé voire formant un anneau en configuration de résonateur.

La suite de ce paragraphe a pour objectif de présenter, sans exhaustivité, les différents types de guide exposés dans la bibliographie et pour lesquels, nous présenterons les architectures technologiques et les performances intrinsèques.

1.3.1 Guide d'onde ruban

Le guide d'onde le plus communément utilisé est le guide « ruban » (*ridge waveguide* en anglais).

Les propriétés de guidage de la lumière sont, en partie, contrôlées par le gradient d'indice de réfraction aux interfaces superstrat/cœur ($\Delta n_{\text{sup/c}}$) et cœur/confinement ($\Delta n_{\text{c/cf}}$) (Figure 12). Plus ce gradient est faible et plus le mode principal se propage dans le milieu extérieur au cœur (couche de confinement ou superstrat).

Le choix de l'indice de réfraction, qui impactera les paramètres de fabrication, se fait de façon à obtenir les modes de propagation souhaités dans le guide d'onde.

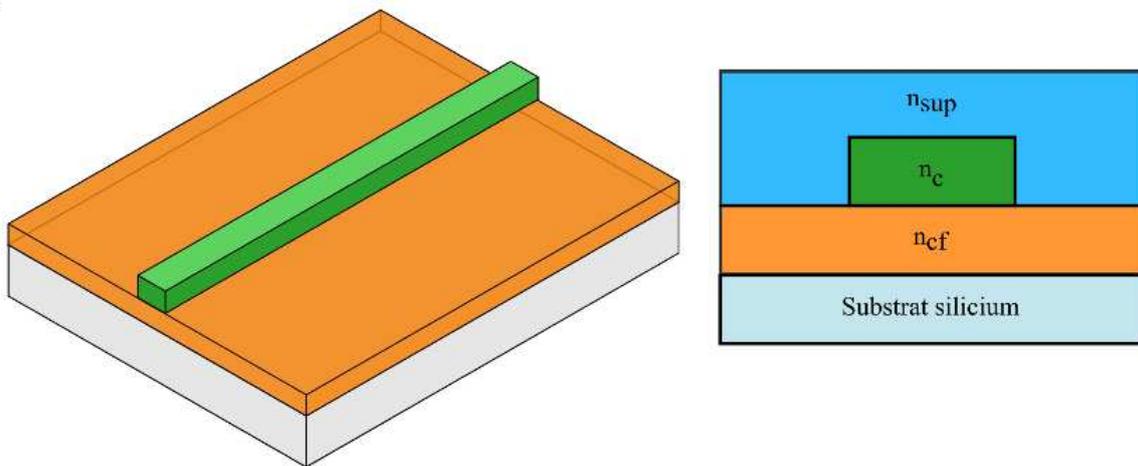
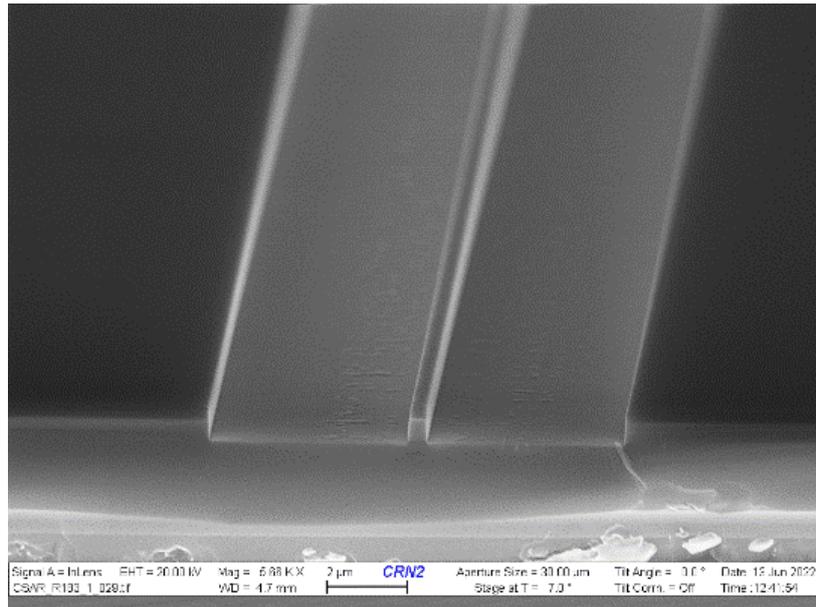


Figure 12 – En haut, une image réalisée au microscope électronique à balayage (MEB) d'un guide d'onde « ruban ». En bas, un schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » (vue 3D et en coupe)

Ce type de guide est très connu et utilisé dans de nombreuses applications de détection en milieu extérieur [8], [9], [10].

Les avantages de ce type de guide réside dans sa relative simplicité de fabrication utilisant les techniques issues de la microélectronique (dépôt de résine, photolithographie, gravure), et il a été démontré de faibles pertes par propagation, à savoir : 1,2 dB/cm à 635 nm [42] et < 1 dB/cm à 780 nm [45]

Ce type de guide utilise la perturbation du champ évanescent comme moyen de détection. Les performances de ces dispositifs sont limitées par le fait que la majorité de la lumière n'est pas en contact avec le milieu de détection puisqu'elle se trouve dans le cœur du guide. Néanmoins, il est possible de jouer sur les dimensions du guide et des indices de réfraction des couches pour amplifier le taux de champ évanescent.

1.3.2 Guides à fente

Afin d'exalter la sensibilité d'un capteur à guide « ruban », une possibilité réside dans la capacité à augmenter l'interaction entre la lumière et le milieu à analyser. Pour cela, la communauté scientifique a étudié différentes configurations de guide d'onde dans cet objectif.

De façon générale, le guide à fente (« *slot waveguide* » en anglais) a la particularité d'être composé de deux guides plans, séparés par un canal présentant un indice de réfraction optique plus faible et ouvert au milieu extérieur.

Pour les applications de détection, l'analyte s'infiltré dans le canal où se propage également la lumière. Ce type de guide utilise la perturbation de lumière se propageant directement dans le milieu à analyser comme moyen de détection (Figure 13).

La largeur du canal constitue un paramètre primordial. En effet, il est capital de laisser un espace suffisamment important pour que l'analyte s'insère facilement dans le canal. Dans le cas d'un guide à fente, le canal entre les deux guides est de l'ordre d'une centaine de nanomètres, ce qui présente un défi en termes de fabrication et peut poser un problème d'accès pour de grosses molécules à détecter (diamètre de l'ordre du micromètre) [46], [47].

Face aux inconvénients de détection en milieu liquide, l'utilisation des guides à fente pour la détection en milieu gazeux est privilégiée car elle permet de s'affranchir des limitations d'infiltration de l'analyte dans le gap et d'obtenir des niveaux de sensibilité relativement importants mais dépendant de la largeur de ce dernier. Pour exemple, la bibliographie rapporte :

- Une sensibilité de 490 nm/RIU avec un gap de 40 nm de largeur obtenue dans la bande 1520 – 1620 nm en milieu gazeux [47],
- Une sensibilité de 340 nm/RIU avec un gap de 150 nm obtenue à 1550 nm en milieu liquide [48].

De plus, des travaux ont été réalisés portant sur des microrésonateurs basés sur des guides à fente et opérant dans le visible pour la détection dans un milieu liquide, tel que le présentent les articles [49], [50].

Les guides d'onde à fente favorisent la propagation de la lumière au contact du milieu à analyser, ce qui permet d'atteindre des sensibilités élevées. Cela répond au problème rencontré par les guides d'onde « ruban ».

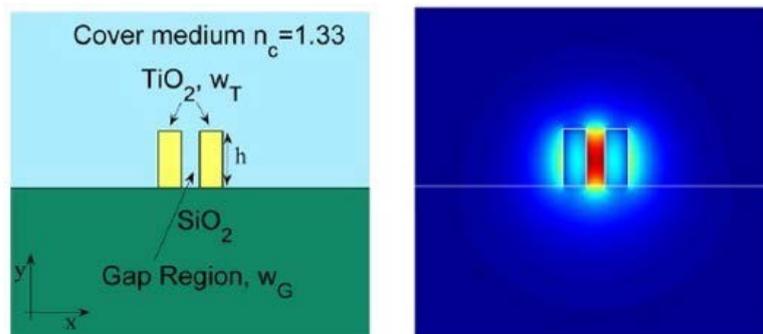


Figure 13 – Structure de guide d'onde à fente en TiO_2 pour la détection dans un milieu liquide. Profil du mode quasi-TE à 635 nm [50].

1.3.3 Guide ARROW

Dans l'objectif d'augmenter l'interaction lumière - milieu à analyser, les guides d'onde de type ARROW (« *Antiresonant reflecting optical waveguide* » en anglais) utilise le milieu extérieur comme « cœur » du guide d'onde [51], [52]. Ce type de guide utilise la perturbation de la lumière se propageant dans le guide, donc dans le milieu à analyser comme moyen de détection.

Les guides d'onde ARROW permettent le confinement et la propagation de la lumière grâce au phénomène d'interférences se produisant dans la structure de la gaine, constituée de couches minces avec une alternance des indices de réfraction (élevés et faibles).

On suppose un guide symétrique et composé de trois couches possédant respectivement des indices de réfraction n_1 , n_2 et le substrat n_s (avec $n_s > n_1 > n_2$). Le cœur du guide est creux.

La lumière se propage dans le guide d'onde par le biais des réflexions totales aux interfaces internes successives comme indiqué sur Figure 14. La largeur du cœur du guide est en général de l'ordre du micromètre et, comme pour les guides à fente, elle conditionne le volume de détection et donc les niveaux de sensibilité accessibles avec une telle structure.

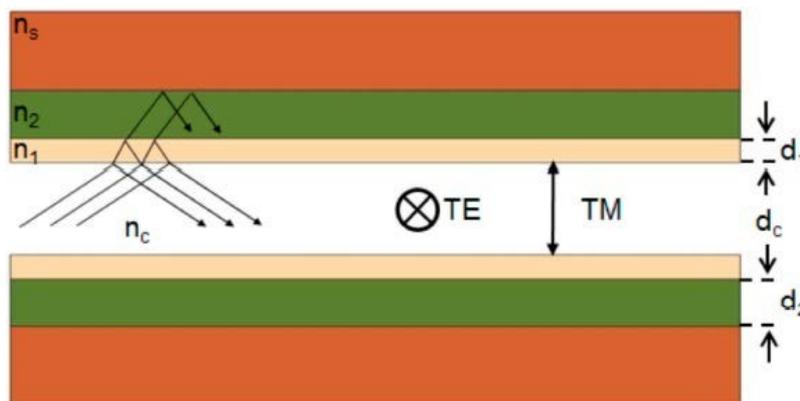


Figure 14 – Principe de fonctionnement d'un guide ARROW [53].

La fabrication reste similaire au guide « ruban » (empilement de couches) avec une couche sacrificielle (cœur du guide), qui sera retirée grâce à une solution spécifique.

La géométrie du guide influe aussi sur les performances du capteur comme le montre l'article de *D. Yin et al.* [54]. Un guide d'onde semi-cylindrique présente des avantages vis-à-vis d'un guide rectangulaire (Figure 15) : stabilité mécanique plus élevée, des parois de cœur plus lisses, et des pertes beaucoup plus faibles qui sont dû à une épaisseur plus uniforme des couches tout autour du cœur (0,0598 dB/cm à 633 nm mesuré avec un liquide : l'éthylène glycol).

Les travaux de *S. Campopiano et al.* font référence à des guides ARROW dédiés à une application de détection, présentant une sensibilité de 555,55 nm/RIU et une limite de détection de 9×10^{-4} RIU à 670 nm [51]. Les guides ARROW présentent de nombreux avantages offrant un grand volume de détection et de meilleurs résultats en termes de sensibilité et de limite de détection que les guides présentés dans cet état de l'art. La fabrication demande une étape supplémentaire mais reste semblable aux guides présentés précédemment.

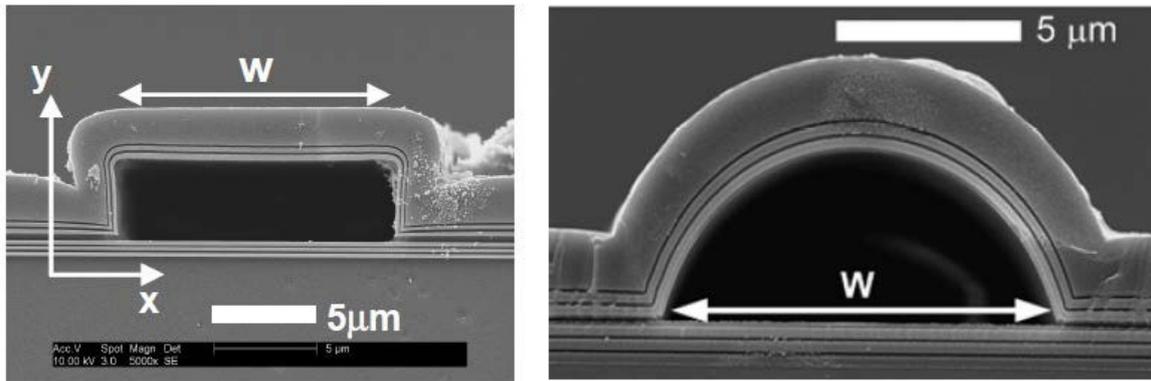


Figure 15 – Vue MEB de guides de type ARROW à cœur rectangulaire et courbe [54].

1.3.4 Guides à cristaux photoniques

Les guides à cristaux photoniques (« *Photonic crystals* » en anglais) sont composées d'un réseau périodique de structures de dimensions largement inférieures à la longueur d'onde utilisée (Figure 16) [55]. Les guides à cristaux photoniques ont été développés dans l'objectif d'augmenter les performances (sensibilité et limite de détection) [56]. Cependant, leur fabrication se complexifie à cause de la taille des motifs Il est aussi possible de rappeler le problème d'interaction avec les molécules ciblées puisque la lumière se propage sur un volume restreint. Ce type de guide utilise la perturbation du champ évanescent comme moyen de détection.

Les cristaux photoniques peuvent être intégrés dans des structures telles que les interféromètres de Mach-Zehnder (MZI) [57] ou dans les microrésonateurs en anneau [58]. A titre d'exemple, les travaux de J. Flueckiger et al. présentent un microrésonateur fabriqué à base de cristaux photoniques qui permet d'augmenter la sensibilité, tout en limitant les pertes [55]. Les structures sont réalisées en Si sur SiO₂, de largeur 500 nm et de hauteur 220 nm. Le capteur a démontré une sensibilité de 490 nm/RIU et une limite de détection de 2.10⁻⁶ RIU à 1550 nm.

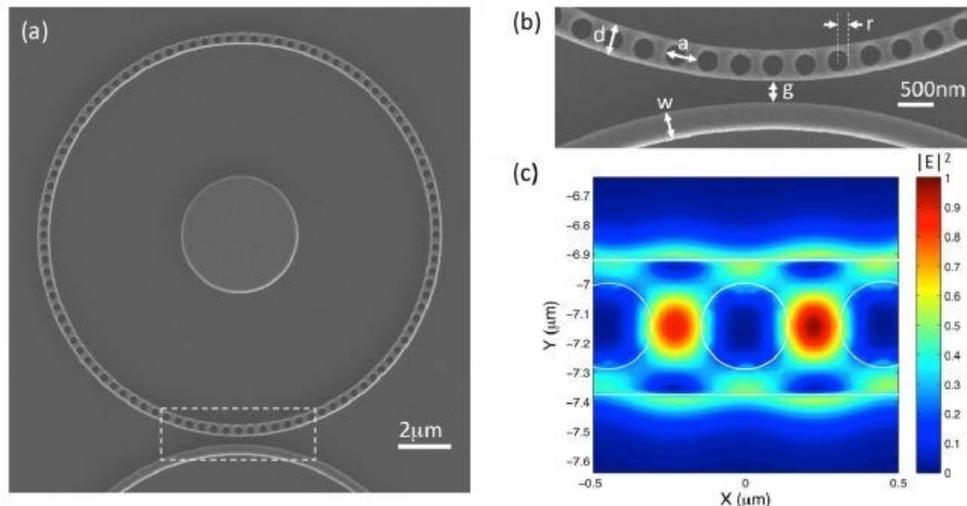


Figure 16 - (a)- Vue MEB d'un microrésonateur fabriqué à base de cristaux photonique (vue de dessus). (b)- Vue MEB de la région de couplage (zoom sur la région encadrée en pointillés de l'image (a)). (c)- Profil d'un mode optique modélisé en conditions de résonance (FDTD) [59].

1.3.5 Guides suspendus

A la différence des guides « ruban », l'intérêt des guides suspendus réside dans le fait que le cœur du guide est en contact avec le milieu à analyser à la fois au-dessus et en-dessous.

La fabrication des guides suspendus consiste à retirer une couche sacrificielle au-dessus ou en-dessous d'une couche centrale pour concevoir ces guides. L'objectif de l'élévation des guides permet de s'affranchir d'une couche de gaine. Le milieu à analyser entoure le cœur et, à ce titre, l'interaction entre la lumière et le milieu extérieur est plus importante. Ce type de guide utilise la perturbation du champ évanescent comme moyen de détection.

Ces guides peuvent être fabriqués par dépôt PECVD et photolithographie classique. Il est aussi possible de venir creuser la couche de confinement sous le guide par gravure humide [60]. Ils sont maintenus sur les côtés comme montre la Figure 17.

La majorité des guides suspendus, présentés dans la bibliographie, fonctionnent dans l'infrarouge. Il est cependant possible d'utiliser ce type de guide pour la détection dans le visible, comme le présente l'article de *Q. Cao et al.*[61] (633 nm). La fabrication de tels dispositifs nécessite un dépôt de couche d'or sur la surface des guides en Si_3N_4 , ce qui ne répond pas aux objectifs de ce projet de recherche.

Des applications dans le moyen infrarouge (3 – 5 μm) ont été démontrées avec des structures de type MZI, en utilisant des guides suspendus pour la branche de détection. *R. S. El Shamy et al.* atteignent ainsi de forte sensibilité de 7028 nm/RIU [62]. *J. S. Penades et al.* ont quant à eux réussi à réduire les pertes de ce type de guide à 0,82 dB/cm [60].

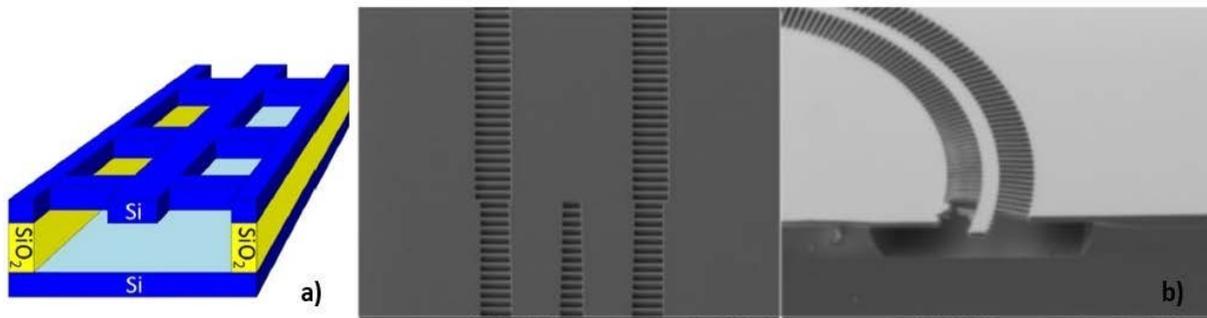


Figure 17 - a) Schéma représentatif d'un guide suspendu (vue 3D). b) Vues MEB d'une section d'un interféromètre multimodes (MMI) (vue de dessus) et d'une facette clivée avec quelques bandes de silicium détruites en raison du clivage [60].

1.3.6 Synthèse

Le Tableau 1 recense les avantages et les inconvénients de chacun des structures de guidage présentées précédemment. Ce tableau présente les performances propres sur lesquelles notre étude se focalise, en conservant à l'esprit, qu'à eux seuls, ils ne représentent pas un capteur complet.

Tableau 1 - Avantages et inconvénients des différentes structures de guidage utilisées en optique intégrée et présentées dans notre étude bibliographique.

Types de guides	Avantages	Inconvénients
Guides d'onde ruban	<ul style="list-style-type: none"> - Facile à réaliser - Facilité d'intégration de la plateforme microfluidique 	<ul style="list-style-type: none"> - Sensibilité moindre - Volume de détection moins important
Guides à fente	<ul style="list-style-type: none"> - Sensibilité élevée (détection dans le cœur du guide) 	<ul style="list-style-type: none"> - Accès difficile pour les grosses molécules - Difficile à fabriquer en raison du gap
Guides ARROW	<ul style="list-style-type: none"> - Sensibilité élevée (détection dans le cœur du guide) - Volume de détection important (dépend de la taille du guide) 	<ul style="list-style-type: none"> - Intégration à la plateforme microfluidique complexe
Guides à cristaux photonique	<ul style="list-style-type: none"> - Volume de détection important 	<ul style="list-style-type: none"> - Fabrication plus complexe - Accès difficile pour les grosses molécules
Guides suspendus	<ul style="list-style-type: none"> - Volume de détection important 	<ul style="list-style-type: none"> - Fabrication plus complexe - Peu robuste

Notre étude vise à réaliser une preuve de concept d'un dispositif capable d'une détection en volume de molécules spécifiques en privilégiant la perturbation du champ évanescent au-dessus du cœur du guide à l'instar d'une détection surfacique en utilisant une fonctionnalisation chimique de surface dédiée.

D'après cette revue bibliographique, les guides « ruban » apparaissent comme les plus adaptés pour atteindre cet objectif. Leur facilité de fabrication, comparée aux autres types de guides d'onde, permet d'envisager la réalisation d'une première solution de « capteur » dans le domaine du visible. Par ailleurs, les faibles pertes obtenues et présentées dans la bibliographie, à partir de procédés de fabrication classiquement mis en œuvre en microélectronique, doivent permettre d'obtenir de bonnes performances en termes de sensibilité et de limite de détection.

Toutefois, l'ambition d'augmenter la sensibilité de nos dispositifs de détection en volume (au détriment d'une perte de spécificité par rapport à la détection par fonctionnalisation de surface) mais également de réaliser des mesures de variation de l'amplitude des pics de résonance en fonction de la concentration de l'analyte, impose de mettre en œuvre une structure capable d'amplifier significativement l'interaction avec le milieu à analyser.

A ce titre, des structures interférométriques ont déjà fait leur preuve et la suite de ce chapitre va donc s'attacher à présenter celles que nous avons identifiées comme les plus pertinentes pour notre étude.

1.4 Structures optiques interférométriques

1.4.1 Dispositifs de type Mach-Zehnder

Il existe différents types d'interféromètre utilisables comme capteurs (interféromètre de Michelson, Fabry-Pérot...) [63] mais seul l'interféromètre de Mach-Zehnder (MZI) sera présenté dans cet état de l'art puisqu'il s'agit de la structure la plus utilisée en détection optique.

Le principe de fonctionnement est le suivant : la lumière incidente est injectée dans un guide d'onde d'accès puis est séparée équitablement par le biais d'une jonction en Y vers deux autres guides d'onde, le bras de référence et le bras de détection qui est en contact avec les molécules cibles (Figure 18). Les ondes se propageant dans chacun des guides se combinent et interfèrent après la deuxième jonction en Y.

L'ajout de molécules cibles à la surface du bras de détection modifie l'indice de réfraction du substrat de ce dernier, influençant la phase de l'onde propagée et donc les franges d'interférence à la sortie de l'interféromètre de Mach-Zehnder. La mesure de l'intensité lumineuse transmise permet de remonter à la différence de phase liée à la variation d'indice effectif.

La limite de détection obtenue pour ce type de structure est excellente en comparaison des autres structures de détection. *R. G. Heideman et al.* ont fabriqué et caractérisé un MZI basé sur un guide d'onde en technologie SiON pour la détection en milieu liquide. Avec cette structure, ils ont obtenu une limite de détection de $2 \cdot 10^{-8}$ RIU à la longueur d'onde de 633 nm [64].

Pour augmenter la sensibilité, différentes architectures sont proposées :

- *Q. Liu et al.* ont proposé la fabrication du bras de détection à base de guide d'onde à fente (bras de détection d'une dizaine de millimètres de longueur) [65]. Les guides d'onde sont fabriqués en Si_3N_4 sur SiO_2 de largeur 1 μm et de hauteur 400 nm. Les guides d'onde à fente ont chacun une largeur de 500 nm, avec un gap de 200 nm entre eux. La détection se fait en milieu liquide avec une solution d'eau et de NaCl. Une limite de détection de $5,4 \cdot 10^{-6}$ est obtenue à 1550 nm.
- *R. S. El Shamy et al.* ont mis en œuvre un bras de détection à base de guides suspendus en Si sur SiO_2 de largeur 800 nm. Les guides d'onde d'accès ont une largeur de 800 nm et une épaisseur de 1100 nm. L'objectif vise la détection en milieu gazeux. Les simulations montrent une sensibilité de 7028 nm/RIU à une longueur d'onde du moyen infrarouge (5000 nm) [62].
- *K. Qin et al.* ont fabriqués une structure MZI avec un bras de détection à base de guides à cristaux photoniques. La détection se fait en présence d'eau avec du sel à 1550 nm et une sensibilité expérimentale de 140 nm/RIU est démontrée [66].

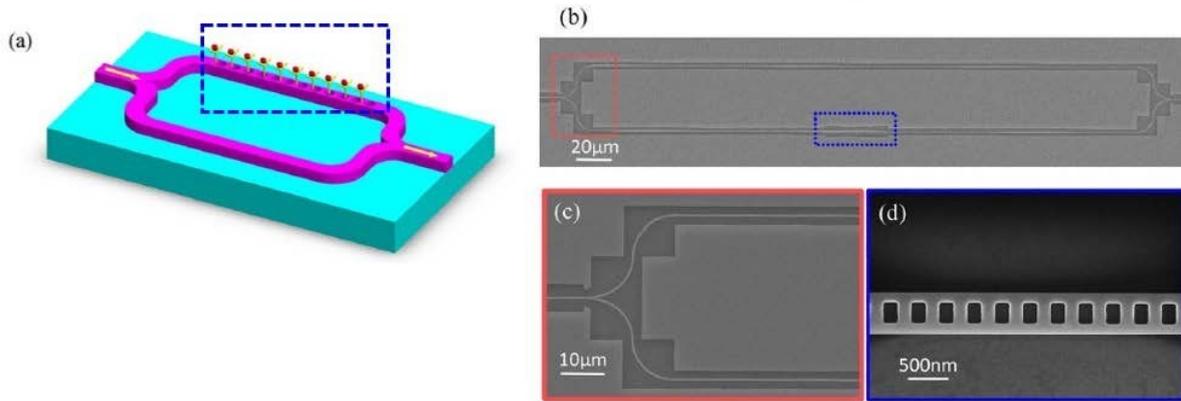


Figure 18 -. (a) Schéma d'un interféromètre de Mach-Zehnder (MZI). Le magenta représente la structure en guide d'onde (Si) et le cyan représente le substrat (SiO_2). Le cadre rectangulaire bleu représente la zone de détection en contact avec le milieu extérieur. (b) Vue MEB d'une structure MZI avec la zone de détection. La cadre rouge montre un agrandissement du séparateur d'entrée où la lumière sera séparée de manière équivalente (50/50) entre les deux guides du MZI. (d) Vue MEB de la zone de détection du MZI à base de cristaux photoniques (trous rectangulaires) [66].

1.4.2 Résonateur en anneau

Les résonateurs en anneau se composent d'un guide d'onde au sein duquel la lumière est injectée et d'un anneau en contact direct avec le milieu à analyser. Tous les types de guide présentés précédemment (Cf. section 1.3) peuvent être intégrés pour réaliser un microrésonateur.

Le résonateur optique en anneau (« *Optical ring resonator* » en anglais) est un système prometteur par sa forte densité d'intégration, sa structure modulable et son interaction avec le milieu à analyser.

Il bénéficie d'une interaction plus importante entre la lumière et le milieu extérieur, obtenue grâce une circulation redondante de la lumière dans la cavité. En se basant sur cette propriété, des dispositifs compacts avec une capacité de détection élevée peuvent être conçus.

Dans le cas le plus simple, il est constitué d'un guide droit « bus waveguide » et d'un guide en forme d'anneau, qui sont séparés par un gap.

- Le champ optique incident est injecté dans le guide bus puis est transmis dans l'anneau résonnant par un transfert d'énergie au niveau de la zone de couplage, comme présenté en Figure 19.
- Le champ optique incident (E_i) se propage dans le guide bus jusqu'à rencontrer la zone de couplage puis se sépare en deux parties :
 - Une première partie est directement transmise (E_t) avec un coefficient de transmission (τ).
 - L'autre partie (E_2) est couplée dans la cavité avec un coefficient de couplage (κ).

Après s'être propagé dans l'anneau, le champ subit des pertes optiques ainsi qu'un déphasage par rapport à l'onde incidente. Une partie de ce champ est couplée vers le guide « bus » avec un coefficient de couplage (κ). L'autre partie est transmise dans l'anneau avec un coefficient de transmission (τ). La zone de couplage est définie par la longueur de couplage et le gap entre l'anneau et le guide bus qui agit sur le taux de couplage de la lumière dans l'anneau [9].

Comme le montre le spectre de transmission de la Figure 19, trois paramètres se détachent pour caractériser et comparer les performances des résonateurs :

- Le facteur de qualité (Q), qui caractérise la durée de vie d'un photon dans l'anneau. Il peut se quantifier par le rapport de l'énergie emmagasinée sur l'énergie dissipée par période d'oscillation du champ dans le microrésonateur.
- Le contraste, qui caractérise la profondeur d'une raie de résonance.
- L'intervalle spectral libre (ISL), qui correspond à la distance entre deux pics de résonance et représente la dynamique du capteur. La présence de molécules en solution lors de la détection se manifeste par un décalage spectral des pics de résonance et/ou une modification du contraste de transmission. Cette technique est applicable à une grande gamme de concentrations d'analyte tant que la différence entre les pics de transmission n'excède pas la plage de longueurs d'onde propagées par le microrésonateur.

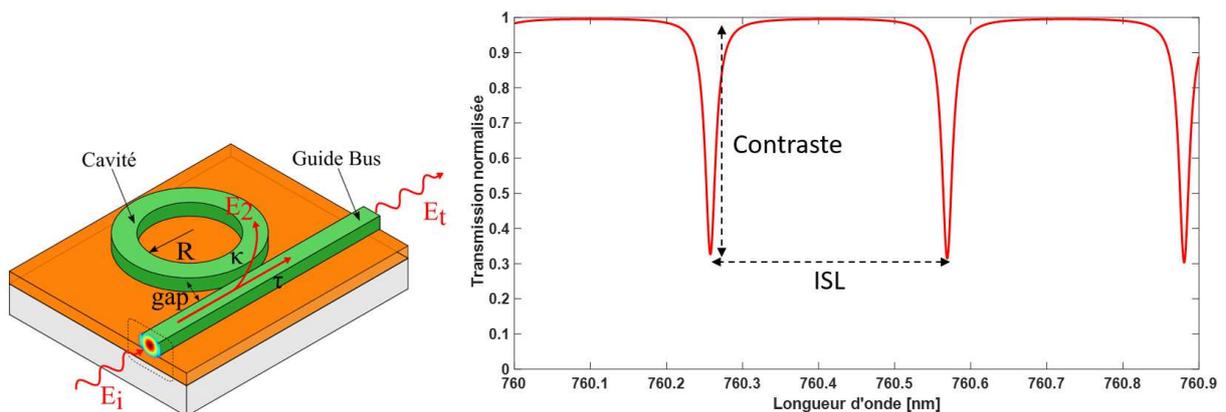


Figure 19 - A gauche, Schéma fonctionnel d'un résonateur en forme d'anneau. A droite, Spectre en transmission de la réponse du résonateur.

Les longueurs d'onde en phase avec les longueurs d'onde incidentes après un tour dans l'anneau, résonnent par interférences constructives dans la cavité. Les longueurs d'onde couplées de la cavité résonante vers le guide d'onde d'accès interfèrent destructivement avec les longueurs d'onde incidentes.

La mesure du spectre de transmission constitue une réponse typique des résonateurs en anneau. La Figure 19 met en évidence des extinctions de la transmission du résonateur pour chaque longueur d'onde de résonance.

Dans un résonateur en anneau, le gap entre le guide bus et l'anneau est un élément critique, responsable du couplage de la lumière entre les deux guides d'onde. Ce gap peut être réalisé verticalement ou latéralement (Figure 20).

Contrairement au couplage latéral, le couplage vertical n'expose en surface que la cavité. L'intérêt de ce type de couplage a été démontré dans la thèse de *C. Delezoide* [21]. La qualité du couplage entre le guide bus enterré et le résonateur peut être contrôlée finement puisque le gap vertical est contrôlé par le dépôt du matériau et par la gravure sèche. De plus, la qualité du couplage est peu sensible au désalignement entre deux guides d'onde et au parallélisme entre deux surfaces alignées verticalement.

Cependant, dans cette configuration, le guide bus est enterré dans la couche formant le gap. L'utilisation d'un couplage vertical nécessiterait donc des étapes supplémentaires alourdissant le procédé de fabrication, notamment avec l'utilisation de matériaux inorganiques comme le SiON.

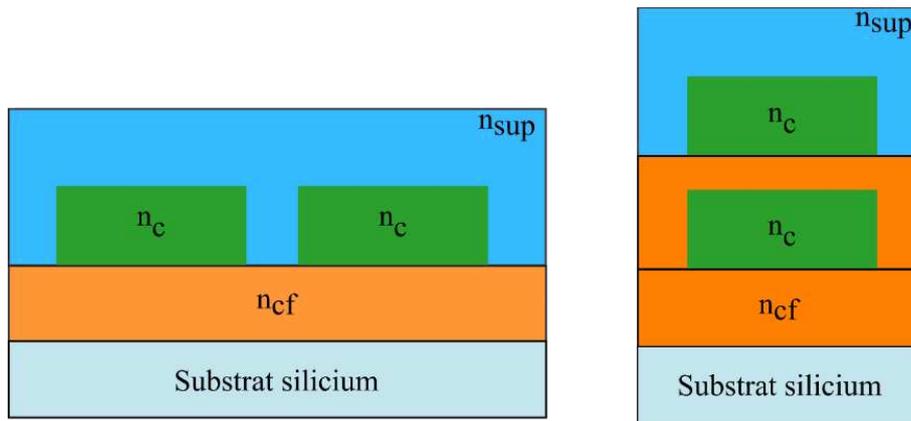


Figure 20 - Schéma représentatif des deux types de couplage entre deux guides d'onde : A gauche, le couplage latéral et à droite, le couplage vertical.

1.4.3 Synthèse

Le Tableau 2 recense les performances des différents guides et structures présentées dans l'état de l'art.

Tableau 2 - Récapitulatif des performances (sensibilité et limite de détection - LOD) des différentes structures.

Types de structure de détection	Type de guide	Sensibilité [nm/RIU]	Limite de détection – LOD [RIU]	Références
MZI	Guides suspendus (milieu gazeux)	7028	-	[62]
	Cristaux photoniques	103	-	[66]
SPR	-	-	10^{-8}	[31]
	-	356	$4,2 \cdot 10^{-6}$	[67]
Résonateurs en anneau	Guides d'onde à fentes (milieu gazeux)	490	-	[47]
	Guides d'onde à fentes (milieu liquide)	212	$2 \cdot 10^{-4}$	[49]
	Cristaux photoniques	248	-	[59]
		490	$2 \cdot 10^{-6}$	[55]
	Guides d'onde ruban	300	-	[68]
	Anneau en guides ARROW	700	$1,57 \cdot 10^{-6}$	[52]
	Guides d'onde ruban (Matériaux poreux)	560	$8 \cdot 10^{-5}$	[69]
Guides d'onde ruban (double microrésonateurs à effet Vernier)	2169	$8,3 \cdot 10^{-6}$	[70]	
ARROW	-	555	$9 \cdot 10^{-4}$	[51]
Fibres à cristaux photoniques	-	30100	$4,6 \cdot 10^{-7}$	[27]

Afin de répondre à nos objectifs, nous choisirons de porter nos efforts vers le développement de microrésonateurs en anneau à base de guides d'onde « ruban ». Pour cela, nous utiliserons à la fois de matériaux organiques (polymères) et inorganiques (semi-conducteurs) que nous sélectionnerons dans le chapitre 2, à partir des modélisations qui seront réalisées en utilisant différentes méthodes de simulation.

A notre connaissance, *A. Nitkowski et al.* ont déjà réalisé des mesures expérimentales de détection homogène basée sur une réaction colorimétrique pour la détection de molécules en milieu liquide à partir de microrésonateur en anneau. Pour cela, des guides en SiN sur Si de hauteur 200 nm et de largeur 420 nm permettant la détection d'un enzyme en milieu liquide à 650 nm, ont été développés [43], [71].

Dans ces deux études, la conception optimale de l'anneau et l'évaluation de la sensibilité de ces structures n'ont été que peu abordées. Néanmoins, de nombreux travaux ont été consacrés au

fonctionnement de la structure microrésonateur pour maximiser la sensibilité dans le cas d'une détection par décalage spectrale [72], [73].

Depuis 2018 et en s'appuyant sur les travaux de la communauté scientifique du domaine, le groupe de recherche de l'IMS porte un effort significatif sur l'optimisation du design des microrésonateurs capables de réaliser une détection robuste par spectroscopie d'absorption [40], [41].

Nous accorderons donc une attention particulière à l'optimisation de la conception de nos structures et ce sujet sera traité en détail dans le chapitre 2.

1.5 Guide d'onde à large bande spectrale

Un autre objectif de cette thèse adresse le développement de guides d'onde fonctionnant en régime monomodal sur la plus large plage possible du domaine du visible.

Ce type de structures trouve un véritable intérêt pour différentes applications, telles que les techniques d'imagerie interférométrique pour l'astronomie [76] ou des sondes neurophotoniques [12].

Une première phase a été conduite dans le cadre de la thèse de R. Robles (soutenue en 2022), portant sur la conception de briques de base en photonique intégrée pour la réalisation de fonctions optiques opérant dans une large bande spectrale du visible [6]. L'application finale visait un système d'imagerie haute résolution à synthèse d'ouverture et fonctionnant dans le domaine du visible.

Néanmoins, travailler à une longueur d'onde située dans le spectre visible présente un défi pour ce type d'applications. Afin de favoriser le développement de futures applications, il est donc intéressant de concevoir des structures capables de fonctionner sur une plage étendue de longueurs d'onde. Plusieurs groupes ont déjà travaillé sur des guides d'onde pouvant fonctionner sur une large bande spectrale : dans le bleu et ultra-violet [77], aux longueurs d'onde bleu du visible [12] ainsi que dans l'infra-rouge [44], [78], [79]. Les travaux de *A.Z. Subramanian* ont également porté sur le développement de guides d'onde fonctionnant dans le visible [80]. Néanmoins, ces travaux utilisent des dimensionnements de guide différents à chaque longueur d'onde (532 nm, 780 nm et 900 nm). La Figure 21 représente les longueurs d'onde de fonctionnement de différentes structures identifiées dans l'état de l'art. Les articles présentés sont répertoriés dans le Tableau 3.

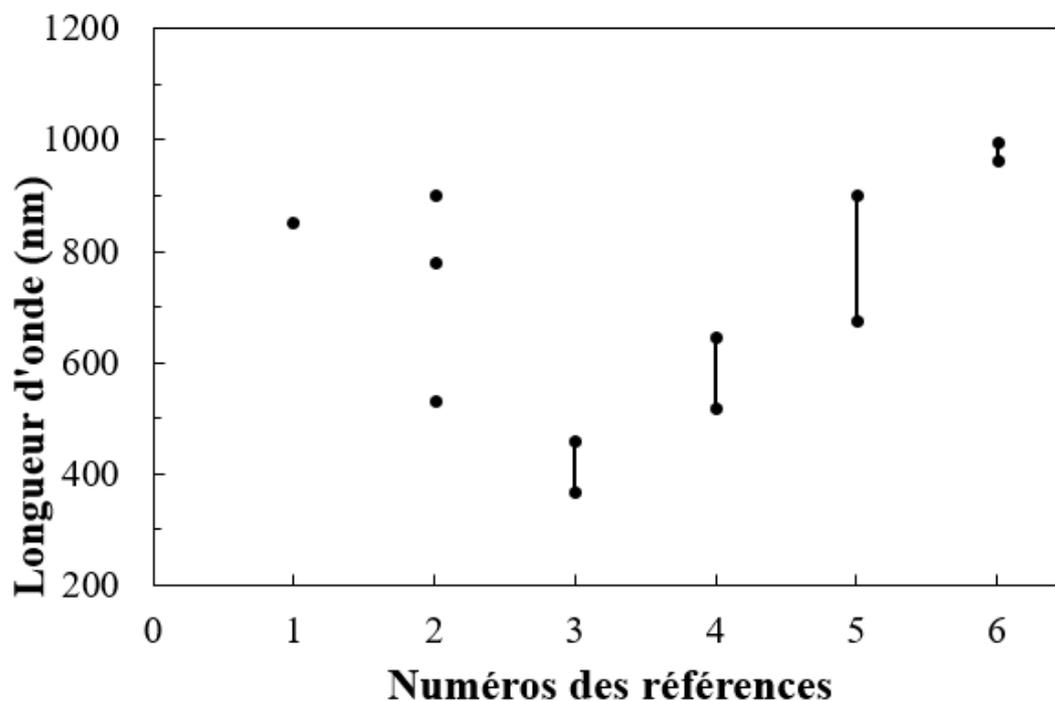


Figure 21 – Etat de l'art non-exhaustif de structures large bande spectrale fonctionnant à des longueurs d'onde proche du visible

Tableau 3 - Synthèse issue de la bibliographie présentant des guides d'onde monomode ayant une large bande spectrale d'utilisation.

Numéros	Références associées	Longueur d'onde (nm)	Dimensions des guides (hauteur x largeur)	Matériaux
1	[81]	850	1,1 μm x 2,2 μm	SiON/SiO ₂
2	[80]	532 / 780 / 900	180 nm x 450 nm	Si ₃ N ₄ /SiO ₂
3	[77]	370 – 460	100 nm x 500 nm	AlN/SiO ₂
4	[12]	520 – 648	200 nm x 520 nm	SiN/SiO ₂
5	[78]	676 – 900		Ge/verre borosilicate
6	[79]	965 – 995	200 nm x 850 nm	SiN/SiO ₂

Nous chercherons à obtenir des guides fonctionnant dans le visible en utilisant une unique structure guidante. Pour ce faire, la minimisation des pertes optiques des guides est un point clé. Les pertes par absorption des matériaux constituent un défi pour fonctionner à des longueurs d'onde visible et, à ce titre, les matériaux inorganiques à base de nitrure de silicium (Si_xN_y) sont intéressants pour relever ce défi et, plus particulièrement, l'oxynitrure de silicium (SiON) qui a été largement étudié dans cet objectif [82].

Une étude de *Rebib et al.* présente une caractérisation de différentes compositions de SiON déposées par pulvérisation cathodique réactive aux longueurs d'onde visible. Cette étude montre que les couches de SiON ont une transmission de plus de 70 % dans le visible [83].

Dans l'idée de limiter les pertes des guides, nous utiliserons la technologie des guides ruban telle que présentée précédemment. Différents travaux ont déjà mis en œuvre ce type de guides avec le SiON dans le visible et relate d'excellentes performances. *Choo et al.* montrent que les pertes par absorption du SiON pour leurs guides peuvent être négligées à partir de 310 nm et présentent des pertes inférieures à 0,8 dB/cm à 850 nm [84], [85].

Pour isoler complètement nos guides des perturbations extérieures, nous utiliserons la configuration dite enterrée (« *Buried Waveguide* » en anglais) (Figure 22). Ce type de configuration a déjà été étudié avec une structure ruban en SiON dans le proche infrarouge à 850 nm [81] et 1550 nm [86].

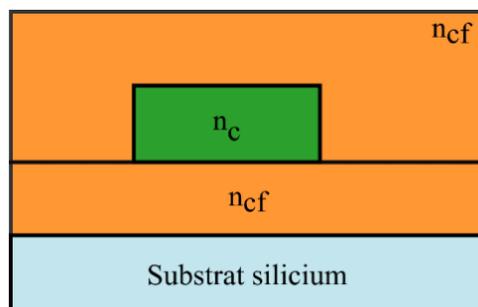


Figure 22 – Schéma représentatif d'un guide d'onde enterré

Le travail conduit dans le cadre de cette thèse s'inscrit dans le prolongement des travaux menés par R. Robles, en s'attachant à :

- Consolider le procédé de fabrication des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON » ;
- Caractériser plus finement la contribution de chaque type de pertes ;
- Mieux évaluer la bande spectrale sur lesquels pourront opérer ces structures guidantes.

Conclusion

Ce chapitre a débuté par une brève revue des matériaux utilisés en optique intégrée et nous avons présenté les avantages et les limitations du silicium.

Dans l'objectif d'opérer dans le domaine du visible, nous avons ensuite présenté les matériaux semi-conducteurs ainsi que les matériaux organiques et leurs principaux intérêts pour notre projet.

Dans une deuxième partie, les principales solutions technologiques optiques utilisées pour la détection ont été abordées et ont permis de décrire les capteurs à base de fibre optique, la détection par résonance plasmonique de surface et la détection en optique guidée par perturbation du champ évanescent. Cette dernière, qui fait l'objet d'étude de cette thèse, est détaillée en prenant appui sur de brefs rappels des conditions nécessaires à la propagation guidée et la description des différentes méthodes de détection par perturbation du champ évanescent (surfactive et volumique). La détection de volume est privilégiée à la détection surfactive en particulier dans l'objectif d'une plus grande simplicité de mise en œuvre, tout en considérant que la détection par fonctionnalisation chimique de surface reste la référence en termes de sensibilité et de sélectivité.

L'intérêt des dispositifs guidants pour la détection en optique guidée par perturbation du champ évanescent, qu'elle soit surfactive ou volumique, a été montrée et de tels dispositifs se basent sur une partie essentielle : le guide d'onde qu'il soit rectiligne ou courbé voire formant un anneau en configuration de résonateur. Les différents types de guide exposés dans la bibliographie sont donc présentés et plus particulièrement, leurs architectures technologiques et leurs performances intrinsèques sont détaillées.

Dans l'objectif d'obtenir la plus grande interaction possible avec l'analyte, nous avons montré tout l'intérêt des structures interférométriques et en particulier des résonateurs en anneau à base de guides « ruban », qui constitueront l'architecture que nous privilégierons comme brique de base de nos « capteurs ». Nous accorderons donc une attention particulière à leur optimisation et ce sujet sera traité en détail dans le chapitre 2.

Les précédentes thèses effectuées au sein du groupe du Laboratoire IMS de l'Université de Bordeaux ont validé le principe d'utilisation de matériaux polymères pour envisager des capteurs optiques, basés sur une technique de détection par absorption de volume sans fonctionnalisation chimique de surface.

Notre problématique s'inscrit dans cette dynamique mais, parmi les défis de ce projet de recherche, l'aspect robustesse des performances en conditions opérationnelles et le souci d'obtenir un capteur réutilisable, sont primordiaux. Nous travaillerons à partir de matériaux organiques et inorganiques en vue de comparer leurs performances.

Un autre objectif de cette thèse adresse le développement de guides d'onde fonctionnant en régime monomodal sur la plus large bande spectrale possible du domaine du visible. Ce type de structures trouve un véritable intérêt pour différents domaines, tels que les techniques d'imagerie interférométrique pour l'astronomie (synthèse d'ouverture) ou les sondes neurophotoniques.

Le travail conduit dans le cadre de cette thèse s'inscrit dans le prolongement des travaux menés par R. ROBLES (thèse soutenue en 2022) en s'attachant à :

- Consolider et optimiser le procédé de fabrication des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON »,
- Caractériser et quantifier plus finement la contribution de chaque type de pertes,
- Mieux évaluer la bande spectrale sur lesquels pourront opérer ces structures guidantes.

Le prochain chapitre sera consacré à la modélisation des différentes structures, présentées dans le chapitre 1, et plus particulièrement, des microrésonateurs à base de guides « ruban » réalisés d'une part, en matériaux organiques et d'autre part, en matériaux inorganiques.

Chapitre 2 : Simulation numérique des performances optiques des structures retenues opérant dans le visible

Dans ce second chapitre, la modélisation des différents dispositifs de guidage souhaités, en vue de la simulation de leurs performances optiques, est présentée.

Comme précédemment évoqué, rappelons que l'objectif de cette thèse est double :

- La fabrication de dispositifs passifs de guidage, réalisés en optique intégrée, en vue de démontrer la faisabilité d'une détection de polluants de l'eau dans le domaine du visible. A ce titre, le chapitre 1 a permis d'établir un état de l'art non exhaustif des systèmes de détection les plus couramment déployés en optique intégrée et notamment sur plateforme silicium. Nous avons décrit la méthode de détection et la structure retenue pour cette application, à savoir le microrésonateur en anneau (OMR). Pour cela, des matériaux de type organique et inorganique ont été utilisés dans le but d'évaluer et de comparer leurs performances.
- Le développement de structures optiques fonctionnant sur une large plage de longueur d'onde constitue l'autre défi de cette thèse. L'objectif est de se placer dans le domaine du visible pour le rendre exploitable à différentes applications relevées dans le chapitre 1. En effet, dans le chapitre précédent, nous avons également décrit les différentes structures opérant dans de larges bandes spectrales présentées dans la bibliographie. La configuration de guide d'onde enterré semble la plus adéquate pour réaliser de telles performances. Nous présenterons donc le travail de modélisation d'un tel guide d'onde en vue d'un fonctionnement sur une large bande spectrale dans le visible.

Ce second chapitre est structuré en trois grandes parties. Une première section traite des différents algorithmes mis en œuvre pour modéliser la propagation d'une onde dans un guide. En effet, les caractéristiques physiques des guides déterminent les propriétés de propagation de la lumière et différentes méthodes de modélisation, largement explicitées dans la bibliographie, ont été développées à cet effet.

De façon générale, de telles méthodes consistent à modéliser le comportement du système en présence de stimuli externes (signaux électriques et optiques). En conséquence, une étude comparative entre les outils logiciels utilisant ces méthodes sera réalisée afin de déterminer lequel sera utilisé pour la suite du projet. Compte tenu de la spécificité de nos structures, visant une détection d'analytes spécifiques placés au-dessus de la zone sensible (anneau résonant), l'impact du choix des matériaux et le dimensionnement des guides sur le taux de champ évanescent sont explicités.

Dans une seconde partie, nos simulations porteront sur la modélisation de la réponse spectrale d'un guide d'onde en fonction des différents paramètres de fabrication (taille, indice de réfraction, matériaux). Elles permettront de mieux comprendre les phénomènes physiques mis

en jeu dans un microrésonateur optique pour optimiser ses performances en vue de la détection de polluants en milieu aqueux. Une synthèse des différentes structures, qui seront fabriquées dans le cadre de cette thèse, est présentée à la suite.

Enfin, nous exposerons le travail de modélisation d'un guide d'onde enterré, spécifiquement développé pour fonctionner sur la plus large bande spectrale possible dans le domaine du visible.

2.1 Méthodes de modélisation des dispositifs de guidage

De façon générale, la modélisation des phénomènes physiques associés permet de mieux comprendre la propagation des champs électromagnétiques dans les guides d'onde. Pour cela, des méthodes analytiques et numériques ont été implémentées afin de prédire différentes propriétés : modes guidés, indice effectif, taux de champ évanescent et pertes associées en fonction des caractéristiques des guides (matériaux et dimensions).

Dans la suite de ce paragraphe, nous allons comparer les méthodes les plus couramment usitées pour l'étude de la propagation d'une onde électromagnétique dans un guide [87], [88]. Ces méthodes peuvent être décomposées en deux grandes familles

- La première famille représentée par la méthode de l'indice effectif (EIM pour « *Effective index method* »).
- La deuxième famille regroupant les méthodes numériques et permettant l'extraction des modes propres ; par éléments finis (FEM pour « *Finite Element Method* »), par différences finies (FDM pour « *Finite Different Method* ») et par FMM (pour « *Film Mode Matching* »),

2.1.1 Méthode de l'indice effectif (EIM)

Le calcul des modes optiques se fait dans une section transversale d'une géométrie de guide d'onde à une fréquence particulière. La méthode de l'indice effectif (EIM) permet de ramener la résolution d'un problème analytique d'une équation à deux dimensions (x et y) à la résolution de deux équations à une dimension : un guide plan dans la direction ($0x$) et un guide plan dans la direction ($0y$).

Ici, nous prenons le cas d'un guide *ridge* enterré (*burried channel waveguide* en anglais) avec $n_{\text{conf}} = n_{\text{sup}}$. Cette méthode de l'indice effectif est largement décrite dans la bibliographie [23], [34], [88]–[90] et nous rappelons ici les principales étapes :

- 1) La première étape consiste à séparer les différentes sections du guide en trois sections étudiées de façon indépendante comme s'il s'agissait de trois guides d'onde plans différents (Figure 23- Etape 1).
- 2) L'étape suivante résout l'équation de dispersion dans chacune des régions. Les régions I et III ne sont constituées que d'un seul milieu et leurs indices effectifs sont égaux à n_{sup} ($n_{\text{eff,I}} = n_{\text{eff,III}} = n_{\text{sup}}$). L'indice effectif de la région centrale (région II) est calculé en

solutionnant l'équation de dispersion obtenue à partir des équations de Maxwell [20] (Figure 23 - Etape 2).

- 3) Au final, l'indice effectif n_{eff} est calculé en considérant un guide plan selon la direction ($0y$), avec un cœur de largeur w et d'indice : $n_c = n_{\text{eff,II}}$, $n_{\text{sup}} = n_{\text{conf}}$. (Figure 23 - Etape 3).

Les composantes TE et TM du guide *strip* d'origine sont obtenues à partir de la composante des modes TM et TE, respectivement du guide d'onde plan selon la direction ($0y$).

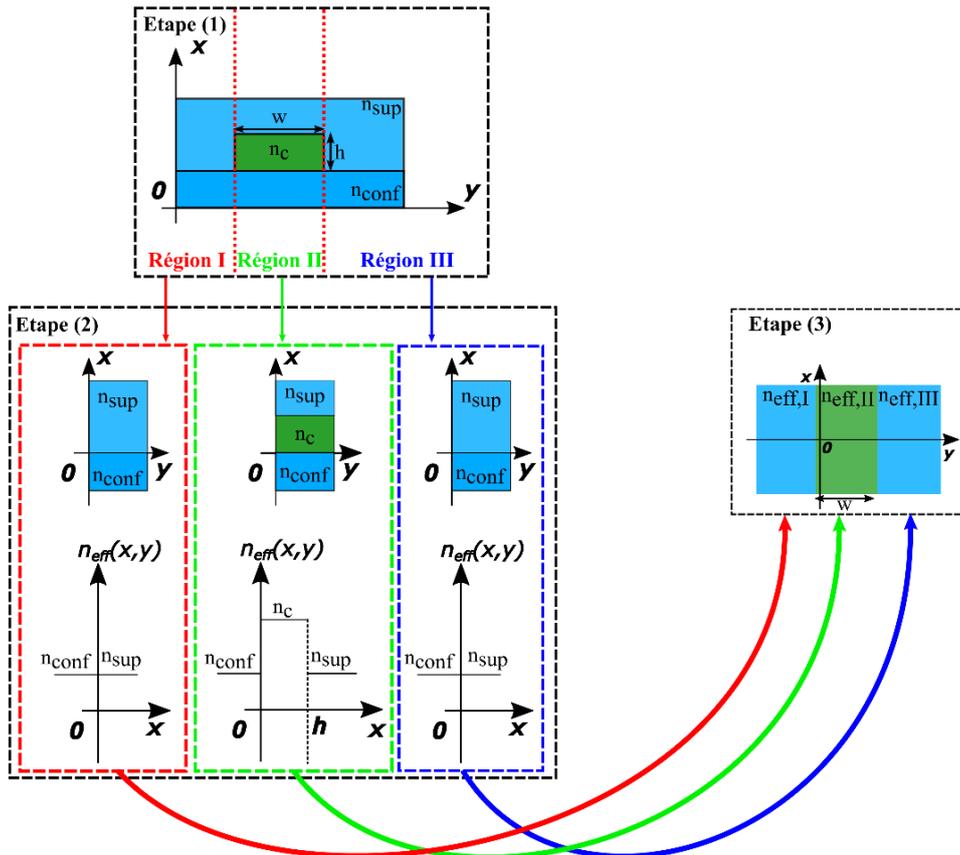


Figure 23 - Principales étapes de la méthode de l'indice effectif appliqué à un guide plan dont les caractéristiques sont données en étape 1.

2.1.2 Méthode numérique pour le calcul des modes propres

En plus de la méthode analytique vu précédemment, il est possible de modéliser la propagation de la lumière dans un guide d'onde à l'aide d'outils numériques. Les méthodes de calcul numérique FEM, FDM et FMM permettent d'étudier et comprendre la propagation des champs électromagnétiques dans un guide. Elles sont utilisées pour résoudre des équations différentielles en les convertissant en un problème numérique, qui peut être résolu par des techniques d'algèbre matricielle [91].

- La méthode FEM cherche une fonction, solution d'une équation aux dérivées partielles pour des conditions aux limites données [92]. Dans notre cas, cette équation est issue

des équations de Maxwell et le domaine de calcul est fixé par les conditions aux limites : absorbantes ou conducteur électrique parfait (« *Perfect Electric Conductor* ») et conducteur magnétique parfait (« *Perfect matching layer* »). Une solution approchée est recherchée en étant suffisamment proche de la réalité.

Pragmatiquement, cette méthode consiste à diviser le domaine de calcul en un nombre fini de cellules irrégulières non chevauchantes, appelées mailles (Figure 24). Ces mailles correspondent aux *éléments finis*. Sur chaque élément fini, la FEM remplace l'équation aux dérivées partielles (EDP) par un système d'équations linéaires. Pour cette méthode, la solution de l'EDP est résolue aux nœuds du maillage, c'est-à-dire que les solutions sont calculées en des points donnés. Les solutions couplées pour chaque nœud sont exprimées sous forme de matrice afin de pouvoir trouver une solution globale. Cependant, il n'est pas possible de résoudre indépendamment chaque sous-système puisque les conditions aux frontières sont définies par le système global. Il faut donc interpoler à partir d'une valeur connue en certains points. Cette méthode est basée sur la reformulation de l'EDP sous forme intégrale. Elle a été initialement développée pour résoudre des problèmes de mécanique de structures, mais a été largement appliquée à l'électromagnétisme.

- La méthode FDM utilise un maillage rectangulaire, au sein duquel les équations de Maxwell sont calculées (Figure 24) [93]. Cette méthode divise le domaine de calcul en une grille avec un nombre fini de nœud au lieu d'un domaine de calcul ininterrompu. Cette méthode permet de résoudre l'EDP dans lesquels les dérivées sont approximées par des fonctions linéaires en utilisant des équations de différences finies. Elle crée ainsi un système d'équations algébriques avec les valeurs aux nœuds de la grille comme inconnues. Une fois ce système développé, il suffit d'appliquer les conditions aux limites pour obtenir une solution au problème. L'avantage de cette méthode réside dans la simplicité de la modélisation mathématique, la facilité de programmation et de parallélisme. En revanche, l'inconvénient est que les zones irrégulières sont difficiles à traiter, par exemple les formes courbes. Cette méthode, définie sur une grille régulière, est la plus adaptée pour des géométries rectangulaires ou en forme de bloc.
- La méthode FMM sépare la structure en une série de « tranches verticales » (mailles) à l'intérieur desquels sont calculés des modes 1D (Figure 24). Ces modes sont déterminés en supposant la tranche infiniment large et sont résolus par les équations de Maxwell [94]. Dans chaque maille, il n'y a pas de variation d'indice de réfraction dans la direction horizontale. Cela permet de représenter un profil de champ dans le guide comme une combinaison linéaire de modes 1D verticaux. Ces champs électromagnétiques sont exprimés comme une combinaison linéaire des modes TE et TM qui sont solutions des équations de Maxwell. Cette méthode est particulièrement utile pour des guides de forme rectangulaire.

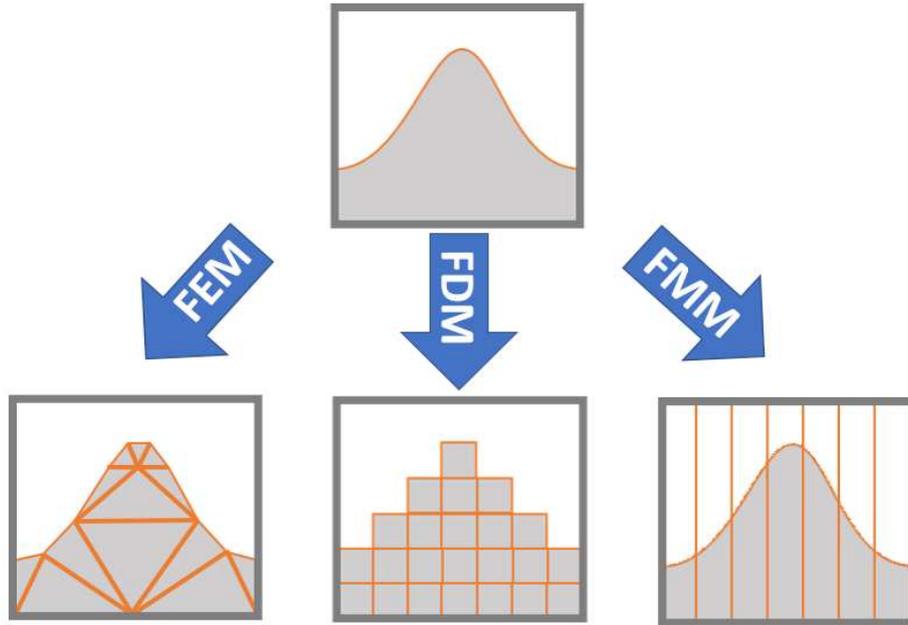


Figure 24 - Schéma représentatif des procédures de maillage utilisées par les méthodes numériques FEM, FDM et FMM.

2.1.3 Justification de la méthode retenue

Nous cherchons à définir quelle méthode de calcul des modes sera utilisée dans la suite de notre étude et afin de les comparer, plusieurs environnements ont été choisis (Tableau 4). Afin d'évaluer la robustesse de chaque méthode, nous avons retenu une structure de référence constituée d'un guide d'onde non enterré, largement présenté dans la bibliographie et schématisé en Figure 25 [95].

Dans le cadre d'une comparaison des performances de calcul de ces méthodes (EIM, FEM, FDM, FMM), les propriétés suivantes seront particulièrement analysées :

- L'indice effectif du premier mode guidé en polarisation TE ($n_{\text{eff}} \text{TE}_{00}$) ;
- Le pourcentage de champ évanescents dans le superstrat de ce mode (Γ_{sup}) ;
- Le temps de calcul des modes se propageant dans le guide d'onde optique.

Par la suite, les variations de l'indice effectif ($\Delta n_{\text{eff}} \text{TE}_{00}$) et du taux de champ évanescents ($\Delta \Gamma_{\text{sup}} \text{TE}_{00}$) sont déterminées par rapport à la moyenne des résultats obtenus.

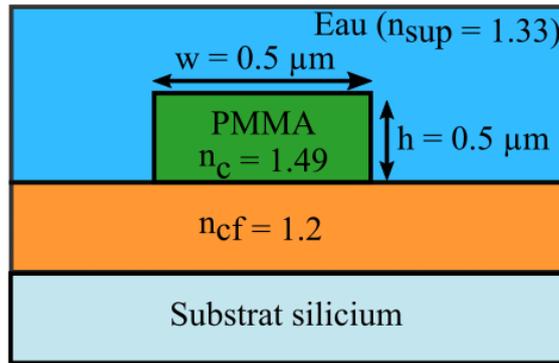


Figure 25 - Vue en coupe de la structure du guide présenté par P. Girault et al. [95] et modélisé à l'aide des différentes méthodes utilisées (FDM, FEM, FMM, méthode de l'indice effectif).

Les principaux résultats sont les suivants :

- Toutes les méthodes de calcul donnent un résultat semblable sur l'indice effectif avec un écart maximum de 0,4 %. En revanche, les pourcentages de champ évanescent diffèrent avec un écart maximum de 6 %.
- La méthode de l'indice effectif permet d'obtenir des résultats instantanément et capable d'extraire le nombre de modes propagés, leurs indices effectifs et le taux de champ évanescent. C'est une méthode rapide et intuitive pour obtenir une première idée de la propagation de la lumière dans un guide mais il est nécessaire de vérifier les résultats par une méthode numérique.
- La FMM est parfaitement adaptée aux études portant sur des guides rectangulaires. Elle permet d'avoir des résultats proches des autres méthodes de calcul 2D, tout en limitant le temps de calcul.
- La FDM et la FEM permettent de mailler plus finement les structures et donc d'obtenir des résultats plus précis. La précision des résultats dépend directement de la finesse du maillage et, à ce titre, plus la surface des mailles est petite et plus le temps de calcul sera long.

Tableau 4 - Synthèse des performances des différentes méthodes de calcul de l'indice effectif ($n_{\text{eff TE}}$) et du taux de champ évanescent ($\Gamma_{\text{sup TE00}}$) du premier mode TE se propageant dans un guide d'onde dont la géométrie est représentée en Figure 25.

	$n_{\text{eff TE0}}$	$\Delta n_{\text{eff TE0}}$	$\Gamma_{\text{sup TE0}}$ [%]	$\Delta \Gamma_{\text{sup TE0}}$	Méthodes de calcul	Temps de calcul [s]	Logiciels utilisés
	1,356	0,0005	39,51	0,21	FDM	400	Lumerical Mode
	1,359	0,0035	42,1	2,38	FDM	5	Matlab
	1,356	0,0005	42,71	2,99	FEM	418	HFSS
	1,356	0,0005	40,9	1,18	FMM	12	FIMMWAVE
	1,353	0,0025			Indice effectif, méthode de Yariv	Instantané	Matlab
	1,352	0,0038	33,6	6,12	Méthode variationnelle de l'indice effectif	Instantané	Computational-photonics.edu
Moyenne	1,3555		39,72				

Dans le cas de guides d'onde utilisés pour une application de détection sans fonctionnalisation, la mesure de l'interaction lumière-analyte joue un rôle crucial dans la détermination de la sensibilité et par conséquent la limite de détection du capteur. Nous chercherons donc à maximiser cette interaction lors du choix des dimensions physiques des guides et des matériaux associés, comme nous le verrons dans la prochaine partie.

Nous utiliserons donc la méthode FDM pour les cartographies de taux de champ évanescent des guides d'onde utilisés pour une application de détection et la méthode FMM sera privilégiée pour l'étude de la propagation dans des guides droits et courbés.

2.2 Modélisations de dispositifs en vue d'une détection optique dans le domaine du visible

Une partie du projet de thèse réside dans la faisabilité de développement de guides d'onde pour une utilisation de détection en milieu liquide. Rappelons que nous souhaitons réaliser des capteurs à base de microrésonateur en anneaux constitués de deux guides : un guide rectiligne et un guide fermé sur lui-même constitutif de l'anneau. A ces fins, deux types de matériaux peuvent être utilisés : les matériaux organiques à base de polymères ou des matériaux inorganiques notamment à base de Nitrure de Silicium (Si_xN_y).

Cette partie décrira l'intérêt de chacun de ces matériaux que nous souhaitons utiliser pour nos guides d'onde. Nous commencerons par présenter les matériaux organiques et les simulations optiques des guides d'onde fabriqués en polymères. Dans un second temps, seront abordés les matériaux à base de SiN et les résultats des modélisations optiques des guides associés.

Nous décrirons finalement les étapes de modélisation analytique d'un capteur à base de microrésonateur en anneau dans le cas de la détection par spectroscopie d'absorption. Nous rappellerons le principe de détection puis l'optimisation de l'architecture du capteur pour maximiser sa sensibilité.

Ces étapes de modélisation analytique ont été suivies dans le cas de capteurs à base de matériaux polymères et en SiN. Une synthèse dimensionnelle des structures que nous souhaitons fabriquer est donnée à la fin de cette partie.

2.2.1 Choix des matériaux de guidage

2.2.1.1 Guide d'onde à cœur polymère

Cette partie présentera les guides d'onde « ruban » à base de matériaux polymères utilisés comme cœur de guidage. Ces matériaux sont déposés sur un substrat de silicium sur lequel une couche d'oxyde de silicium poreux a été crue, qui représente la couche de confinement. La couche de superstrat constitue le milieu à analyser.

Les guides d'onde à base de polymères bénéficient de nombreux avantages car les structures à base de matériaux organiques sont généralement réalisées par photolithographie UV, technologie peu coûteuse et largement utilisée en microélectronique.

Le contraste d'indice plus faible entre le guide et le milieu à analyser permet d'obtenir une plus forte pénétration de l'onde évanescente dans ce dernier. La robustesse de ce type de matériau peut être un défi supplémentaire mais l'interaction lumière – analyte plus importante permet d'obtenir de fortes sensibilités.

a) *Caractéristiques technologiques d'un guide d'onde à cœur polymère sur substrat porosifié*

Les polymères sont d'un grand intérêt pour les applications de capteurs optiques : Ils sont notamment transparents dans le spectre visible, présentent des pertes d'absorption de 0,1 dB/cm aux longueurs d'onde de communication [5] et sont compatibles avec les méthodes de micro-

fabrication peu coûteuses [96]. Par ailleurs, les polymères ont généralement un faible coût de fabrication et une large gamme d'indice de réfraction couvrant de 1,33 à 1,7 [97].

En vue d'augmenter significativement le pourcentage de lumière dans le milieu à analyser et accroître la capacité d'interaction avec l'analyte, nous souhaitons obtenir, pour la couche de confinement, un indice de réfraction se rapprochant le plus voire inférieur à celui du superstrat. L'intérêt d'utiliser une couche poreuse comme gaine inférieure réside dans l'utilisation de guide de type « *reverse-symmetry* » et présenté par *Horvath et al.* en 2014 [98]. Le principe de la « *reverse-symmetry* » repose sur le fait de rendre l'indice de réfraction de la couche de confinement inférieur à l'indice de réfraction du milieu recouvrant le milieu à analyser. Cette configuration présente l'avantage d'une pénétration plus profonde du champ évanescent dans le superstrat et permet d'obtenir une meilleure sensibilité de détection par rapport aux guides ayant une gaine inférieure non porosifiée.

De par les équipements de la salle blanche du LN2, nous avons la capacité technologique d'atteindre des valeurs d'indice de réfraction variant de 1,2 à 1,46 pour la couche de silicium poreux (n_{cf}) qui, rappelons-le, constitue la couche de confinement.

En créant des porosités avec un taux contrôlé dans un matériau, il a été démontré qu'il est possible de réduire significativement l'indice de réfraction de ce dernier. Dans cette perspective, nous sommes appuyés sur les travaux présentés par *P. Girault et al.* et *F. A. Harraz et al.* pour développer la porosification de la couche de confinement [34], [99].

La porosification de la couche de silicium peut être obtenue par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium monocristallin, entièrement plongé dans un électrolyte composé d'une solution à base d'acide fluorhydrique (HF). Au terme de l'anodisation électro-chimique, la couche de silicium poreux obtenue est constituée de pores : des trous d'air séparés par des cristallites de silicium (Figure 26). Pour contrôler sa stabilité et donc obtenir une reproductibilité des propriétés optiques du matériau, nous utilisons une oxydation thermique. Par l'intermédiaire du réseau de pores, l'oxygène peut pénétrer dans toute la couche, oxydant le silicium poreux. Nous obtenons alors une couche de silice poreuse, avec des tailles de pores largement inférieures à la longueur d'onde d'utilisation.

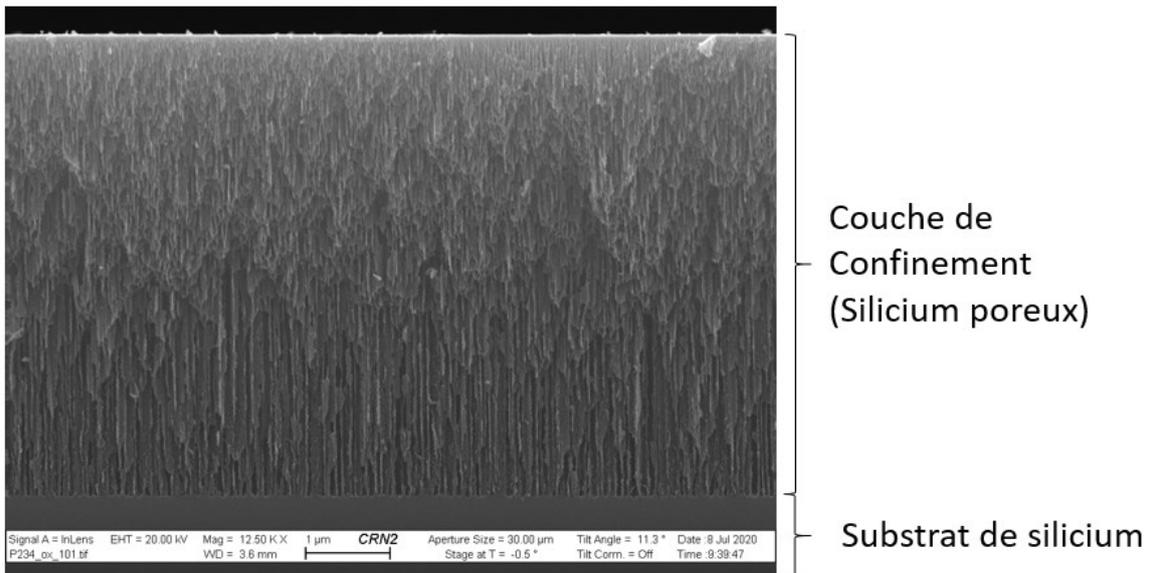


Figure 26 - Vue en coupe au MEB de porosification d'une couche de silice de $5\mu\text{m}$ déposée sur substrat de silicium.

L'indice de réfraction de la silice poreuse dépend principalement de sa porosité (diamètre moyen des pores) et du taux d'oxydation du matériau.

Le milieu étant formé d'un mélange de silicium et d'air. Son indice de réfraction varie entre celui du silicium ($n_{\text{Si}} = 3,5$) et celui de l'air. Comme le montre *Horvath et al.*, en réduisant la densité de silicium cristallin dans le milieu, l'indice de réfraction chute vers celui de l'air. Il diminue donc lorsque la porosité croît [100], Ainsi, l'indice de réfraction de ce matériau est modulable et permet de couvrir un large intervalle de valeurs d'indice.

Le silicium poreux réalisé par anodisation électrochimique est un matériau intéressant puisqu'il permet d'obtenir relativement facilement des structures poreuses monocouche ou multicouches. En appliquant successivement des densités de courant différentes, il est possible d'obtenir des couches avec une variété d'indices de réfraction. Sa réalisation sera détaillée dans le chapitre 3.

b) Modélisation optique des guides d'onde à cœur polymères sur substrat porosifié

Les simulations sont réalisées en prenant en compte l'eau désionisée ($n_{\text{eau}} = 1,33$) comme superstrat (Figure 27). Ces simulations sont réalisées dans le cadre d'une détection en volume, soit sans fonctionnalisation de surface.

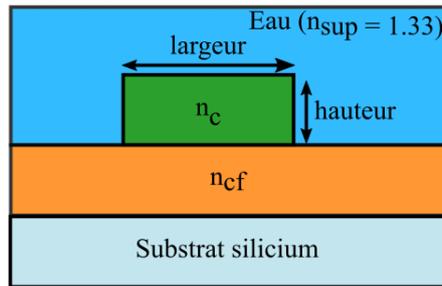


Figure 27 - Vue en coupe d'un guide d'onde de type ridge utilisé comme architecture de base pour nos modélisations.

Pour la couche de cœur (n_c), nous avons utilisé différentes résines polymères, qui sont régulièrement mises en œuvre au LN2 pour la réalisation de dispositifs de guidage et dont les indices de réfraction sont compatibles avec notre cahier des charges.

Ces résines se présentent sous forme de poudre à dissoudre dans un solvant, et largement utilisées dans l'état de l'art pour leur biocompatibilité ainsi que pour leurs stabilité thermique et chimique [21], [72], [74], [101] à savoir :

- Polyméthacrylate de méthyle ou PMMA ($n_{\text{PMMA}} = 1,49$),
- Résine SU8 ($n_{\text{SU8}} = 1,56$) composée de résine époxyde, de carbonate de propylène, de l'amorceur triaryl-sulfonium et solvant organique (cyclopentanone ou gamma-butyrolactone).

S'agissant de la couche de confinement en silice poreuse (n_{cf}), un indice de réfraction de 1,2 (inférieur à l'indice de réfraction du superstrat) et un deuxième indice de réfraction de 1,34 (afin d'être juste au-dessus de celui de l'eau), ont été retenus.

La Figure 28 présentent les variations du taux de champ évanescent calculés pour le mode TE_{00} en fonction des variations de la hauteur et de la largeur du guide d'onde. Ces modes sont obtenus par la méthode FMM en faisant varier les indices de réfraction des couches de cœur et de confinement.

Les points représentent les taux de champ évanescent calculés pour le mode TE_{00} en fonction des variations de la hauteur et de la largeur du guide d'onde.

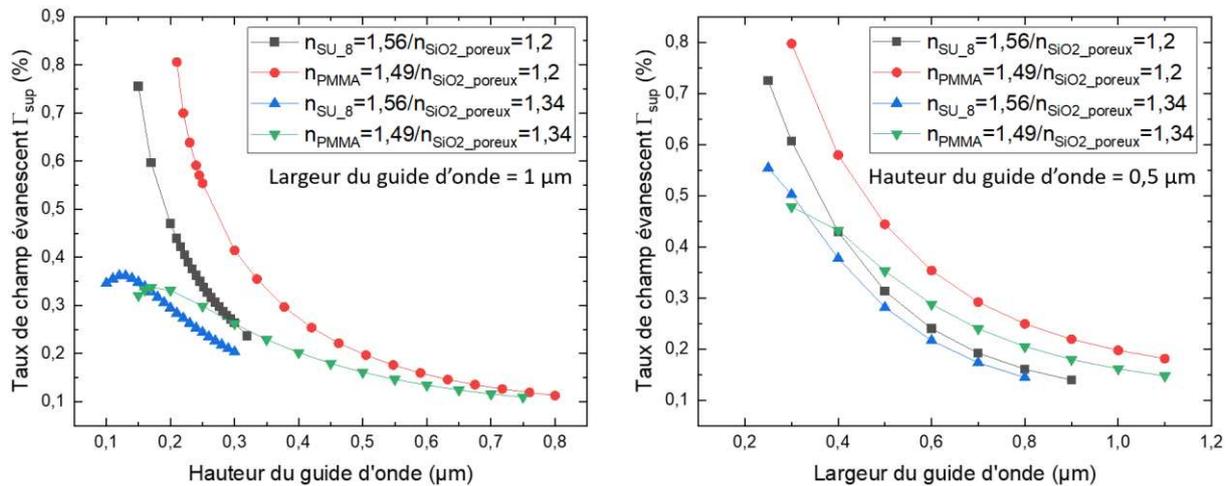


Figure 28 - Variations du taux de champ évanescent en fonction de la hauteur (gauche) et de la largeur (droite) des guides d'onde simulés pour différentes résines polymères : PMMA ($n_{PMMA} = 1,49$), SU-8 ($n_{SU-8} = 1,56$) ; et pour différents indices de réfraction de silicium poreux ($n_{SiO_2_poreux} = 1,2$ et $n_{SiO_2_poreux} = 1,34$).

En réduisant l'indice de réfraction du cœur et de la couche de confinement, la Figure 28 (gauche) montre qu'il est possible d'atteindre des forts taux de champ évanescent (environ 75 à 80%) pour des dimensions de guides suffisamment élevées et compatibles avec les équipements de lithographie classique très régulièrement utilisée dans l'industrie microélectronique (largeur d'environ 1 μm). En effet, le guidage de la lumière est contrôlé par le gradient d'indice de réfraction entre les couches superstrat/cœur ($\Delta n_{\text{sup/cœur}}$) et cœur/confinement ($\Delta n_{\text{cœur/cf}}$). Dans ce cas, plus le gradient d'indice entre deux couches est faible et plus la lumière se propage dans la gaine (confinement ou superstrat).

Une fois les indices de réfraction fixés, nous devons déterminer la dimension optimale des guides pour maximiser le taux de champ évanescent en gardant des dimensions de guide d'onde réalisable en micro-fabrication et robuste.

Les résultats présentés en Figure 29, obtenus par la méthode FDM, donnent la cartographie modale permettant d'extraire l'indice effectif (Figure 29-a) et le taux de champ évanescent (Figure 29-b) en fonction des dimensions du cœur du guide (hauteur et largeur).

Cette zone est délimitée par les modes ayant un indice effectif n_{eff} respectant la condition suivante : $n_{\text{cf}} = 1,2 < n_{\text{eff}} < n_{\text{cœur}} = 1,49$. Les variations de l'indice effectif et du taux de champ évanescent des modes TE_{00} et TM_{00} sont colorisées.

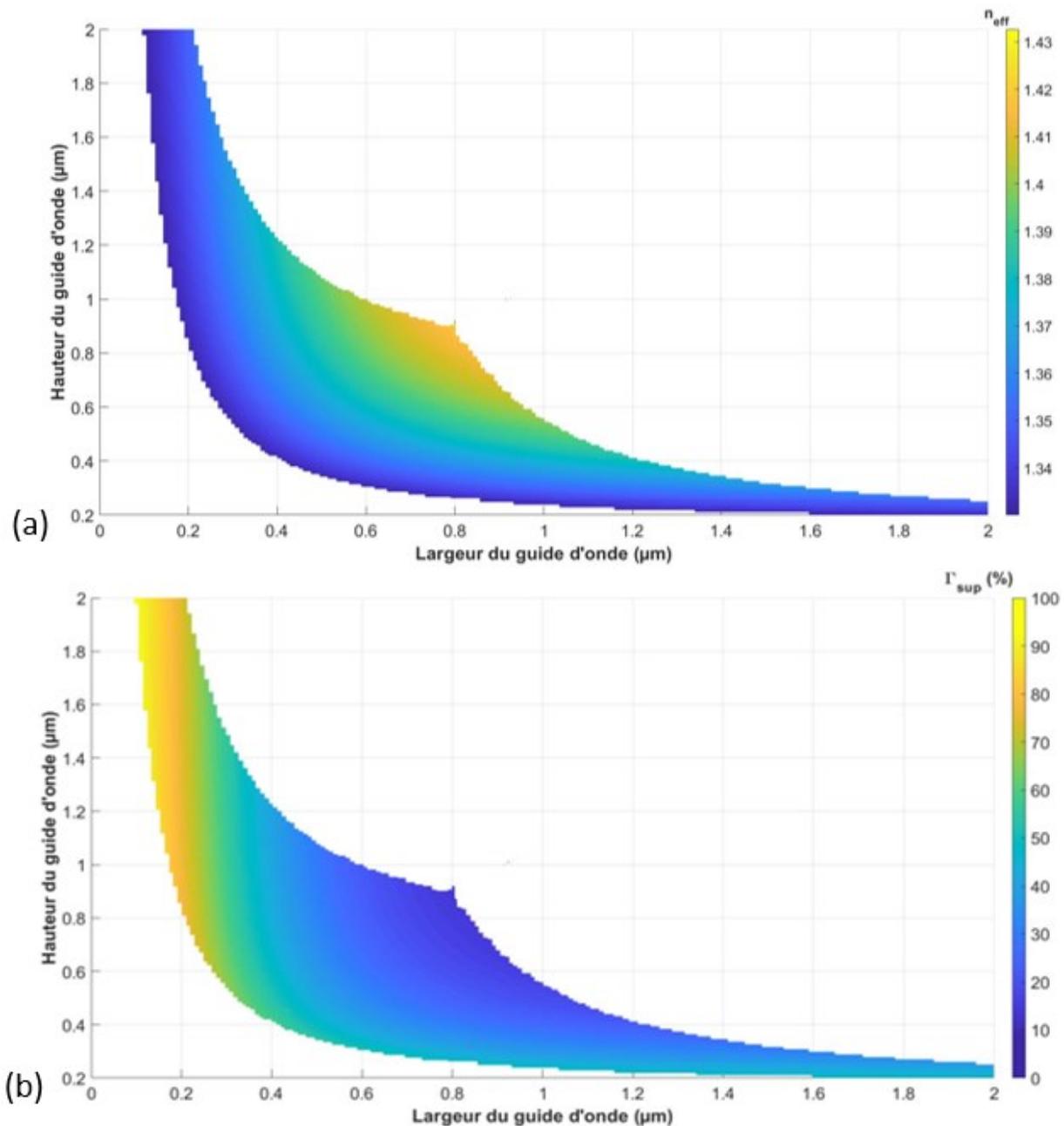


Figure 29 - Cartographie modale avec les variations de l'indice effectif (a) et du taux de champ évanescent (b) des modes TE_{00} et TM_{00} en fonction des dimensions (hauteur et largeur) d'un guide d'onde de type eau/PMMA/SiO₂ poreux/Si.

Les taux de champ évanescent les plus importants sont obtenus pour les guides de faible largeur (inférieure à 400 nm). Toutefois, dans notre cas, nous souhaitons utiliser la lithographie optique avec pour objectif une capacité d'industrialisation future et une réduction des coûts de fabrication. La largeur de guide choisie devra donc être supérieure à 500 nm. La hauteur du cœur du guide est fixée par la technique de dépôt du matériau. **Afin d'obtenir une bonne reproductibilité, et en tenant compte des possibles variations qui peuvent arriver lors de la fabrication des guides (croissance de la silice poreuse, dépôt du matériau), *in fine* la**

hauteur de nos guides sera susceptible de varier de 250 à 500 nm pour une largeur constante de 1 μm .

Nous venons de présenter l'intérêt des matériaux organiques pour la réalisation de dispositifs de détection optique dans le visible par maximisation d'une onde évanescente dans le milieu à détecter et nous avons extrait les paramètres technologiques optimaux (hauteur, largeur), ainsi que les indices de matériaux des guides dont les procédés de mise en œuvre seront décrits dans le chapitre 3 pour réaliser de tels dispositifs.

A ce stade, nous nous sommes focalisés sur l'importance du taux de champ évanescent afin d'augmenter l'interaction entre la lumière produite et le milieu à analyser puisque les dispositifs, que nous souhaitons mettre en œuvre, ambitionnent d'éviter une fonctionnalisation chimique de l'aire de détection à l'aide de ligands spécifiques, classiquement mise en œuvre par les capteurs optiques. Cependant, les effets de saturation et la robustesse de tels dispositifs représente un enjeu et, à ce titre, le vieillissement prématuré de certains polymères peut s'avérer être un obstacle dans le cas d'une utilisation prolongée. Pour cela, d'autres matériaux susceptibles d'offrir de meilleures performances, comme les composés inorganiques Si_xN_y , sont considérés dans notre étude.

2.2.1.2 Guide d'onde en Nitrure de Silicium

Cette partie, dont l'organisation suit la précédente, s'attache à justifier l'intérêt des composés inorganiques nitrurés (Si_xN_y) pour la fabrication de dispositifs de détection optique dans le visible. Ces matériaux sont déposés sur un substrat sur lequel une couche d'oxyde de silicium a crû par le procédé de croissance thermique. La couche de superstrat constitue le milieu à analyser.

La première partie de cette section présente les matériaux inorganiques qu'il est possible d'utiliser pour la couche de cœur de nos guides d'onde et la seconde partie traite des résultats de modélisations mises en œuvre et du choix du matériau pour réaliser ces guides.

a) Caractéristiques technologiques d'un guide d'onde en Nitrure de Silicium

Nous présentons ici les caractéristiques optiques (indice de réfraction et pertes d'absorption) de matériaux inorganiques à base de silicium. Ces caractéristiques peuvent varier en fonction du procédé de fabrication et de la longueur d'onde d'utilisation. Nous exposons ici les résultats mis en lumière dans la bibliographie.

Par ailleurs, les performances d'un dispositif optique sont impactées par les pertes optiques des matériaux. En comparaison des polymères, la robustesse et les faibles pertes optiques présentées par les matériaux inorganiques (et notamment les composés nitrurés) en font un choix attractif pour les structures optiques intégrées. Ils offrent une grande plage de variations de l'indice de réfraction optique, mais présentent également de faibles pertes d'absorption aux longueurs d'onde du visible comme le présente le Tableau 5.

Tableau 5 - Pertes d'absorption et indice de réfraction des composés inorganiques les plus utilisés en optique intégrée dans les bandes du visible et du proche infrarouge.

Matériaux	Indices de réfraction	Pertes d'absorption
SiON	1,5 – 2 [85], [102]	0,2 – 0,3 dB/cm @ 850 nm [103] < 0.1 dB/cm @1550 nm [86]
SiO ₂	1,46 @ 760 nm [104]	
SiN	1,8 – 2	< 1 dB/cm [105]
Si ₃ N ₄	1,9 - 2,1 [45], [106]	< 1 dB/cm [107]

Ce tableau montre que le SiO₂ est le matériau diélectrique qui possède un des indices de réfraction le plus faible (1,46 à 760 nm). En diminuant l'indice de la couche de confinement, un contraste d'indice élevé entre le cœur et la couche de confinement est nécessaire afin d'augmenter le taux de champ évanescent.

Notre cahier des charges impose un cœur des guides possédant un indice le plus élevé possible. Par les techniques de dépôt présentes en salle blanche du LN2, le matériau de cœur retenu sera le Nitrure de Silicium (SiN) possédant un indice proche de 1,9.

b) Modélisation optique de guides d'onde en Nitrure de Silicium

Une fois les matériaux choisis, la dimension du guide d'onde doit permettre de maximiser le taux de champ évanescent afin d'optimiser la sensibilité du dispositif de détection. Pour cela, une série de modélisations optiques des premiers modes (TE₀₀ et TM₀₀) a été réalisée par la méthode FDM en faisant varier la hauteur et la largeur du cœur des guides considérés (Figure 30).

Cette zone est délimitée par les modes ayant un indice effectif n_{eff} et remplissant la condition suivante : $n_{\text{substrat}} (1,46) < n_{\text{eff}} < n_{\text{cœur}} (1,9)$ et où seuls les premiers modes TE et TM se propagent. Les variations de l'indice effectif et du taux de champ évanescent des modes TE₀₀ et TM₀₀ sont colorisées. L'objectif est de déterminer les dimensions physiques optimales (hauteur et largeur) des guides pour obtenir le taux de champ évanescent le plus élevé possible dans la couche de superstrat.

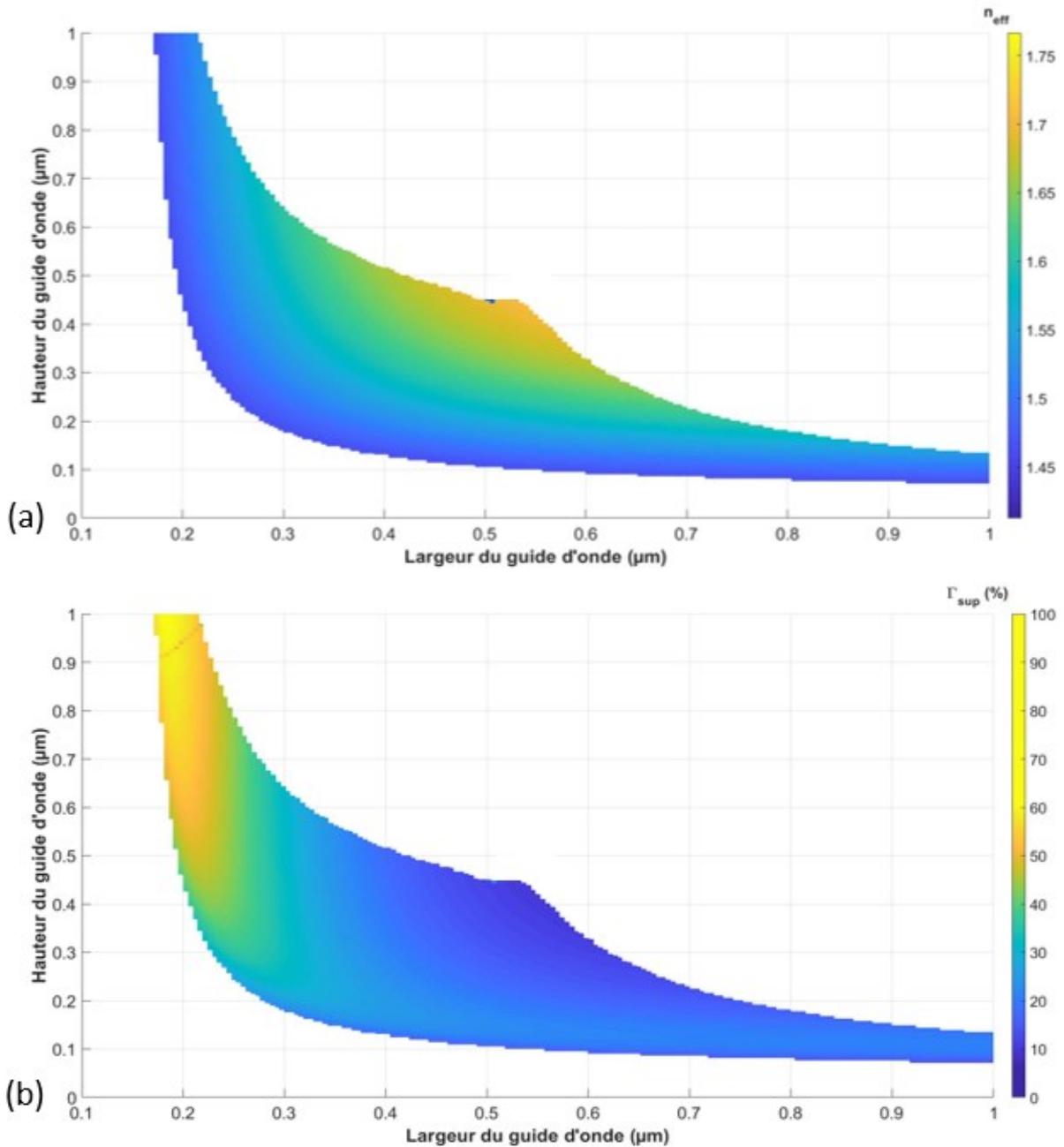


Figure 30 - Cartographie modale avec les variations de l'indice effectif (a) et du taux de champ évanescent (b) des modes TE₀₀ et TM₀₀ en fonction des dimensions (hauteur et largeur) d'un guide d'onde de type eau/SiN/SiO₂/Si.

De façon analogue aux guides à base de polymères, ces résultats montrent que les taux de champ évanescent les plus importants sont obtenus pour des guides à faible largeur (inférieure à 300 nm). Or, le choix de la largeur des guides est dépendant de la technique de lithographie utilisée : dans le cas de la lithographie UV, la largeur minimale pour avoir une bonne reproductibilité est de 500 nm, et 200 nm pour la lithographie par faisceau d'électrons.

Pour obtenir des taux de champ évanescent supérieur à 30 %, un processus de fabrication par lithographie par faisceau d'électrons devra être optimisé pour obtenir des largeurs de guide proche de 250 nm. Une hauteur de 300 nm du cœur des guides est fixée par la technique de

dépôt du matériau (PECVD). Cette hauteur constante permettra de fabriquer différentes largeurs de guide et donc de balayer différents taux de champ évanescent. Ces valeurs sont présentées dans le tableau récapitulatif des structures optiques dans la section 2.2.3 – *Synthèse dimensionnelle et technologique des structures à réaliser* (Tableau 6). Il doit être mentionné que les dimensions devront être optimisées pour chaque dispositif de détection.

A ce stade, nos efforts se sont principalement portés sur les matériaux et les dimensions des guides d'onde. Pour les capteurs à champ évanescent basés sur les guides d'onde optiques, la mesure de l'interaction lumière-analyte joue un rôle crucial dans la détermination de la sensibilité et, par conséquent, pour la détection limite du dispositif de détection. Plus la longueur d'interaction lumière-analyte est grande et plus la limite de détection est basse, d'où la nécessité d'un guide d'onde le plus long possible pour jouer le rôle de transducteur. Afin d'obtenir une sensibilité maximale, l'interaction lumière-analyte doit être la plus efficace possible. La longueur du guide et la quantité d'analyte en solution doivent donc être augmentés très significativement, ce qui constitue la limite fondamentale des capteurs à guide d'onde optique. Pour lever ce verrou, une solution réside dans la mise en œuvre d'un anneau (circulaire ou en hippodrome) couplé (en laissant une distance entre les deux appelée « gap ») à un guide appelé « bus » (positionné en entrée et en sortie) et l'exploitation de son effet résonant.

La prochaine partie est consacrée à l'optimisation géométrique de ce type de capteur, à partir d'un modèle analytique spécifiquement développé pour cette étude, pour obtenir des performances optimales en termes de détection. Ce modèle permet notamment de déterminer la sensibilité par absorption maximale en fonction des dimensions du guide (hauteur et largeur) et des caractéristiques de l'anneau (gap et rayon).

2.2.2 Modélisation analytique du résonateur en anneau en vue d'une application de détection par voie optique

2.2.2.1 *Le résonateur en anneau : Principe général de détection*

Pour un souci d'allègement du manuscrit, nous nous limiterons à des exemples de structure de résonateur en anneau dont le cœur des guides d'onde est en SiN, sur une couche de confinement de SiO₂.

Nous avons précédemment rappelé qu'en se propageant dans le cœur du guide d'onde, la lumière guidée peut générer, sous certaines conditions, une onde évanescente en surface du guide. Et il a été démontré dans la bibliographie que cette onde aux propriétés spécifiques permet de sonder le milieu extérieur en périphérie de la zone sensible.

Le principe de détection par champ évanescent reste identique pour un microrésonateur que pour les guides d'onde optique conventionnels. S'agissant des microrésonateurs optiques, la lumière se propage suivant d'un trajet fermé au sein d'une cavité. Un guide rectiligne (guide « bus ») est placé à une distance suffisamment proche de la cavité résonante afin d'exciter les modes spécifiques de cavité. Cette distance entre le guide rectiligne et le résonateur (*gap* en anglais) constitue un paramètre critique pour optimiser le couplage de l'onde entre le guide et l'anneau. Outre ce gap, la géométrie du résonateur (rayon de l'anneau) influence de façon non négligeable la sensibilité du capteur.

L'expérience des laboratoires impliqués dans la thèse, couplée aux précédents travaux réalisés par l'IMS, a permis de mettre en place un modèle dédié et notamment une fonction analytique capable de prédire la sensibilité en fonction des paramètres physiques du capteur (gap, rayon). A ce titre, les résultats ont fait l'objet d'une publication dans la revue internationale *Journal of Lightwave Technology* en 2023 [75].

Il doit être mentionné que cette fonction analytique dépend de la stratégie de détection, qui dans ce cas, privilégie la spectroscopie d'absorption ; stratégie visée par notre étude. Toutefois, elle complètera un mode de détection plus classique par décalage spectral et qui sera privilégié pour la démonstration de détection des dispositifs mis en œuvre.

Deux principales méthodes de détection sont couramment exploitées dans le domaine des capteurs optiques :

- La détection surfacique où la couche sensible est fonctionnalisée à l'aide de ligands spécifiques appropriés afin d'adsorber les molécules cibles à la surface ;
- La détection en volume qui consiste à sonder l'analyte dans lequel sont réparties, de façon homogène, les molécules cibles (Figure 31).

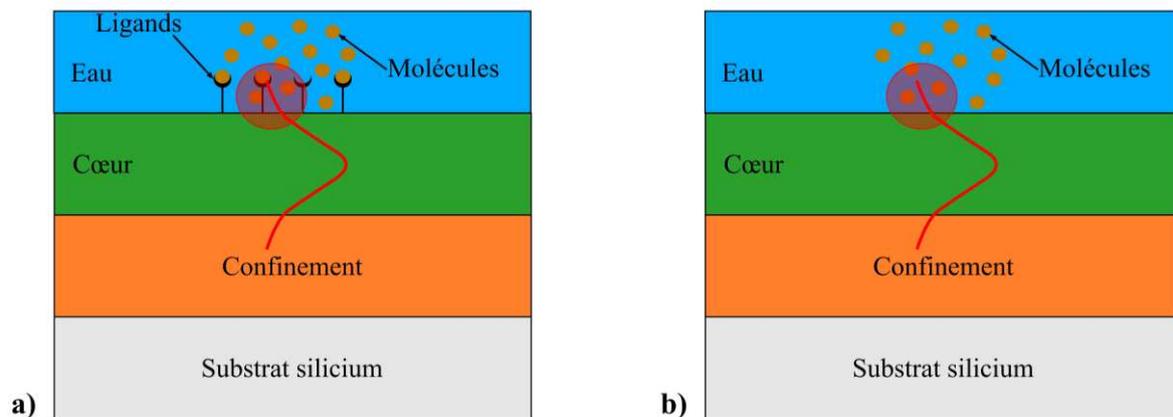


Figure 31 - Principes généraux de détection d'un capteur optique exploitant les perturbations du champ évanescent : détection surfacique (à gauche), détection volumique (à droite).

Dans le cadre de la détection surfacique, la fonctionnalisation de surface permet une détection sensible et surtout spécifique mais nécessite le dépôt de ligands chimiquement adaptés qui limite la réutilisation du capteur en particulier par effet de saturation nécessitant une phase régulière de rinçage à l'aide d'une solution dédiée.

Une détection en volume permet de simplifier la réalisation du capteur en s'affranchissant de cette étape de fonctionnalisation de surface du capteur mais, en revanche, la sélectivité intrinsèque est perdue sans recours à une étape préalable de pré-concentration.

Afin de résoudre ce problème, une réaction colorimétrique peut être utilisée. La mesure de l'absorption de l'analyte à une longueur d'onde donnée offre un intérêt pour les réactions colorimétriques, et permet par exemple de réaliser de la spectroscopie d'absorption [3].

Une telle réaction va alors modifier l'indice de réfraction effectif complexe du milieu couvrant ($n_{\text{eff}} = n + jn_i$), dont la partie imaginaire est directement liée au coefficient d'absorption (comme le montre l'équation 1 dans la partie 1.2.5 - *Synthèse*).

Cette modification sera détectée par une variation de l'intensité de transmission exaltée à la longueur d'onde de résonance (λ_{res}) du microrésonateur (Figure 32).

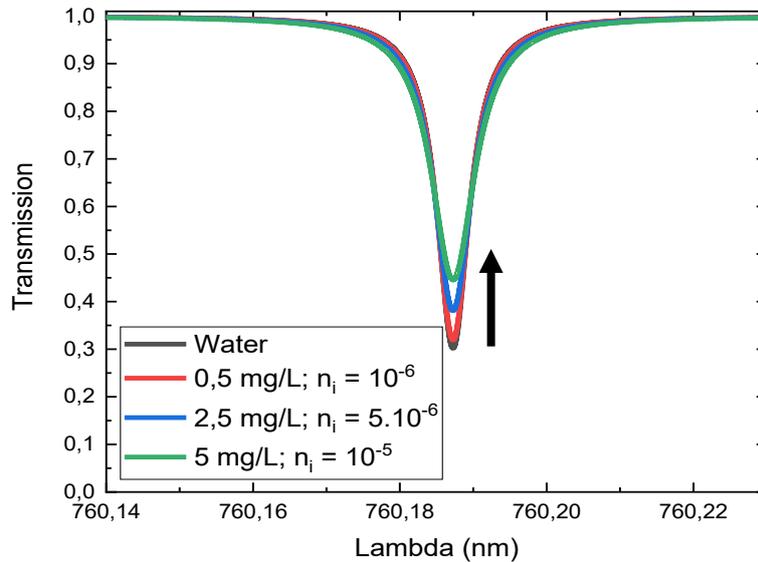


Figure 32 - Exemple d'une simulation de variations de l'intensité de transmission (contraste des pics de résonance) d'un microrésonateur pour différentes concentrations de sulfocyanine7 à 760 nm.

2.2.2.2 Structure technologique d'un microrésonateur en anneau

Le microrésonateur sous étude est constitué de deux guides : un guide rectiligne et un guide fermé sur lui-même. Nous nous plaçons dans le cas où les deux guides d'onde sont identiques, à savoir : même matériau et même hauteur & largeur (Figure 33) [108].

Le guide rectiligne ou droit permet d'acheminer l'onde guidée de l'entrée du guide vers la zone de couplage avec l'anneau (guide bus) et d'extraire une partie du mode guidé vers la sortie du guide.

Parmi les principaux paramètres gouvernant le fonctionnement d'un microrésonateur, certains méritent d'être explicités.

A ce titre, le coefficient d'auto-couplage τ est défini comme la fraction d'intensité lumineuse restante dans le guide droit, a est le coefficient de pertes par tour d'anneau et κ est le coefficient de couplage. Ce dernier caractérise la fraction d'intensité lumineuse couplée dans l'anneau.

En considérant l'ensemble des pertes nulles dans la zone de couplage, on obtient la relation suivante :

$$\tau^2 + \kappa^2 = 1 \quad 2$$

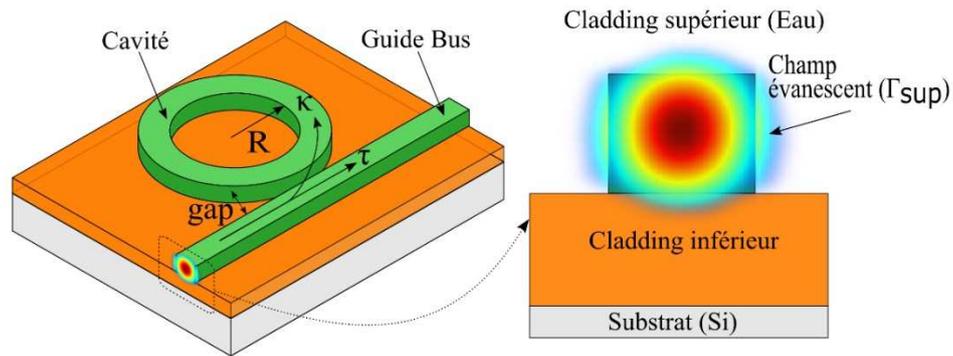


Figure 33 - Structure d'un microrésonateur planaire à anneau circulaire avec son guide bus.

2.2.2.3 Définition des pertes associées à un microrésonateur

Les pertes jouent un rôle prépondérant dans les performances d'une telle structure. Dans ce cadre, il est fondamental de minimiser le coefficient de pertes par tour d'anneau ($a^2 = e^{-\alpha_{pertes}L}$), qui dépend du périmètre de l'anneau ($L=2\pi R$) et du coefficient de pertes (α_{pertes}). Ce coefficient de pertes correspond à la somme des différents types de perte optique des guides (généralement exprimé en dB/cm). A ce titre, citons :

- Les pertes par diffusion ($\alpha_{diffusion}$)
- Les pertes par absorption ($\alpha_{absorption}$)
- Les pertes par courbure ($\alpha_{courbures}$)

Ci-après, nous détaillons les pertes optiques influant sur les performances du capteur afin d'expliquer comment les paramètres géométriques du microrésonateur peuvent minimiser leurs impacts.

Les pertes par diffusion

Les pertes par diffusion peuvent être de deux types : les pertes de diffusion surfacique ou volumique.

Les pertes par diffusion surfacique sont générées par la rugosité à l'interface cœur/gaine, tandis que les pertes par diffusion volumique sont liées aux imperfections, telles que des impuretés, des défauts cristallins ou encore des lacunes, pouvant être présentes dans le guide d'onde. Dans la majorité des applications, la contribution la plus importante est la rugosité présente sur les flancs du guide d'onde après sa fabrication. Ces pertes seront d'autant plus importantes que le guide est long. Il est possible de les extraire expérimentalement.

Les pertes par absorption

Comme nous l'avons présenté dans le Tableau 5, il est possible de négliger ce type de pertes pour les couches de cœur (SiN) et de substrat (SiO₂) dans le domaine du visible [109]. De façon

générale, les pertes par absorption peuvent s'écrire comme la somme des pertes par absorption des différentes couches comme suit :

$$\alpha_{absorption} = \Gamma_{sup} \alpha_{sup} + \Gamma_c \alpha_c + \Gamma_{cf} \alpha_{cf} \quad 3$$

Notre objectif est de détecter des espèces spécifiques présentes dans l'eau par un mécanisme d'absorption. Le phénomène d'absorption est pris en compte dans les pertes du superstrat (α_{sup}) et varie selon les concentrations de molécules présentes.

Les pertes par courbure

Également appelées pertes par rayonnement (*optical radiation losses* en anglais), elles apparaissent lorsque la lumière s'échappe de la couche de cœur et n'est plus guidée. En règle générale, il est possible de négliger ce type de pertes dans le cas de guides d'onde rectilignes [39]. Cependant, cet effet est particulièrement présent lors d'une courbure, comme dans le cas du microrésonateur, et sont particulièrement dépendantes du rayon de courbure du dispositif [110]:

$$\alpha_{courbures} = A \exp(-B.R) \quad 4$$

A et B sont des constantes dépendantes des dimensions géométriques du guide d'onde et des indices de réfraction du matériau.

Une étude doit donc être menée sur chacun des guides d'onde pour minimiser ce type de pertes. Comme présenté dans la section 2.2.3 – *Synthèse dimensionnelle et technologique des structures à réaliser* (Tableau 6), différentes dimensions de guides seront fabriquées.

Ces différents guides ne présentent donc pas les mêmes caractéristiques de confinement du mode guidé, car plus le confinement est important et plus les pertes liées à la courbure sont faibles. Ceci nous amène donc à positionner des rayons de courbure plus importants pour les guides présentant un plus fort taux de champ évanescent. A ce titre, le rayon de courbure des anneaux est choisi en traçant les pertes par courbure en fonction de différentes valeurs de rayon de courbure (Figure 34).

Chaque point correspond à la modélisation d'un mode pour différents rayons de courbure du guide. La présence de courbure dans un guide provoque une délocalisation des modes de propagation vers l'extérieur de la courbure. Nous simulons donc différents rayons de courbure sur nos guides d'onde afin de trouver la valeur de rayon de courbure où ces pertes sont minimales (< 1 dB/cm) et peuvent donc être considérées comme négligeables.

Dans l'exemple de la Figure 34 et pour des rayons de courbure supérieurs à 40 μm , nous pouvons négliger ces pertes. Nous chercherons donc à fabriquer l'anneau du microrésonateur avec un rayon de courbure suffisamment important.

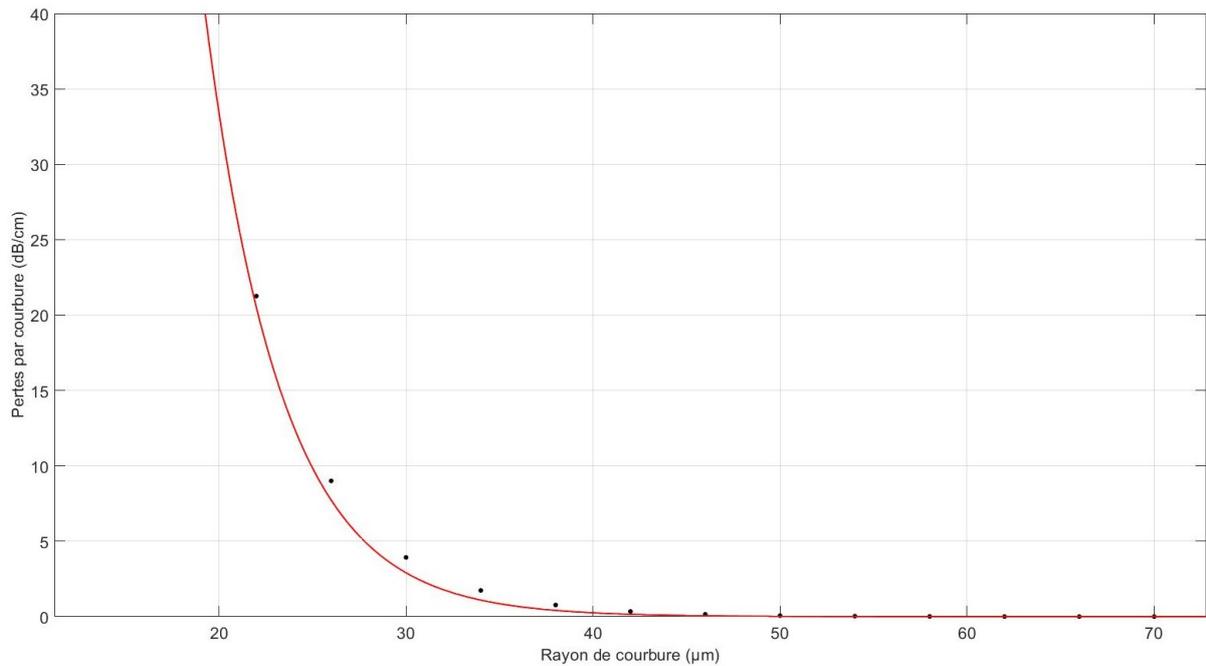


Figure 34 - Variations des pertes par courbure d'un guide d'onde de type SiN/SiO₂/Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du rayon de courbure et obtenues par la méthode FMM en présence d'eau comme superstrat.

Les pertes totales peuvent donc s'écrire comme la somme des pertes présentées précédemment :

$$\alpha_{pertes} = \alpha_{diffusion} + \alpha_{absorption} + \alpha_{courbures} \quad 5$$

Concernant les structures que nous souhaitons réaliser à base de polymères et SiN, on peut en déduire que :

- Les pertes par diffusion sont fixées par la fabrication des guides ;
- Les pertes par absorption sont dépendantes de la structure et de la concentration des analytes à détecter ;
- Les pertes par courbures sont fixées par le rayon (R) de l'anneau du microrésonateur.

Dans leur globalité, les pertes sont donc fortement dépendantes de la fabrication des guides d'onde, à l'exception des pertes par absorption dans la partie du superstrat qui sont principalement affectées par la variation du coefficient d'absorption du complexe colorimétrique considéré pour la phase de pré-concentration ($\alpha_{sup}(n_i)$).

$$\alpha_{pertes} = \alpha_{diffusion} + \alpha_{courbures} + \Gamma_{sup} \alpha_{sup}(n_i) \quad 6$$

Le coefficient de pertes par tour d'anneau (a) varie en fonction du périmètre de l'anneau (L) et du pourcentage de lumière au contact du milieu à analyser (Γ_{sup}).

$$a(\Gamma_{sup}, n_i)^2 = e^{-\alpha_{pertes}(\Gamma_{sup}, n_i)L} \quad 7$$

Par ailleurs, les changements du coefficient d'absorption complexe impacteront directement le coefficient de pertes par tour d'anneau. Nous verrons qu'il est possible d'observer ces modifications à travers les variations de transmission à la résonance.

2.2.2.4 Description du modèle analytique de prédiction de la transmission et de la sensibilité

i) Expressions analytiques de la transmission et de la sensibilité

De façon générale, la transmission à la résonance peut s'écrire comme le rapport de la puissance en sortie (P_{out}) sur la puissance d'entrée (P_{in}) et reliée au coefficient de pertes par tour d'anneau (a) comme décrit dans l'article de *W. Bogaerts et al.*[108] :

$$T_{\lambda_{res}}(n_i) = \frac{P_{out}(n_i)}{P_{in}} = \frac{(\tau - a(n_i))^2}{(1 - \tau a(n_i))^2} \quad 8$$

La sensibilité représente le rapport de perte de puissance transmise due à une perturbation (présence d'analytes cibles) capable d'être détectée par le guide d'onde. Elle peut s'exprimer comme la dérivée de la transmission par rapport aux variations de l'indice de réfraction imaginaire des molécules à détecter et également reliée au coefficient de pertes par tour d'anneau (a) :

$$S = \frac{dT_{\lambda_{res}}(n_i)}{dn_i} = \frac{4\pi}{\lambda_{res}} L \Gamma_{sup} a \frac{(a - \tau)(1 - \tau^2)}{(1 - \tau a)^3} \quad 9$$

En synthèse, nous avons déjà fixé les indices de réfraction optique des différents matériaux et les dimensions des guides d'onde. Le coefficient de pertes par tour d'anneau (a) est dépendant de la réussite de la fabrication. Reste à fixer le coefficient d'auto-couplage (τ) et le périmètre de l'anneau (L) mais une optimisation tenue de ces paramètres est nécessaire afin d'augmenter la sensibilité en fonction du cahier des charges imposé.

ii) Importance du choix du gap entre le guide bus et l'anneau du microrésonateur

Dans un premier temps, un travail sur le coefficient d'auto-couplage (τ), directement lié au gap entre le guide bus et l'anneau, est indispensable.

A ce titre, la Figure 35 présente l'évolution de la sensibilité du capteur en fonction du gap. Cette courbe a été obtenue pour une valeur de coefficient de pertes par tour d'anneau fixée. Pour ce coefficient, nous utilisons les valeurs de pertes par absorption mentionnées dans la bibliographie, tout en supposant que les pertes dues aux courbures sont négligeables en adoptant des rayons de courbure de l'anneau qui les minimisent.

Cette figure 35, accompagnée de la figure 36, met clairement en lumière trois zones distinctes :

- Une zone dite de sur-couplage (Figure 35 zone 1, $\tau < a$) obtenue lorsque que le guide est proche de l'anneau (Figure 36.a). Dans de telles conditions de couplage, la majorité de la lumière est transmise dans l'anneau.
- Une zone de couplage dite critique (Figure 35 point 2, $\tau = a$) obtenue en éloignant l'anneau du guide. Pour ce gap, il est important de noter que la sensibilité pour la détection de la partie imaginaire est nulle (Figure 36.b).
- Enfin, en augmentant encore le gap, le dispositif entre en zone dite de sous-couplage (Figure 35 zone 3, $\tau > a$). Dans ce cas, la majorité de la lumière reste confinée dans le guide bus (Figure 36.c).

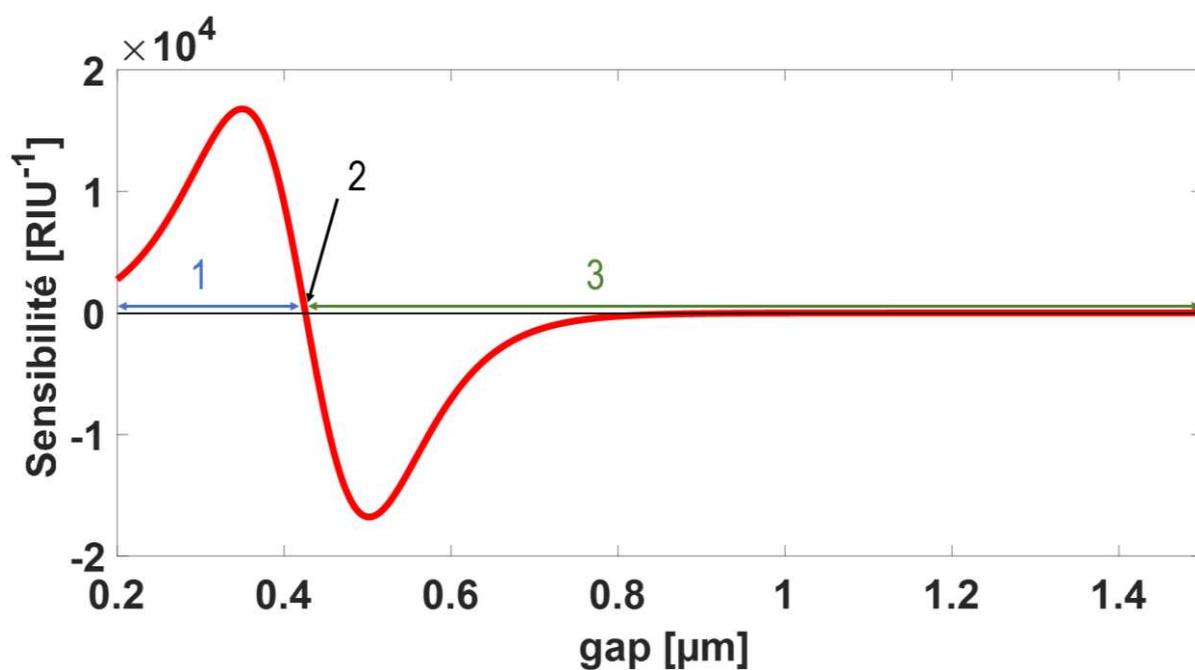


Figure 35 - Variations de la sensibilité du microrésonateur de type SiN/SiO₂/Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du gap guide-anneau et obtenues par la méthode analytique proposée en présence d'eau comme superstrat.

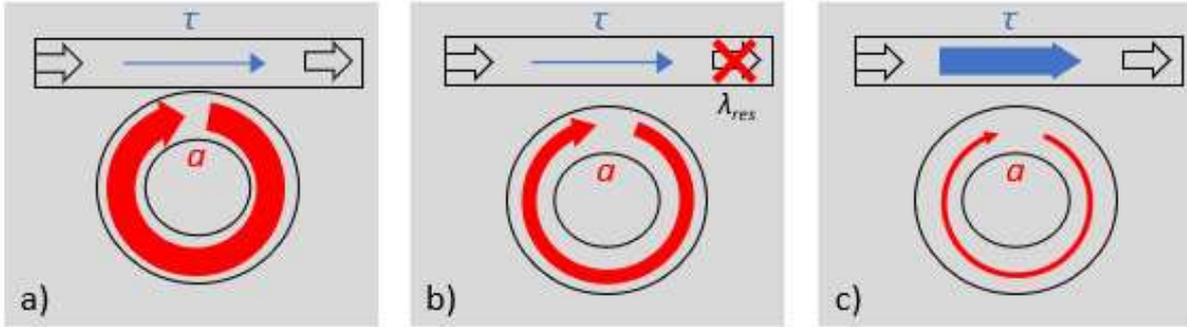


Figure 36 - Schéma de principe des variations du couplage de la lumière au sein de l'anneau en fonction de la valeur du gap guide-anneau [a- sur-couplage, b- couplage critique et c- sous-couplage].

Le cas du couplage critique est à éviter pour la détection par spectroscopie d'absorption, sans fonctionnalisation de surface des guides d'onde. En effet, il fournit une variation d'intensité de la raie de résonance du capteur négligeable. Pour augmenter la sensibilité, les configurations de sur-couplage ou sous-couplage doivent être privilégiées. Par ailleurs, les valeurs de sensibilité physique doivent être considérées en valeur absolue. Dans ce cas, les pics de sensibilité des zones 1 et 3 sont identiques et pour chacun des couplages, la sensibilité maximale peut s'écrire sous la forme :

$$S = \frac{4\pi}{\lambda_{res}} L \Gamma_{sup} a^2 * \left| \frac{2}{3\sqrt{3}} \frac{1}{a(a^2 - 1)} \right| = S_0 * S_1 \quad 10$$

La première partie de cette formule ($S_0 = \frac{4\pi}{\lambda_{res}} L \Gamma_{sup} a^2$) peut être comparée à la sensibilité d'un capteur non résonant identique à un guide d'onde droit et de longueur égale à la circonférence d'un anneau. La deuxième partie ($S_1 = \left| \frac{2}{3\sqrt{3}} \frac{1}{a(a^2 - 1)} \right|$) correspond au facteur d'exaltation du microrésonateur [75]. Pour ces deux paramètres, il doit être considéré que :

- Le facteur S_0 est proportionnel au périmètre de l'anneau (L), au pourcentage de lumière au contact du milieu à analyser (Γ_{sup}) et inversement proportionnel à la longueur d'onde de résonance (λ_{res}).
- Le facteur S_1 est lié à l'augmentation du chemin optique à l'intérieur de l'anneau, donc dépendant des paramètres a et τ . Ainsi, en modifiant le gap, nous impactons le facteur S_1 . La Figure 35 montre que la configuration de sur-couplage est obtenue pour de plus petits gaps, ce qui peut être complexe à obtenir selon la méthode de lithographie utilisée. C'est pourquoi, la réalisation de gaps suffisamment importants sera privilégiée pour fonctionner en régime de sous-couplage. Néanmoins, le gap ne doit pas être trop important pour ne pas faire chuter la sensibilité du capteur.

Il est possible de contrôler un troisième paramètre au niveau du gap en ajoutant une section droite à l'anneau parallèle au guide bus. Cette portion permet d'augmenter la longueur de la zone de couplage et dans ce cas, on parlera « d'hippodrome » plutôt que d'anneau.

iii) Analyse de l'influence du rayon de l'anneau du microrésonateur

La sensibilité est également impactée par le rayon de l'anneau du microrésonateur. Pour cela, l'utilisation de cavités à faibles pertes ou l'augmentation du périmètre de l'anneau sont envisageables. Néanmoins, l'augmentation du rayon de l'anneau augmente aussi l'impact des pertes par propagation.

A ce titre, nous avons étudié l'influence du rayon de l'anneau sur la sensibilité en fonction des différentes pertes pouvant intervenir dans le résonateur en anneau (Figure 37). L'objectif est de déterminer le rayon optimal limitant l'impact des pertes sur la sensibilité.

L'axe de gauche réfère aux valeurs des différentes pertes par courbure ($\alpha_{\text{courbure}}L$) et par propagation ($\alpha_{\text{absorption}}L$), en fonction du rayon de l'anneau, tandis que l'axe de droite quantifie les variations de la sensibilité du capteur en fonction du rayon de l'anneau.

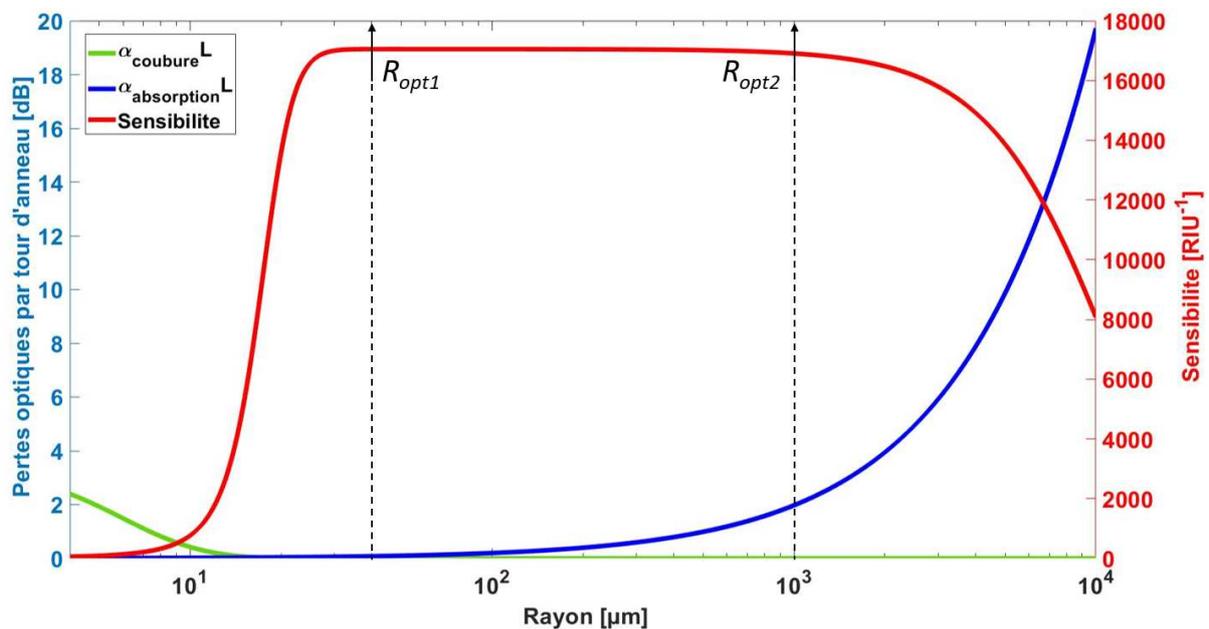


Figure 37 - Variations de la sensibilité et des pertes optiques du microrésonateur de type SiN/SiO₂/Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm en fonction de la valeur du rayon de courbure en présence d'eau comme superstrat. Ces résultats ont été obtenus par le modèle analytique proposé à l'exception des pertes par courbure simulées par la méthode FMM.

Il est clairement démontré que les pertes par courbure prédominent pour de faibles rayons ($R < R_{\text{opt1}}$) alors que les pertes par propagation sont prépondérantes pour de grands rayons ($R > R_{\text{opt2}}$). Ces deux régimes sont séparés par une plage de rayon où la sensibilité est quasi-constante et maximale pour des rayons situés entre R_{opt1} et R_{opt2} ; ce qui correspond à la zone où les pertes ont le moins d'impact.

Dans l'objectif de répondre au cahier des charges de notre étude, à savoir la réduction des dimensions du capteur, nous nous placerons proche de la valeur R_{opt1} , tout en gardant une marge en prévision des variations susceptibles d'être apportées par les procédés de fabrication.

iv) Comparaison avec des structures non-résonantes et synthèse sur l'intérêt du microrésonateur en anneau

Afin d'évaluer correctement les performances de la sensibilité du microrésonateur et notamment dans l'objectif d'une détection par spectroscopie d'absorption, il nous est apparu légitime de comparer sa sensibilité à deux structures non-résonantes et classiquement utilisées :

- La spirale dite d'Archimède [111]–[113] avec des rayons de courbures égaux ;
- Le guide *ridge* avec une longueur d'interaction égale au diamètre de l'anneau ($2R$).

Cette étude s'est focalisée sur un microrésonateur en guide d'onde à base de matériaux inorganiques en configuration eau/SiN/SiO₂/Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm. Nous pouvons extrapoler la conclusion de cette étude à chaque guide car seules les valeurs des rayons d'anneaux et de sensibilité vont changer.

En Figure 38, sont présentées les variations de la sensibilité maximale atteignable pour les trois structures en fonction du rayon d'anneaux [95]. Notons que les dimensions des structures varient puisque nous avons cherché à comparer la sensibilité maximale.

Trois régimes distincts sont clairement mis en lumière :

- Le premier régime est obtenu pour de très faibles rayons ($R < 10 \mu\text{m}$) et pour lesquels le fonctionnement du microrésonateur sera fortement impacté par les pertes par courbure. De plus, il est difficile de comparer les structures car les rayons ne sont pas suffisamment importants pour avoir un tour d'une spirale avec un espacement de $5\mu\text{m}$ et le guide droit présente une sensibilité inférieure à 100 RIU^{-1} du fait de sa petite longueur ($L < 20 \mu\text{m}$).
- Le second régime correspond à des rayons « moyens » ($10 \mu\text{m} < R < 100 \mu\text{m}$), le microrésonateur est plus intéressant que les structures non résonantes à rayon égal. Dans ce régime, le champ optique à l'intérieur du microrésonateur et de la spirale subit un nombre relativement faible de tours dans l'anneau/de révolutions dans les structures. Ceci se traduit par des distances d'interaction avec le milieu à analyser plus longues que pour le guide d'onde droit, justifiant une sensibilité plus élevée.
- Enfin, le troisième régime correspond à de « grands » rayons ($100 \mu\text{m} < R < 1000 \mu\text{m}$) et on montre que le microrésonateur et la spirale d'Archimède présentent une sensibilité similaire. Plus les rayons augmentent et plus le guide d'onde présentent une meilleure sensibilité que les autres structures ($R > 1000 \mu\text{m}$). En effet, la propagation de l'onde à l'intérieur du microrésonateur et de la spirale diminue, ce qui signifie que la lumière ne se déplace que le long d'un arc partiel dans les deux structures se rapprochant ainsi d'un guide d'onde rectiligne.

Par cette étude, nous mettons en évidence un régime précis où le microrésonateur apparaît comme la structure la plus intéressante pour notre cahier des charges et cette comparaison permet de conforter nos choix technologiques et leur dimensionnement.

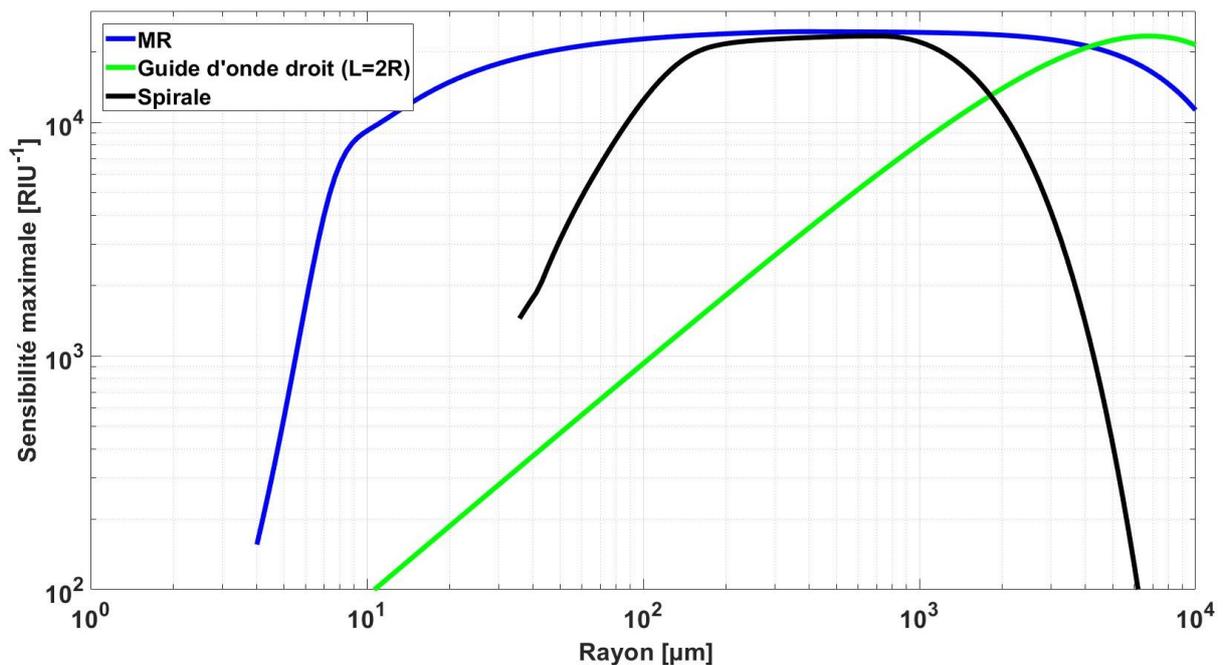


Figure 38 - Variations de la sensibilité maximale en fonction du rayon de l'anneau pour le microrésonateur-MR (courbe bleu), le guide d'onde droit (courbe verte) et la spirale d'Archimède (courbe noire). La spirale d'Archimède est calculée pour avoir au moins un tour et un espacement de $5 \mu\text{m}$. Les guides d'onde des structures sont en configuration Eau/SiN/SiO₂/Si de hauteur 300 nm et de largeur 350 nm. Ces résultats ont été obtenus par le modèle analytique proposé à l'exception des pertes par courbure des guides qui ont été simulées par la méthode FMM.

2.2.3 Synthèse dimensionnelle et technologique des structures à réaliser

Dans ce chapitre, nous avons présenté une étude sur les différentes méthodes de calcul des modes dans un guide d'onde. Nous avons détaillé deux types de matériau pour la fabrication de guides d'onde et montré l'intérêt qu'ils présentent : matériaux polymères et matériaux à base de SiN.

Nous avons ensuite utilisé les méthodes de calcul pour définir les dimensions optimales des guides de façon à être monomode et à forts taux de champ évanescent.

Au final, il apparaît que les microrésonateurs optiques constituent un choix judicieux du fait d'une sensibilité élevée, tout en conservant des dimensions micrométriques. A partir des guides d'onde retenus et de la stratégie de détection, nous avons adapté un modèle analytique pour optimiser les performances des microrésonateurs.

Le Tableau 6 rappelle toutes les caractéristiques physiques et géométriques des différents dispositifs de détection que nous projetons de fabriquer. Nous observons qu'il est possible d'atteindre des taux de champs évanescents plus importants pour les guides d'onde à base de polymères : 55 % pour des guides de largeur de $1 \mu\text{m}$ et de $0,25 \mu\text{m}$ de hauteur. De meilleures sensibilités sont attendues pour les capteurs à base de polymères, par rapport à ceux à base de SiN.

La prochaine partie s'attachera à présenter l'étude sur les guides d'onde enterrés.

Tableau 6 - Tableau de synthèse des paramètres physiques des structures optiques qui seront fabriquées.

Matériaux	Hauteur [μm]	Largeur [μm]	Indice effectif	Γ_{sup} [%]	Rayon [μm]	Gap [μm]
Si _x N _y	0,3	0,25	1,4978 (TE ₀₀)	29,62	430	0,775
			1,4724 (TM ₀₀)	36,68		
	0,35	0,35	1,5525 (TE ₀₀)	27,77	50	0,5
			1,5515 (TM ₀₀)	23,27		
	0,4	0,4	1,5864 (TE ₀₀)	22,09	35	0,441
			1,5725 (TM ₀₀)	20,73		
	0,5	0,5	1,631 (TE ₀₀)	15,39	25	0,361
			1,6009 (TM ₀₀)	17,66		
	0,8	0,8	1,6934 (TE ₀₀)	8,7	20	0,224
			1,6433 (TM ₀₀)	14,02		
			1,5412 (TE ₀₁)	20,57		
			1,5166 (TM ₀₁)	20,76		
Polymère	0,25	1	1,3388 (TE ₀₀)	55,15	400-500	0,5-1,2
	0,30		1,3634 (TE ₀₀)	32,79	200-300	
	0,5		1,392 (TE ₀₀)	19,69	50-100	

2.3 Modélisations de guides enterrés en technologie « full SiON » pour du guidage optique à large bande dans le visible

Cette partie est dédiée à la modélisation de guides d'onde enterrés monomodes à large bande spectrale pour lesquels nous avons explicité l'intérêt dans le cadre du chapitre 1. L'objectif est de déterminer les dimensions physiques optimales de ce type de guide d'onde qui vont permettre d'obtenir une propagation de la lumière sur la plus large bande spectrale dans le domaine du visible. Pour ce faire, la géométrie retenue de guide dit « ruban » enterré est schématisée en Figure 39.

Une telle structure permet d'avoir un même indice de réfraction pour la couche de confinement et la couche de superstrat ($n_{cf} = n_{sup}$). Cette configuration doit permettre d'obtenir un très fort facteur de confinement et donc de faciliter la propagation de la lumière dans le cœur du guide.

Il est également important de tenir compte d'un paramètre qui peut fortement impacter la transmission dans un guide d'onde : les pertes décrites dans la section 2.2.2. Le fait d'enterrer le guide va permettre de négliger les pertes par diffusion en volume devant les pertes par diffusion surfacique (rugosité des flancs). Nous chercherons donc à obtenir un dispositif final robuste et isolé des paramètres extérieurs, contrairement aux structures précédentes utilisées pour la détection.

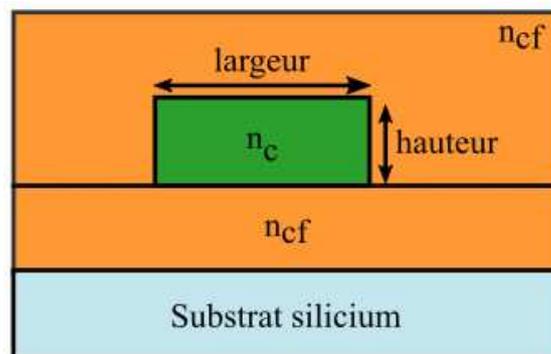


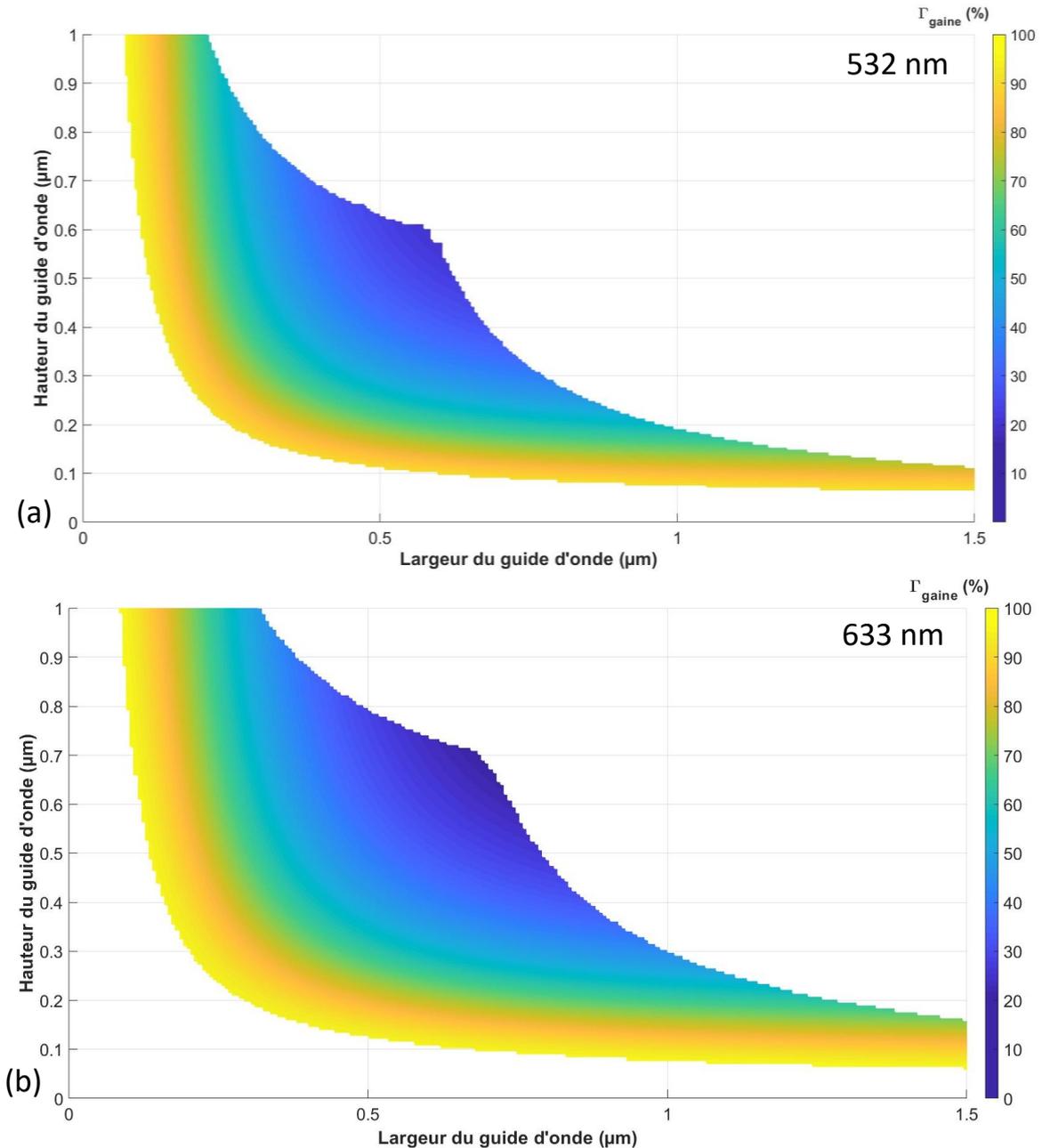
Figure 39 - Représentation schématique (vue en coupe) d'un guide enterré.

Par ailleurs, une autre particularité de cette étude réside en l'utilisation d'un unique matériau pour fabriquer le dispositif : l'oxynitride de silicium (SiO_xN_y), avec une différence d'indice de réfraction entre la couche de cœur et de gaine. L'atout majeur de l'utilisation de ce matériau réside dans une capacité de transmission élevée dans le visible (70 % de 400 nm à 800 nm [83], [109]).

Afin de favoriser une propagation monomode sur une large bande spectrale (seuls les modes TE_{00} et TM_{00} seront autorisés), une série de modélisations par la méthode FDM a été conduite et ce, pour différentes longueurs d'onde. L'objectif est de déterminer la différence d'indice de réfraction optimale entre les couches de cœur et de gaine (Δn). Ces longueurs d'onde n'ont pas

été choisies au hasard mais correspondent aux sources laser que nous possédons pour caractériser les performances des guides qui seront fabriqués, soit : 532 nm, 633 nm et 760 nm.

La Figure 40 présente la cartographie modale permettant d'extraire le taux de champ évanescent en fonction des dimensions du cœur du guide (hauteur et largeur), pour les longueurs d'onde correspondants aux sources laser que nous possédons pour caractériser les performances des guides qui seront fabriqués. Les variations du taux de champ évanescent des modes TE_{00} et TM_{00} sont colorisées.



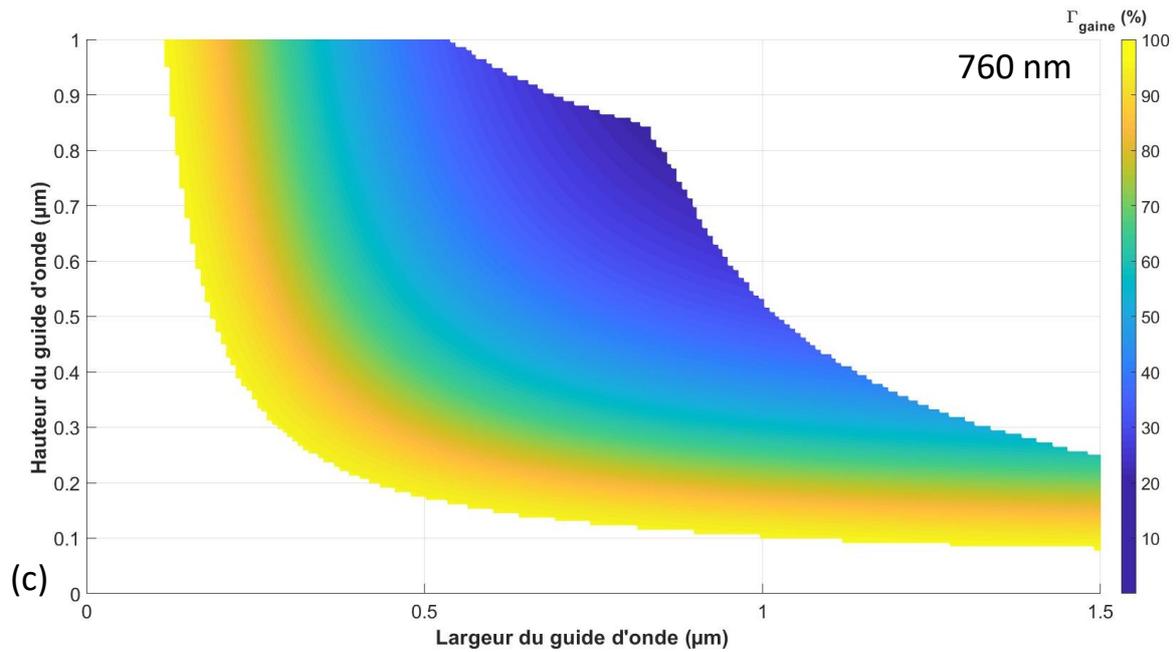


Figure 40 - Cartographie modale avec le pourcentage de taux de champ évanescent des modes TE_{00} et TM_{00} en fonction des dimensions (hauteur et largeur) du guide d'onde enterré en configuration $SiON/SiON/SiON/Si$ aux longueurs d'onde respectivement de 532 nm (a), 633 nm (b) et 760 nm (c).

Ces simulations montrent, qu'avec une différence d'indice de réfraction de 0,1 entre les couches de cœur et de gaine, la plage de propagation monomode est moins importante pour les plus faibles longueurs d'onde et augmente progressivement avec la longueur d'onde.

Par conséquent, en choisissant convenablement les dimensions des guides aux faibles longueurs d'onde, une propagation monomode peut être envisagée sur une large bande spectrale (> 100 nm).

La fabrication de ces guides d'onde sera détaillée dans le chapitre 3. Toutefois, afin d'avoir une bonne reproductibilité et d'assurer une monomodalité sur une grande plage de longueur d'onde, une largeur de des guides de $1 \mu\text{m}$ sera retenue compatible avec les performances d'un équipement conventionnel de lithographie UV.

De même, la tolérance maximale en épaisseur et indice de réfraction dépend de la technique de dépôt des matériaux. Dans notre cas, nous utiliserons le dépôt de type PECVD (qui sera explicité dans le prochain chapitre). À mesure que l'épaisseur de la couche de matériau augmente, la précision de l'indice de réfraction et de l'épaisseur diminue. En prenant en considération ces contraintes, une épaisseur de 200 nm a été retenue pour la couche de cœur des guides enterrés.

Avec ces dimensions, nous obtenons les taux de confinement suivants : 41 % à 532 nm, 39 % à 633 nm et 13 % à 760 nm. Le guidage se fait bien dans le cœur des guides d'onde, néanmoins le confinement diminue progressivement avec l'augmentation de la longueur d'onde, et se fait majoritairement dans la gaine de la structure optique.

Ces choix technologiques imposent donc de valider la totalité de la plage monomode de nos guides à l'aide de modélisations par la méthode FDM (Figure 41). L'étude des variations de l'indice effectif permet de déterminer le nombre de modes se propageant dans le guide d'onde en fonction de la longueur d'onde.

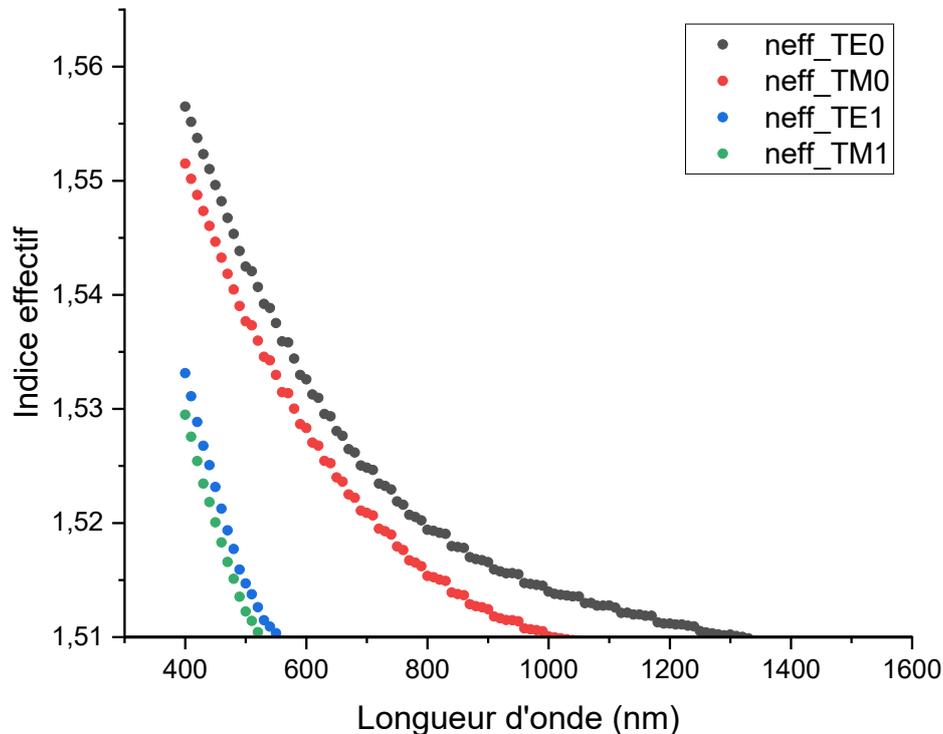


Figure 41 – Variations de l'indice effectif des premiers modes guidés (TE, TM) en fonction de la longueur d'onde.

Nous observons qu'une propagation monomode doit être garantie sur une grande partie du domaine visible [550 nm – 800 nm], ainsi que sur une partie du proche infra-rouge : TM_{00} jusque 1050 nm et TE_{00} jusque 1330 nm. Il faut noter que la géométrie rectangulaire des guides privilégie une propagation des modes de quasi-TE.

D'après notre analyse de l'état de l'art, les travaux de *D. B. Keck et al.* ont montré un fonctionnement de guide d'onde optique sur une plage allant de 676 nm jusqu'à 900 nm [78]. Cette performance constitue la plus grande plage de fonctionnement d'un guide d'onde. Avec notre type de structure, nous pourrions atteindre une propagation monomode sur une plage de longueur d'onde allant de 550 nm à 1330 nm, ce qui constituerait une première sur le plan technologique.

Cette partie a permis d'expliquer les conditions de modélisation de guides d'onde enterrés en vue d'obtenir une plage spectrale de fonctionnement la plus large possible, tout en garantissant une propagation monomodale.

Pour cela, des guides d'onde seront fabriqués en technologie « full-SiON » mais en considérant une différence d'indice de réfraction entre le cœur du guide d'onde ($n_c = 1,6$) et la gaine ($n_{sup} = n_{cf} = 1,5$). Le cœur de ces guides aura des dimensions fixes : une hauteur de 200 nm et une largeur de 1 μm . Ils seront enterrés dans une structure de confinement composée d'une gaine inférieure et supérieure de 2 μm d'épaisseur.

Conclusion

Dans ce second chapitre, la modélisation des différents dispositifs de guidage, retenus pour notre étude, a été présentée.

Notre ambition porte sur le développement de dispositifs optiques principalement à base de structures guidantes en anneau et résonantes permettant la détection par décalage spectral en présence de molécules spécifiques - le glucose sera privilégié afin de comparer les performances obtenues avec l'état de l'art, et par spectroscopie d'absorption avec une molécule spécifiquement synthétisée en laboratoire pour cette démonstration (sulfo-cyanine 7).

Par ailleurs, rappelons que nous envisageons de fabriquer ces structures à partir de matériaux organiques et inorganiques en vue de comparer les grandeurs caractéristiques fonctionnelles que ce sont, entre autres, la sensibilité et la limite de détection.

Ce chapitre a débuté par un rappel des méthodes de calcul les plus utilisées pour l'étude de la propagation d'une onde électromagnétique dans un guide d'onde. Ces méthodes ont été comparées puis mises en œuvre dans la suite du projet en vue de modéliser nos structures, en prenant en compte leurs spécificités (i.e. l'impact du choix des matériaux et le dimensionnement des guides) sur la propagation d'une onde électromagnétique et le taux de champ évanescent.

Une fois la méthode de calcul sélectionnée, nous avons simulé les guides d'onde de type « ruban » selon les deux matériaux retenus pour une application capteur : les polymères (PMMA) et le nitrure de silicium (SiN). Ces simulations ont permis de déterminer l'indice de réfraction de chacune des couches et les dimensions du cœur des guides d'onde pour chacun des matériaux utilisés ; l'objectif étant de maximiser l'interaction entre la lumière et le milieu à analyser en privilégiant une détection en volume par perturbation du champ évanescent et sans fonctionnalisation chimique de surface.

Notre choix s'est porté sur des guides d'onde en polymères avec une largeur fixe de 1 μm , pour des hauteurs de 250 nm, 300 nm et 500 nm ; à la différence des guides d'onde en SiN qui auront une hauteur fixe de 300 nm, pour des largeurs de 250 nm, 350 nm, 400 nm, 500 nm et 800 nm.

Une fois la géométrie des guides établie, nous avons détaillé l'approche analytique, développée par les groupes de recherche impliqués, en vue de l'optimisation de la performance du dispositif de détection en milieu liquide à base de microrésonateur.

Une synthèse des différents dispositifs de détection, que nous souhaitons fabriquer par la suite, a été présentée. Il résume les dimensions du cœur des guides d'onde (hauteur et largeur), les indices effectifs du premier mode TE et le taux de champ évanescent associé, ainsi que les rayons de l'anneau des microrésonateurs et le gap entre le guide d'onde rectiligne et l'anneau.

Les caractéristiques géométriques des anneaux (rayon, gap), associées aux dimensions de chaque guide d'onde, varient et ont été données dans un tableau de synthèse dimensionnelle des technologies à étudier.

Ce chapitre se termine par l'étude de guide enterrés en technologie « full SiON », dans la perspective d'obtenir un fonctionnement sur une large bande spectrale (> 100 nm). Le cœur de ces guides aura des dimensions fixes : une hauteur de 200 nm et une largeur de 1 μm . Ils seront enterrés dans une structure de confinement composée d'une gaine inférieure et supérieure de 2 μm d'épaisseur, recouvrant toute la gaufre de silicium.

Le chapitre suivant se consacrera à la description des étapes de fabrication des différentes structures retenues et opérant dans le visible, à savoir : les microrésonateurs en anneau comme dispositifs de détection et les guides d'onde enterrés à large bande spectrale en régime monomode.

Chapitre 3 : Etapes de fabrication des dispositifs de détection et de guidage opérant dans le visible

Les chapitres précédents ont permis de mettre en lumière les objectifs de cette thèse et le travail de modélisation des dispositifs de détection et de guidage retenus et opérant dans le visible.

A ce titre, les matériaux et leurs indices de réfraction ainsi que les architectures et dimensions géométriques des microrésonateurs en anneau et des guides enterrés ont été choisis ou déterminés en prenant appui sur les multiples simulations réalisées et calculs analytiques issus du modèle spécifiquement développé par les équipes impliquées et présenté dans le chapitre 2.

S'inscrivant dans la continuité de notre projet de recherche, ce troisième chapitre va s'attacher à décrire les principales étapes mises en œuvre pour fabriquer ces dispositifs.

Dans un premier temps, nous décrirons les procédés clés pour la fabrication des guides d'onde à base de polymères, puis en SiN et SiON opérant dans le visible. Les procédures de dépôt et de croissance des matériaux, de la lithographie optique & laser ainsi que des méthodes de transfert des motifs par gravure sèche, seront explicitées.

Dans un second temps, nous détaillerons les étapes technologiques mises au point en s'attachant à présenter les résonateurs à base de polymères déposés sur silice poreuse puis en SiN sur SiO₂.

Dans les deux cas, le résonateur est constitué de deux guides : un guide rectiligne et un guide fermé sur lui-même (anneau). Nous nous plaçons dans le cas où les deux guides d'onde sont identiques, à savoir : même matériau et dimensions identiques (hauteur & largeur).

Enfin, nous terminerons ce chapitre par la description du procédé de fabrication des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON » avec un contraste d'indice de réfraction dans l'axe z (perpendiculaire à l'axe optique) et dont la valeur a été optimisée par les modélisations du chapitre 2.

3.1 Techniques de fabrication en salle blanche

Cette partie décrit les techniques de fabrication classiquement mises en œuvre pour les dispositifs silicium dans l'objectif d'une application à la réalisation des guides d'onde.

Nous organiserons le chapitre comme suit :

- Tout d'abord, nous présenterons les procédés de mise en œuvre des matériaux pour fabriquer les dispositifs modélisés. Nous expliciterons les techniques de dépôt de matériau en phase vapeur, l'oxydation thermique pour l'obtention de la silice puis nous détaillerons les étapes de porosification de la silice.
- Suivra une description des techniques de lithographie qui permettent de transférer, sur une couche, une image d'un circuit.
- Enfin, nous détaillerons les méthodes de transfert des motifs par retrait des matériaux qui vont être utilisées pour faire apparaître les motifs souhaités dans la couche de cœur.

3.1.1 Description des matériaux utilisés

Nous présentons ici une méthode couramment utilisée pour le développement de matériau en micro-fabrication et qui a été retenue dans le cadre de nos travaux : le dépôt en phase vapeur (CVD de l'anglais « *Chemical Vapor Deposition* »).

Il est également possible de faire croître des matériaux directement à partir de la gaufre sous l'effet d'une oxydation thermique ou d'une électrolyse. Nous détaillons également ces deux méthodes qui ont été utilisées dans nos procédés de fabrication.

3.1.1.1 Techniques de dépôt en phase vapeur (CVD)

Dans le cas de la technique CVD, les matériaux sont introduits dans le réacteur en phase gazeuse et réagissent à la surface du substrat pour générer le dépôt désiré (Figure 42).

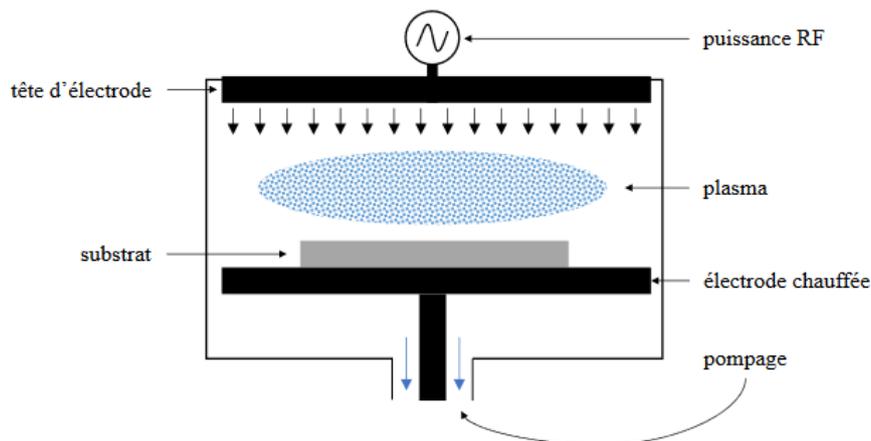


Figure 42 - Schéma simplifié du fonctionnement d'un réacteur PECVD [114].

La technique de dépôt en phase vapeur se décline de deux façons :

- Le dépôt à basse pression ou LPCVD (« *Low Pressure Chemical Vapor Deposition* ») ;
- Le dépôt assisté par plasma ou PECVD (« *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition* ») [82], [115].

S'agissant du procédé LPCVD, l'énergie nécessaire pour obtenir une réaction chimique des molécules mises en jeu est apportée en chauffant, à une température suffisamment élevée, le réacteur par lequel sont introduits les gaz et le substrat à partir duquel vont s'effectuer les dépôts des matériaux souhaités. Cela permet d'obtenir une meilleure qualité de dépôt [102], mais il est possible que les températures utilisées (800 - 900°C) restent incompatibles avec certaines technologies.

Dans l'étude de *N. Daldosso et al.*, la fabrication de guides d'onde à base de Si_3N_4 sur SiO_2 fabriqués par LPCVD a été réalisée. Cette étude avait pour but de caractériser optiquement des guides d'onde *ridge* fabriqués par LPCVD dans le visible. Les caractérisations à 633 nm ont permis de mettre en lumière des pertes optiques inférieures à 1 dB/cm [45]. Il est donc envisageable d'utiliser cette méthode pour le dépôt de la couche de cœur de nos structures à base de Si_xN_y

Dans l'objectif de diminuer la gamme de températures utilisées, le dépôt par PECVD offre une alternative intéressante. A ce titre, un plasma, induit par une source radiofréquence (RF), transfère son énergie aux réactifs et permet au substrat de garder une température plus basse (200 – 400°C).

Les techniques de PECVD peuvent alors être séparées en deux classes :

- La PECVD à haute fréquence (HF - PECVD) opérant à 13,56 MHz,
- La PECVD à basse fréquence (LF - PECVD) fonctionnant entre 10 et 500 kHz.

Une étude a été réalisée par *A. Gorin et al.* afin de corréler les pertes optiques de composés nitrurés (Si_xN_y) aux deux fréquences et possédant différents indices de réfraction [107]. Elle a mis en évidence les variations des pertes par propagation du matériau à différentes longueurs d'onde du visible : 473 nm, 532 nm et 633 nm.

Pour ce type de matériaux, le ratio des gaz utilisés $\text{NH}_3/\text{SiH}_4/\text{N}_2$ permet de faire varier l'indice de réfraction des couches déposées mais également les pertes par propagation des guides d'onde mis en œuvre.

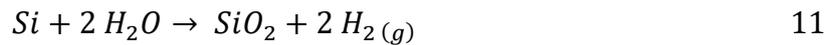
L'étude montre que les guides d'onde en Si_xN_y et réalisés par LF - PECVD ont présenté des pertes par propagation inférieures aux mêmes structures réalisées par HF - PECVD, même s'il a été montré qu'*in fine*, les pertes par propagation restent faibles pour les deux techniques de dépôt (< 10 dB/cm aux trois longueurs d'onde).

Le laboratoire LN2 possède un réacteur PECVD de l'entreprise STS (*Surface Technology Systems*) et, dans le cadre de notre étude avec les contraintes associées, nous avons retenu la technique de la HF-PECVD pour le dépôt des matériaux SiN et SiON.

3.1.1.2 Croissance par oxydation thermique

Le dioxyde de silicium est utilisé dans la fabrication des guides en matériaux inorganiques, dont la croissance sur substrat silicium est connu depuis de nombreuses années. Ce procédé de croissance utilise l'énergie thermique et le matériau lui-même pour oxyder des substances et généralement réalisée à hautes températures (800 et 1200°C).

Cette oxydation peut être effectuée par voie humide (en présence d'eau en phase vapeur) ou par voie sèche (en présence de dioxygène). Le silicium est gravé et l'oxyde migre vers les bords du substrat. Le dioxyde de silicium est formé par le silicium du substrat et par l'oxygène apporté par le gaz ambiant. Ainsi, la couche d'oxyde croît sur les deux faces de la gaufre. Les réactions chimiques classiques correspondantes sont :



L'oxydation humide est plus rapide mais l'oxydation sèche permet d'assurer l'uniformité et la pureté du film à la fois sur l'épaisseur et sur l'indice de réfraction de la couche de SiO₂. Cette uniformité est particulièrement intéressante car elle permet de limiter les pertes optiques.

A ce titre, nous avons donc fait l'achat de gaufres (7 cm de diamètre) de silicium (350 µm d'épaisseur) avec une couche de SiO₂ (2,5 µm d'épaisseur) obtenue par voie sèche.

3.1.1.3 Porosification de la silice

Dans ce projet de thèse, le silicium poreux entièrement oxydé (ou silice poreuse) sera utilisé comme couche de confinement pour nos dispositifs de détection optique. Le silicium poreux est déjà à la base de nombreux dispositifs optoélectroniques puisqu'il est possible d'émettre ou de guider la lumière à partir de celui-ci comme reporté dans la bibliographie [69], [116].

En plus de ses propriétés optiques, le silicium poreux est caractérisé par un indice de réfraction modulable par le biais des conditions de fabrication, et permet d'obtenir des contrastes élevés d'indice optique entre le cœur et la gaine permettant une miniaturisation des fonctions optiques et une augmentation du champ évanescent ; ce qui en fait un candidat pertinent pour les applications de détection optique [99], [117].

La technique mise en œuvre dans notre étude s'appuie sur l'obtention d'une porosification par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium monocristallin entièrement plongé dans un électrolyte composé d'une solution à base d'acide fluorhydrique (HF) (Figure 43). Un courant électrique est appliqué entre l'anode constituée par le substrat de silicium et la cathode constituée par une électrode de platine.

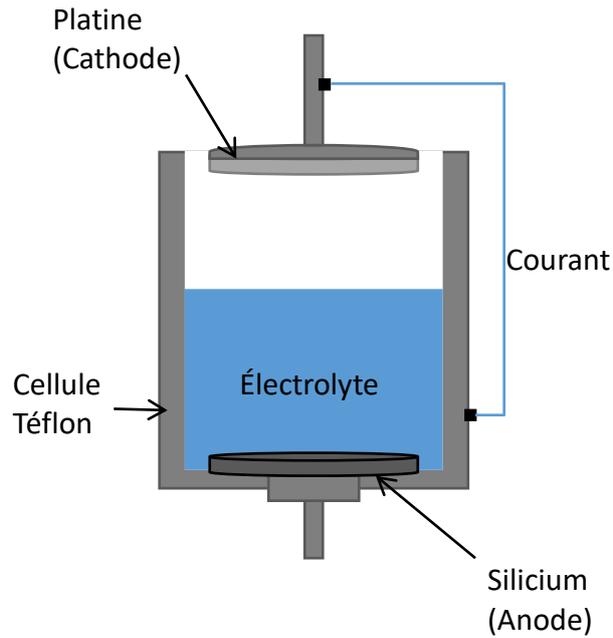


Figure 43 - Schéma d'une cellule d'anodisation électrochimique [34].

Au terme de l'anodisation électro-chimique, la couche de silicium poreux obtenue est constituée de trous d'air séparés par des cristallites de silicium, appelés pores de dimensions généralement submicroniques et dépendantes de l'intensité du courant et du temps appliqués.

Les principales étapes du mécanisme réactionnel de la formation du silicium poreux par la technique d'anodisation électrochimique sont détaillées en Figure 44 [99], [118]. Avant l'application du courant, les liaisons de silicium en surface sont saturées par les ions hydrogène H^+ . Cette liaison est ensuite détruite au profit d'une liaison Si-F. Une fois toutes les liaisons Si-H remplacées, l'ion F^- attaque la liaison Si-Si. Cette réaction est accompagnée de la formation de H_2SiF_6 et d'un dégagement de dihydrogène. Ce dégagement entraîne l'apparition de bulles de gaz à la surface de l'échantillon, ce qui interrompt localement la réaction. Pour assurer le détachement de ces bulles de gaz, un surfactant comme l'éthanol, par exemple, est ajouté à l'électrolyte.

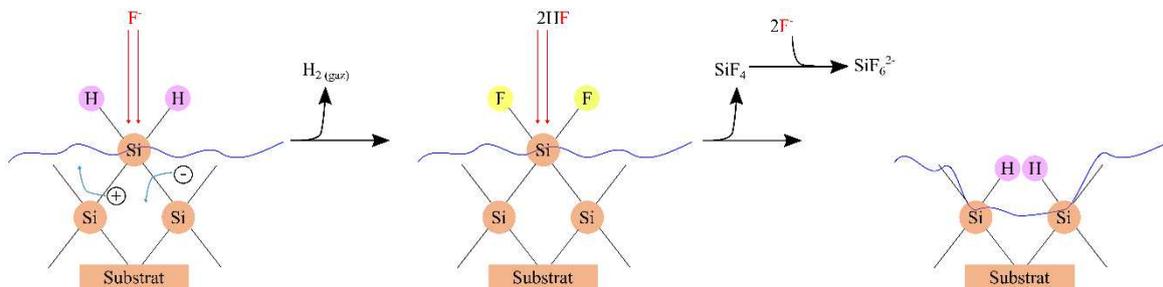


Figure 44 - Mécanisme réactionnel de la formation du silicium poreux par la technique d'anodisation électrochimique.

L'épaisseur et la porosité du silicium ainsi que la taille et la forme des pores, dépendent du type de substrat de silicium utilisé et des conditions de l'anodisation électrochimique [119]. Il faut donc prendre en considération :

- Le dopage du substrat de silicium utilisé [120] : chaque type de dopage présente des pores de taille et la morphologie différents obtenues lors de l'oxydation. À mesure que la concentration du dopant augmente et que la résistivité électrique diminue, les diamètres et les longueurs des pores augmentent. Ainsi, des structures poreuses plus fines peuvent être obtenues avec des substrats silicium faiblement dopés mais le type de dopants affecte également le diamètre des pores.

Ainsi, un substrat de silicium dopé P⁻ présente des pores de diamètre inférieur à 2 nm tandis que le silicium dopé N⁻ présente des pores de diamètre supérieur à 50 nm. On obtient des pores de diamètre variant de 2 à 50 nm dans le cas des dopages P⁺ et N⁺.

- La densité de courant appliquée : La porosité est définie comme la fraction d'air de la couche de silicium poreux, généralement exprimée en pourcentage. La densité de courant est un paramètre critique influant significativement sur la porosité. Elle s'exprime selon la relation classique suivante :

$$J = \frac{I}{S} \quad 13$$

avec I, l'intensité du courant appliqué (mA) ; S, la surface de Silicium en contact avec l'électrolyte (cm²) et J la densité de courant (mA/cm²).

- La concentration d'acide fluorhydrique (HF) dans l'électrolyte. : la porosité de la couche de silicium varie de manière inverse avec la concentration de HF.

- La durée d'anodisation influe sur l'épaisseur de la couche poreuse mais également sur la porosité. Pour une durée inférieure à 10 minutes, la porosité augmente linéairement avec le temps d'anodisation. Au-delà, la solution est appauvrie et la vitesse de formation des couches poreuses est ralentie.

Nous verrons ultérieurement, dans la partie réalisation technologique des résonateurs à base de polymères, les conditions retenues pour notre étude.

Pour contrôler la stabilité et obtenir une bonne reproductibilité des propriétés optiques du silicium poreux, une étape d'oxydation thermique est nécessaire. Le silicium poreux présente, en surface, des liaisons Si-H très réactives qui peuvent notamment s'oxyder dans le temps. Il est donc nécessaire d'avoir des liaisons non réactives tels que le Si-C ou Si-O [120].

A la suite des étapes de fabrication du silicium poreux, une étape de d'oxydation permet d'obtenir de la silice poreuse. Par l'intermédiaire du réseau de pores, l'oxygène peut pénétrer dans toute la couche, oxydant alors le silicium poreux.

Une telle oxydation se fait en deux principales étapes, comme le montre le programme imposé à un four à flux d'oxygène présenté en Figure 45 :

- 1) Une étape intermédiaire dite de pré-oxydation à 300°C est nécessaire et permet de recouvrir la surface interne d'une fine couche de SiO₂, thermiquement stable et qui bloque le phénomène de diffusion lors des étapes d'oxydation à plus haute température ;
- 2) Une phase d'oxydation thermique pour des températures autour de 960°C.

Par ce procédé de fabrication, la couche obtenue sera utilisée comme gaine inférieure des structures de nos dispositifs de détection à base de polymères et nous listerons les paramètres retenus dans la partie réalisation technologique des résonateurs développés.

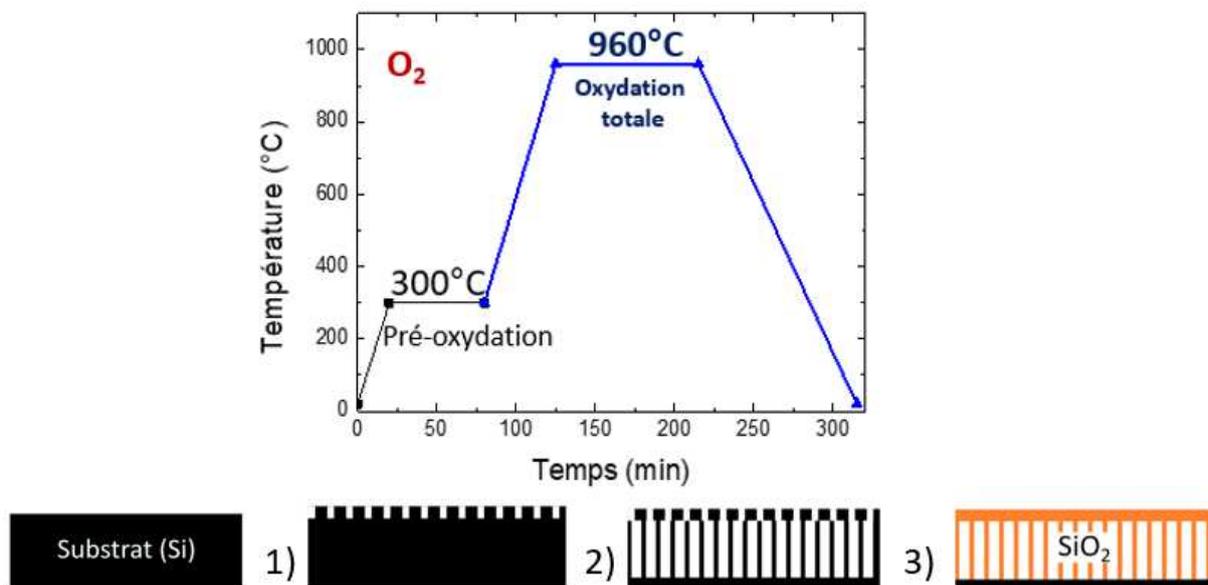


Figure 45 - Représentation schématique de la porosification d'un substrat de silicium et profil thermique appliqué : 1) Formation de la première couche de silicium poreux. 2) Formation de la deuxième couche de silicium poreux en augmentant le courant appliqué. 3) Oxydation du silicium poreux afin d'obtenir de la silice poreuse.

3.1.2 Techniques de lithographie

De façon générale, la lithographie consiste à transférer un motif 2D à travers le volume d'un échantillon.

Les principales technologies de lithographie disponibles sont la photolithographie (ou lithographie optique) et la lithographie par faisceau d'électrons (EBL pour « *Electron Beam Lithography* »). L'obtention des structures se fait en trois grandes étapes :

- La création d'une couche de masquage qui permet de protéger l'échantillon localement. En lithographie optique, le masque est constitué d'une plaque de verre soutenant des motifs en chrome formant les régions opaques aux rayons UV alors qu'en lithographie

par faisceau d'électrons, le masque est réalisé grâce à un logiciel de modélisation dédié (*Beamer* de la société GenISys). Ce masque correspond au chemin suivi par le faisceau d'électrons.

- Le transfert des motifs du masque.
- Le retrait du matériau dans les régions non masquées. Cette partie est consacrée au transfert des motifs vers le matériau et abordée ultérieurement.

Une fois l'exposition et le développement de la résine réalisée, une étape de gravure est nécessaire pour faire apparaître les motifs dans le matériau de cœur. Dans cette partie, nous décrivons les deux procédés de lithographie, précédemment cités puis la prochaine partie sera consacrée à la gravure des guides.

3.1.2.1 Lithographie optique

La lithographie optique, encore appelée photolithographie, permet de transférer des motifs sur une résine photosensible à partir d'un masque en quartz. Cette méthode se décompose en trois étapes principales : le dépôt de la résine photosensible, l'insolation de la résine à travers un masque puis son développement (Figure 46).

Les masques présentant des motifs en chrome sont opaques aux rayons UV tandis que les zones en quartz sont transparentes. Le système utilisé se fait par contact sous vide et le masque est plaqué sur la résine.

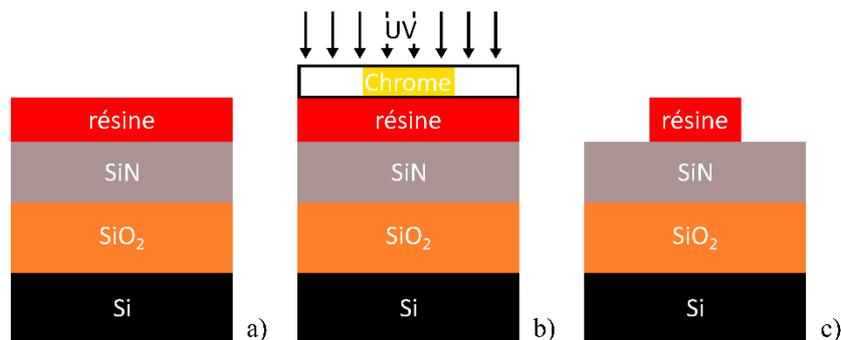


Figure 46 - Schéma représentant les principales étapes de photolithographie : a) Dépôt de la résine électrosensible. b) Insolation de la résine photosensible à travers un masque en quartz. c) Développement de la résine non exposée.

L'insolation aux rayons UV entraîne une rupture des liaisons chimiques de la zone insolée. Par cette réaction photochimique, l'image du masque est transcrite dans l'épaisseur de la résine. Le temps d'insolation doit être déterminé de manière à apporter suffisamment d'énergie pour modifier la structure chimique de la résine. A ce titre, une sur ou sous-exposition de la résine entraînera une dégradation de la résolution des motifs transcrits comme le montre la Figure 47.

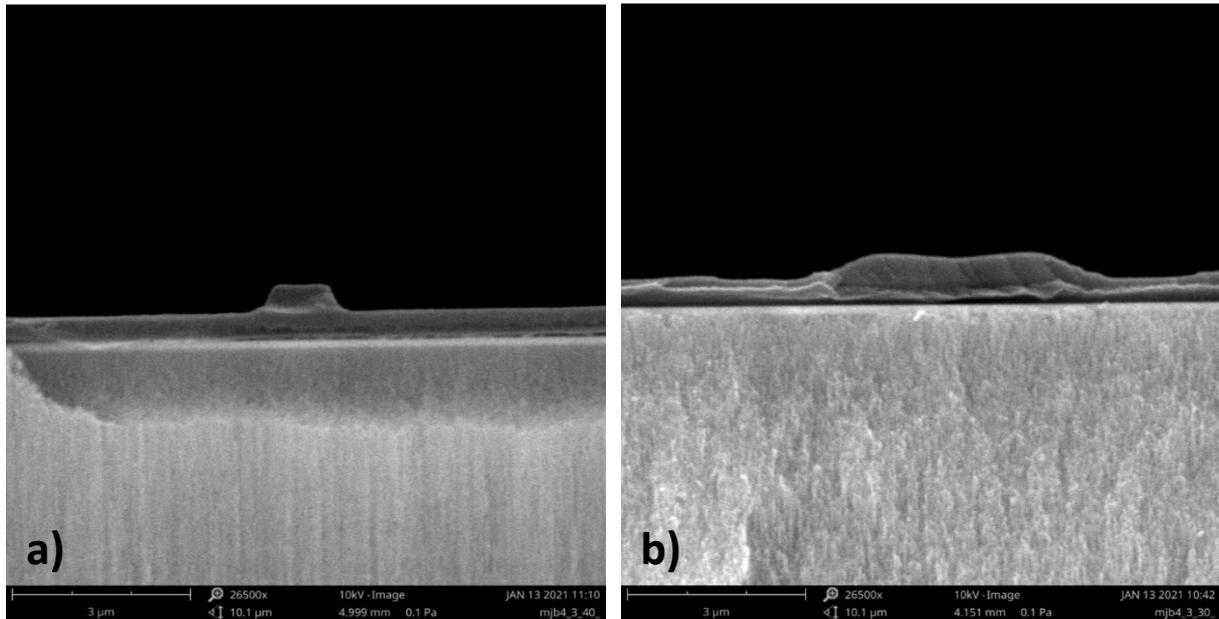


Figure 47 - Vues MEB (vues de face) : a) Exemple d'un masque de guide en résine photosensible sur-exposée (largeur de guide = 800 nm). b) Exemple d'un masque de guide en résine photosensible sous-exposée (largeur de guide = 4 μm).

Le temps de développement de la résine constitue également un paramètre clé. Si la résine est trop fine sur les guides et ne protège pas suffisamment la couche de cœur pour la durée de gravure, un profil dit en « oreilles » est observé comme présenté en Figure 48.

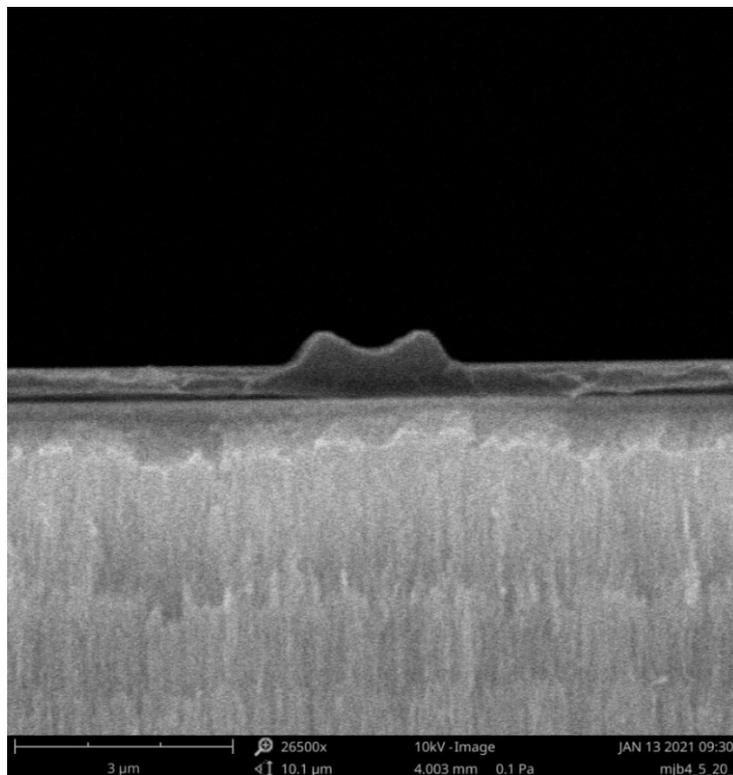


Figure 48 - Vue MEB (vue de face) d'un profil dit en « oreilles » observé sur un guide d'onde.

3.1.2.2 Lithographie par faisceau d'électrons

L'EBL est une technique d'écriture qui utilise un faisceau d'électrons accélérés pour dessiner des motifs sur des substrats recouverts d'une résine électrosensible. L'exposition au faisceau d'électrons modifie la solubilité de la résine en cassant les chaînes de polymères. Une résolution nanométrique peut être obtenue en optimisant de nombreux paramètres, notamment la dose d'exposition, l'énergie du faisceau et la solution de développement.

Une bonne dispersion des électrons (de l'anglais « *electrons dispersion* »²) est également conseillée pour éviter des problèmes d'écriture et de pollution de la chambre. Pour cela, il est préférable d'avoir un substrat qui soit conducteur.

En Figure 49, nous schématisons le procédé EBL illustrant les principales étapes du transfert d'un dessin sur une gaufre de silicium, avec une gaine en dioxyde de silicium et un cœur en nitrure de silicium. Une résine photosensible est déposée par centrifugation sur la gaufre. La résine est ensuite exposée au faisceau d'électrons en fonction de la disposition du dessin avant d'être développée à l'aide d'une solution appropriée. L'EBL utilise des électrons provenant d'une source, qui sont alors soumis à une tension d'accélération (exprimée en keV) et focalisée avant d'atteindre la résine produisant des réactions physico-chimiques à l'intérieur de celle-ci.

Une résine électrosensible est un film de polymère qui réagit chimiquement lors de son exposition à certaines longueurs d'onde de telle sorte que les parties exposées et non-exposées présentent une vitesse de dissolution différente dans une solution de développement, permettant ainsi la réalisation d'un masque de résine structuré.

Il existe deux principaux types de résine électrosensible et photosensible : les résines dites positives et celles dites négatives. Les parties exposées d'une résine positive seront dissoutes et inversement pour une résine négative. Dans notre processus de fabrication des guides d'onde en Si_xN_y , une résine positive a été retenue.

Le système permettant de réaliser de lithographie par faisceau d'électrons disponible dans la salle blanche du LN2 est le modèle EBPG 5200 (Raith nanofabrication).

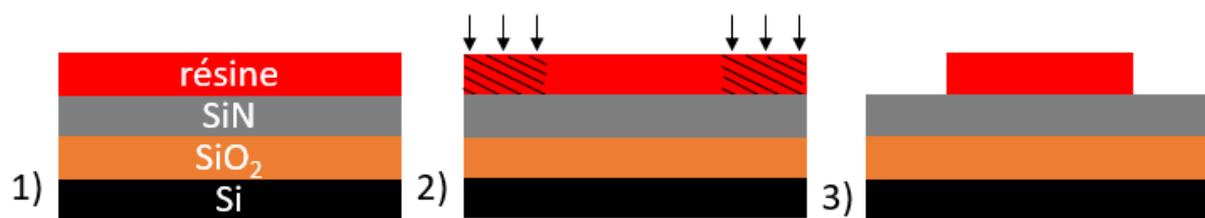


Figure 49 - Processus de fabrication des guides : 1) Dépôt de la résine électrosensible. 2) Exposition de la résine à un faisceau d'électron focalisé. 3) Développement de la résine non-exposée.

² Lorsque le faisceau d'électrons entre en contact avec la résine, les électrons sont déviés par des collisions et ils peuvent réapparaître dans la résine ailleurs que dans leurs points d'ancrage (effet de proximité). Certains électrons peuvent également traverser complètement la résine et certains sont renvoyés dans la résine lors du contact avec le substrat ou peuvent dégrader partiellement le substrat [121].

3.1.3 Transfert de motifs par retrait de matériau

Une fois les motifs inscrits dans la résine de protection, leur transfert vers la couche de cœur est réalisé par gravure sèche ou humide.

Les procédés de gravure humide supposent l'immersion du substrat dans un liquide, acide ou base, qui attaque les régions exposées de l'échantillon. Certaines conduisent à un profil isotrope et d'autres à un profil anisotrope, dont les effets sont explicités ci-après.

La gravure peut être complètement verticale : il s'agit alors d'une gravure anisotrope. En revanche, lorsque seuls les radicaux sont impliqués dans la gravure, la gravure se produit non seulement dans la direction verticale, mais aussi dans la direction horizontale puisque les radicaux ont un mouvement aléatoire (Brownien). C'est ce que l'on appelle une gravure isotrope.

Lorsque la dynamique de transport contrôle le taux de gravure, la gravure est limitée par la diffusion. Si c'est le taux de réaction qui domine, la gravure sera alors influencée par la température. Une caractéristique des gravures humides est que les grandes régions exposées sont gravées moins vite que les petites ouvertures. Ceci peut engendrer un phénomène de sur-gravure à certains endroits, voire même une altération totale des motifs fins.

D'un point de vue général, la gravure humide, en plus d'être plus simple et moins coûteuse, peut offrir des sélectivités bien supérieures à la gravure sèche. Cependant, elle est très sensible à la température et/ou au taux d'agitation, et donc parfois moins répétable ou homogène. Par ailleurs, elle ne permet pas l'anisotropie de la gravure sèche par plasma.

Nous portons une attention particulière sur la méthodologie permettant de minimiser la rugosité des facettes des guides d'onde et donc améliorer considérablement les conditions de couplage optique. **Dans la suite de ce travail, la gravure sèche sera privilégiée à la gravure humide.** La gravure sèche se fera au moyen d'une gravure plasma que nous allons décrire ci-après.

Nous verrons deux types de gravure qu'il est possible d'utiliser pour les composés nitrurés : la gravure par plasma inductif (ICP pour « *Inductively coupled plasma* ») utilisée pour les matériaux SiN, SiON et SiO₂ puis la gravure profonde du silicium (DRIE pour « *Deep Reactive Ion Etching* »).

3.1.3.1 Gravure par plasma inductif

Le terme de gravure sèche désigne une méthode dans laquelle le matériau est gravé sous phase vapeur ou plasma. La gravure est soit physique (pulvérisation par bombardement ionique), soit chimique (réaction des espèces avec la surface) ou une combinaison des deux.

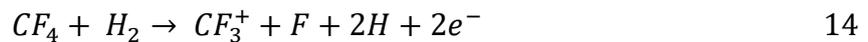
L'ICP-RIE (pour « *Reactive Ion Etching* ») est un équipement de gravure réactive ionique équipé d'une source plasma inductive. Le plasma est un gaz électriquement neutre, mais puisque les électrons se propagent librement à l'intérieur (du fait de leurs faibles masses), ce dernier a des propriétés de conduction. En appliquant une tension entre les deux électrodes, où se trouve l'échantillon et le plasma, les électrons sont accélérés par le champ électrique généré par le potentiel appliqué. Ils acquièrent ainsi de l'énergie cinétique et entrent en collision avec

les atomes et les molécules présents. Une dissociation se produit lorsque l'énergie fournie par l'électron lors de la collision est plus grande que l'énergie de liaison de la molécule.

Les espèces neutres et chargées proviennent d'une source ICP, dans laquelle une bobine entourant la chambre du réacteur est parcourue par un courant variable RF. Le courant induit un champ électromagnétique qui excite les électrons du gaz présent et génère sa dissociation en électrons, ions et espèces très réactives. Ce système permet de créer un plasma à haute densité et basse pression.

La gravure du SiO₂ se fait en quatre étapes [122] (Figure 50):

1) Les espèces réactives et les radicaux sont produits dans le plasma et dont le processus est décrit par cette équation bilan :



2) Ces espèces sont transportées et adsorbées à la surface de l'échantillon au niveau de la gaine.

3) Une réaction se produit alors à la surface de l'échantillon entre les espèces adsorbées et l'échantillon, générant des sous-produits (SiH₄ et CO).

4) Les sous-produits issus de cette réaction sont, par la suite, désorbés.

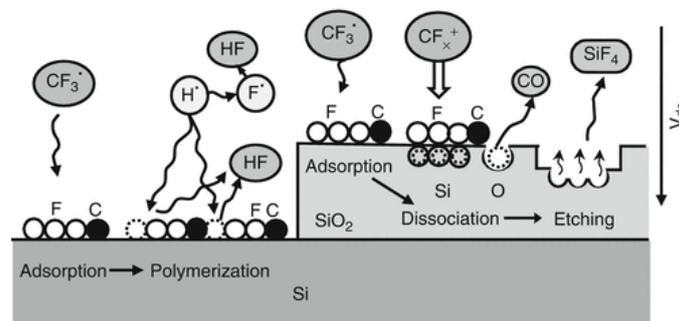


Figure 50 - Illustration du mécanisme de gravure du SiO₂ avec un mélange gazeux de CF₄/H₂ [122].

3.1.3.2 Gravure profonde du silicium – Procédé Bosch

La gravure profonde du silicium (DRIE pour « *Deep Reactive Ion Etching* ») est un procédé bien adapté à la formation de géométries à haut rapport d'aspect (structures très étroites et profondes) et pour lesquelles des profils de gravure très verticaux sont requis [123].

Le mécanisme de base du procédé DRIE consiste en une gravure isotrope produite par réaction chimique entre le silicium et des radicaux de Fluor (F). L'anisotropie est plus spécifiquement obtenue par le procédé breveté Bosch [124], qui repose sur un principe de fonctionnement en un cycle constitué de deux étapes distinctes et représenté en Figure 51 :

- Attaque isotrope par un plasma d'hexafluorure de soufre (O₂ + SF₆),
- Dépôt d'une couche de téflon à partir d'octafluorocyclobutane (C₄F₈).

Ce cycle de gravure/dépôt est répété autant de fois que nécessaire en fonction de la profondeur de gravure désirée. Le procédé Bosch utilisé pour la gravure de silicium impose un support d'échantillon inerte face aux attaques plasma SF_6 . Pour cela, la tranche échantillon est collée sur un support en SiO_2 thermique sur Si. Les profils de gravure obtenus dépendent étroitement des paramètres du plasma, des périodes respectives de passivation et gravure et de la puissance d'électrode. Notons qu'un plasma O_2 est souvent ajouté en phase de gravure pour éliminer les particules de résine ou de polymères éjectées lors du bombardement.

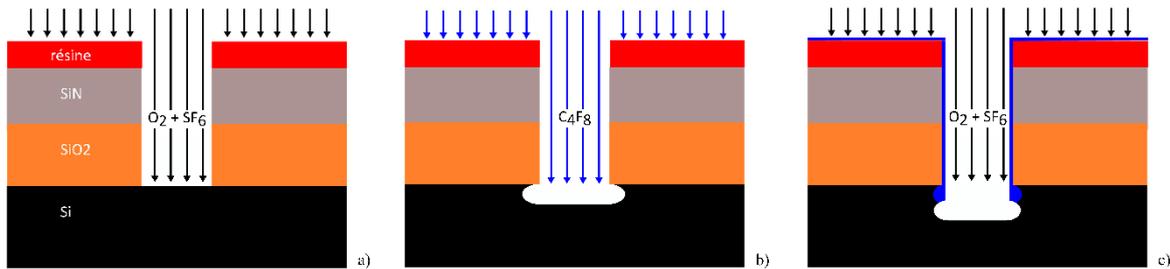


Figure 51 - Procédé Bosch : alternance entre de courtes périodes de passivation et gravure. a) Phase de passivation : dépôt d'un film de type teflon. b) Phase de gravure : retrait des parties horizontales du film de polymères par bombardement ionique et gravure isotrope du Silicium par réaction avec des atomes de Fluor. c) Période de passivation : début d'un nouveau cycle. La taille des ondulations est volontairement exacerbée pour une meilleure compréhension.

Comme précédemment indiqué, nous avons choisi de réaliser la gravure des différents matériaux au moyen de gravure sèche. Le laboratoire LN2 est équipé d'un système de gravure profonde STS-ASE (pour « Advanced Silicon Etching ») et STS-AOE (pour « Advanced Oxyde Etching ») de la compagnie Surface Technology Systems). De tels équipements nous ont permis de réaliser la gravure des matériaux SiN, SiO₂ et SiON avec l'AOE tandis que la gravure du silicium se fera à l'ASE.

Les procédés de gravure de chacune des structures optiques retenues sont détaillés dans les parties 3.2, 3.3 et 3.4.

3.2 Réalisation technologique des structures optiques à base de polymères

3.2.1 Etapes de fabrication des guides à base de polymères

De façon générale, la fabrication des guides d'onde à base de polymères est faite en plusieurs étapes, comme décrit en Figure 52 et ces étapes vont être explicitées dans le paragraphe suivant.

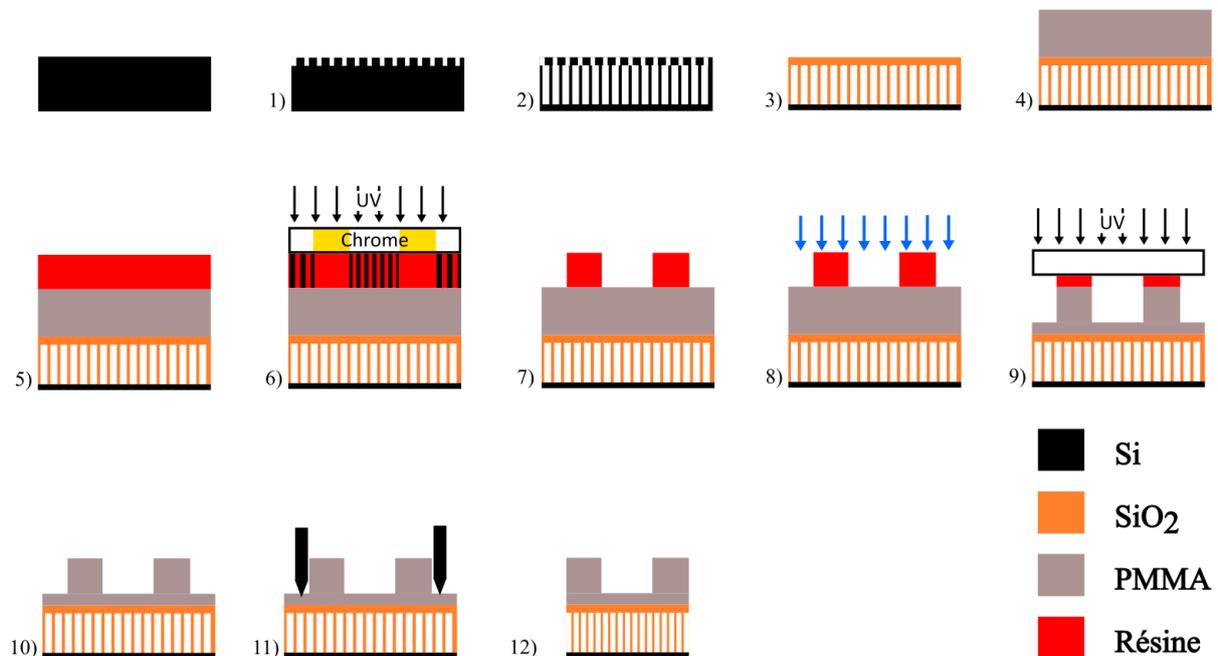


Figure 52 - Principales étapes de fabrication de guides d'onde à base de PMMA sur silice poreuse : 1) Développement de la première couche de silice poreuse. 2) Développement de la deuxième couche de silice poreuse. 3) Oxydation du silicium pour obtenir de la silice poreuse. 4) Dépôt du PMMA par spin-coating. 5) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 6) Insolation UV pour former les guides. 7) Développement de la résine. 8) Gravure ICP avec un plasma O_2 . 9) Exposition du reste de la résine. 10) Retrait des résidus de résine. 11) Clivage des différentes puces.

3.2.2 Description des étapes

Comme présenté dans la partie précédente, notre objectif vise la fabrication de guides d'onde *ridge* en PMMA sur substrat de silice poreuse.

L'intérêt de la silice poreuse est de diminuer l'indice de réfraction de la couche de confinement pour exalter le taux de champ évanescent en contact avec la couche de superstrat. La silice poreuse est obtenue par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium, puis par une oxydation thermique.

Le substrat utilisé est une gaufre de silicium dopé P^+ de $280 \mu\text{m}$ d'épaisseur et de diamètre 5 mm dont $5 \mu\text{m}$ de silice poreuse est réalisée selon la technique explicitée précédemment, qui

va constituer la gaine inférieure (couche de confinement) des guides ($n_{\text{SiO}_2\text{ poreux}} = 1,2$ à 760 nm).

Le cœur des guides est en PMMA ($n_{\text{PMMA}} = 1,49$ à 760 nm), de forme rectangulaire de largeur 1 μm et différentes hauteurs seront réalisées : 250 nm, 300 nm et 500 nm.

La première étape consiste en une anodisation électrochimique de la gaufre de silicium pour porosifier ce dernier.

La solution d'électrolyte est composée de HF, d'eau et d'éthanol dans des proportions 2 : 1 : 2. Dans un premier temps, un courant de 80 mA a été appliqué pendant 20 secondes pour obtenir une couche appelée « barrière » à très faible porosité de 100 nm d'épaisseur (< 10 %).

Dans un second temps, nous appliquons un courant de 1,5 A pendant 210 secondes pour obtenir 5 μm de silicium poreux avec une porosité de 58 %. Par souci de validation, les épaisseurs des deux couches ont été mesurées au MEB (Figure 53). La couche « barrière » doit prévenir de l'infiltration du PMMA et de l'eau dans les pores du substrat.

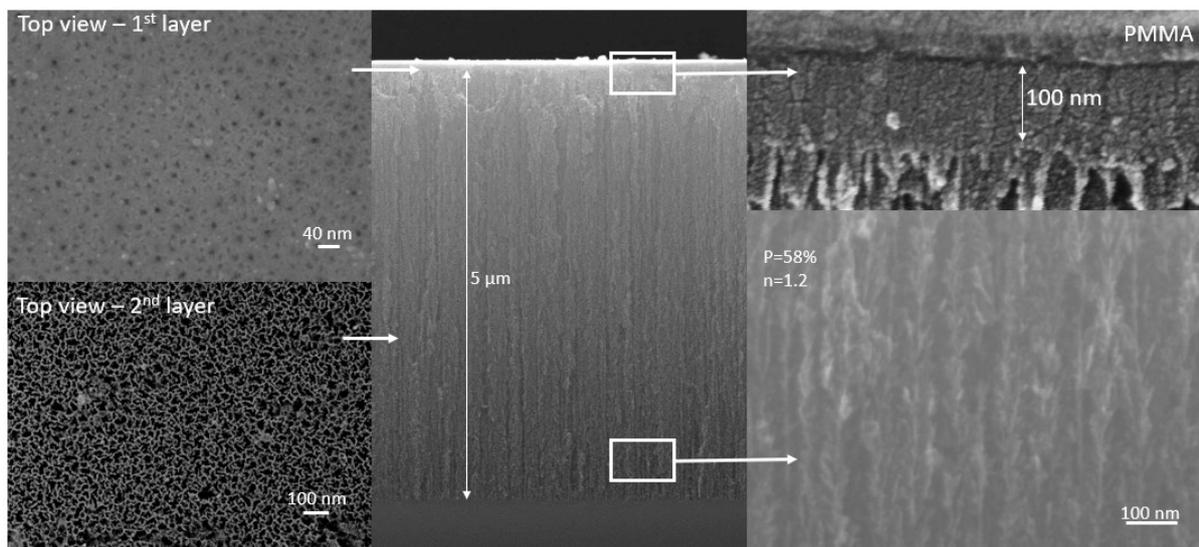


Figure 53 - Vues MEB des différentes couches de silice poreuse.

A gauche - Porosité des deux couches (vue de dessus).

Au milieu - Vue en coupe avec la silice poreuse comme gaine inférieure et une couche de PMMA déposée par-dessus.

A droite : Vue en coupe des deux couches de silice poreuse.

Une calibration de la cellule pour connaître la variation de porosité (P) en fonction de la densité de courant (J) a été réalisée, à partir d'un banc de mesure développé pour réaliser de la réflectométrie (Figure 54). Il est composé d'une lampe halogène et d'un monochromateur permettant de réaliser un balayage en longueur d'onde. Un spectre de réflectance est obtenu, constitué de franges d'interférences dues aux réflexions aux différentes interfaces [air – couche poreuse et couche poreuse - substrat].

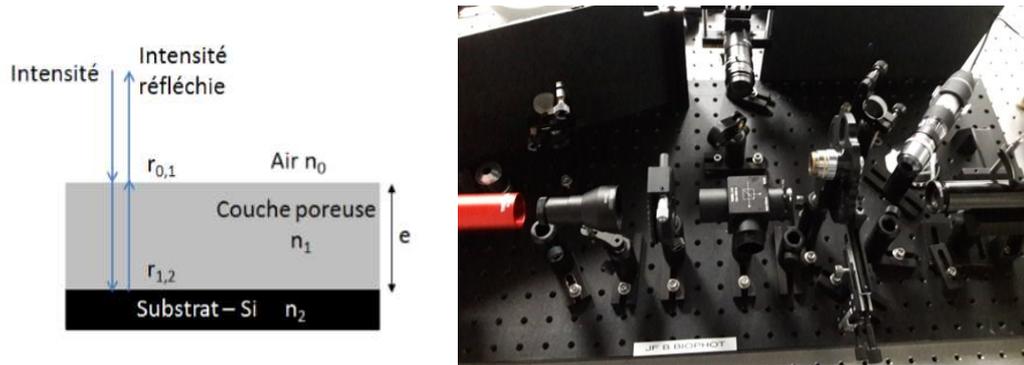


Figure 54 - Schéma de principe de la réflectométrie optique et photographie du banc de mesure utilisé.

La méthode de détermination de l'indice de réfraction est basée sur la modélisation d'un spectre de réflectance en utilisant le modèle de Bruggeman [125]. Ce modèle, classiquement usité, permet de déterminer la relation entre l'indice de réfraction d'une couche au pourcentage de porosité pour les différentes densités de courant appliquées (Figure 55).

Pour la couche « barrière », nous souhaitons obtenir un indice de réfraction de 1,2, ce qui équivaut à une porosité de 53% pour une densité de courant de plus de 70 mA/cm². Nous appliquerons donc une densité de courant de 80 mA/cm² pour être certain d'atteindre nos objectifs de pourcentage de porosité et d'indice de réfraction.

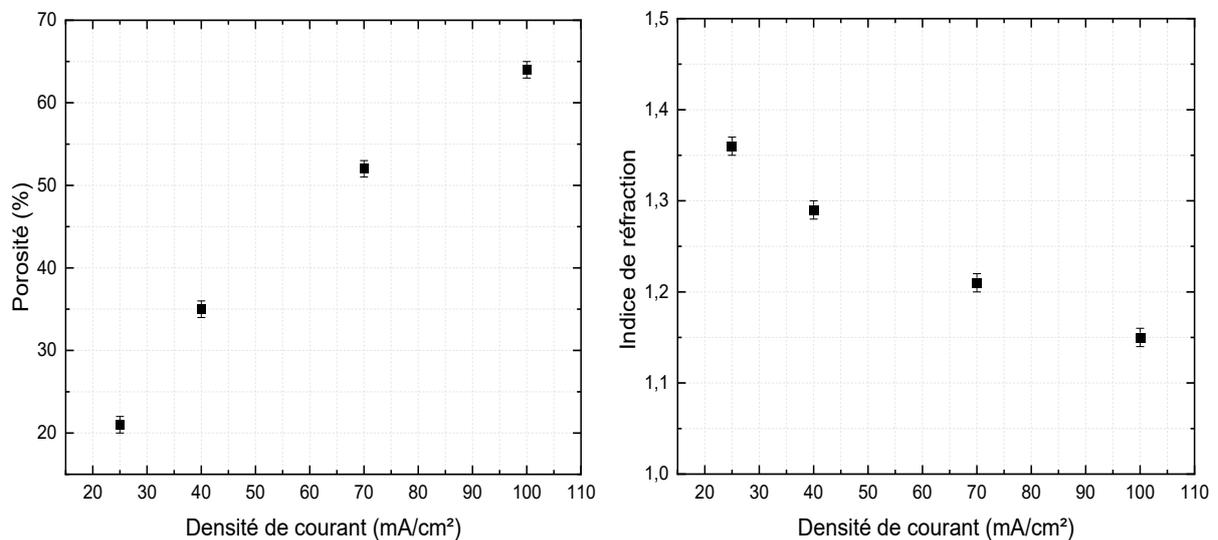


Figure 55 - Mesure de porosité et d'indice de réfraction en fonction de la densité de courant sur 4 gaufres de silicium.

Une fois les deux couches de silicium poreux obtenues par la technique précédemment décrite, un recuit sous flux d'oxygène va permettre d'obtenir des couches de silice poreuse. Ces étapes d'oxydation sont effectuées dans un four dans lequel circule de l'oxygène. Une première étape de pré-oxydation pendant 60 minutes à 300°C suivie d'une deuxième étape d'oxydation pendant 90 minutes à 960°C, ont été nécessaires.

Il est observé qu'après l'oxydation du silicium poreux, la couche barrière se referme ce qui permet une imperméabilisation de la couche de confinement. Cependant, lors de la formation de la bicouche de silicium poreux (couche barrière et couche de confinement), le courant plus fort vient augmenter le taux de porosité de la couche barrière et celle-ci ne peut pas se refermer totalement (Figure 56). Il est donc essentiel de conserver une fine couche de PMMA, dont le rôle est de servir de couche protectrice, comme nous l'expliquerons subséquemment.

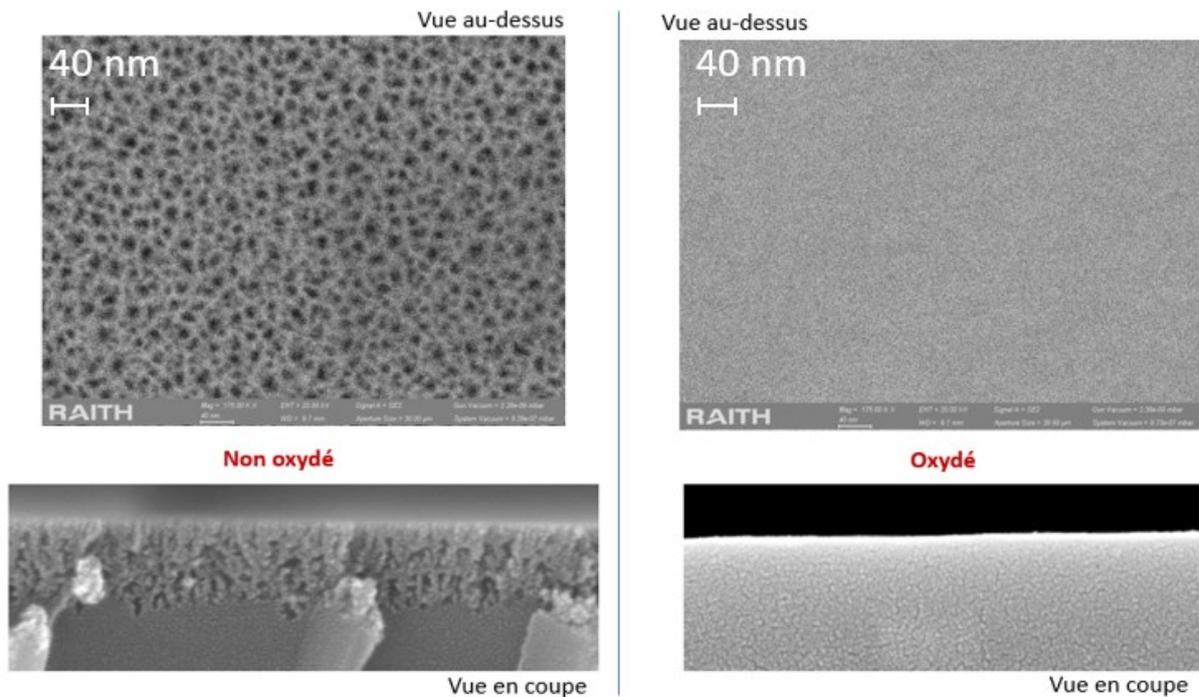


Figure 56 - Vues MEB (vue de dessus) des couches de silicium poreux obtenues avant oxydation et de silice poreuse obtenues après oxydation.

Une fois la couche de gaine inférieure réalisée, le matériau de la couche de cœur (PMMA) est déposé par un procédé d'enduction par centrifugation, plus connu sous le nom de technique dite de *spin-coating*. Une petite quantité de résine est étalée sur les structures à l'aide de la force centrifuge par le biais d'une tournette. Celle-ci est programmable et les paramètres à ajuster pour obtenir les épaisseurs de couche souhaitées : vitesse de rotation, accélération et temps de rotation. Au final, l'indice de réfraction optique de la couche de cœur est égal à 1,49.

Ce matériau se présentant sous forme solide, qui doit être dilué dans de l'anisole pour obtenir un matériau visqueux. Le pourcentage de PMMA pure dans la solution conseillée par le fabricant (Microchem) est de 9 %, mais nous avons souhaité réaliser des tests dans une gamme plus restreinte soit 4 et 7 %.

L'objectif étant d'atteindre une épaisseur de 500 nm de PMMA, nous avons fait varier le pourcentage de PMMA pure dans la solution ainsi que la vitesse de rotation du *spin-coating* (Figure 57).

L'épaisseur de 500 nm est atteinte pour une concentration de PMMA de 9 % et une vitesse de rotation de 5000 rpm (rotation par minute). Un recuit à 300°C pendant 1 minute est alors nécessaire pour que la couche de PMMA adhère à la gaufre.

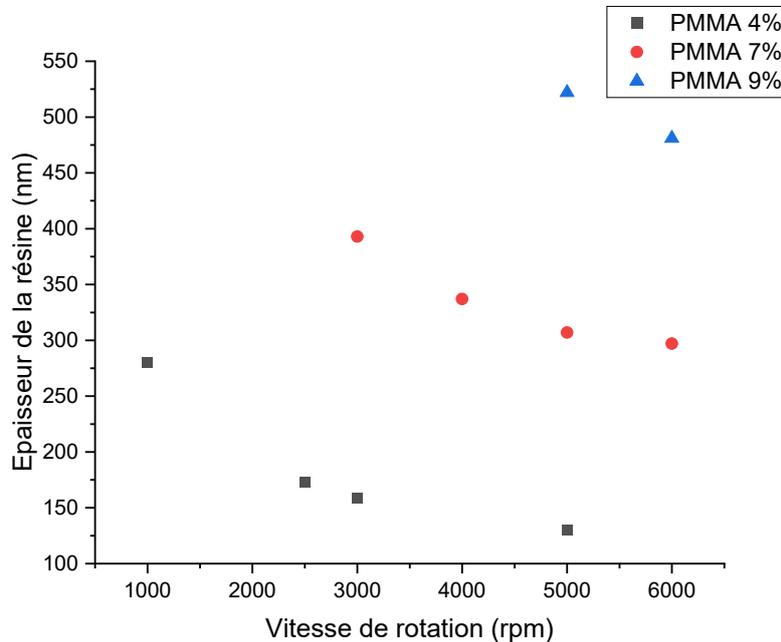


Figure 57 - Variations d'épaisseur de la couche de PMMA déposée pour différents pourcentages de dilution en fonction de la vitesse de rotation du spin-coater.

Ensuite, les étapes de lithographie débutent avec l'application d'une couche de résine photosensible positive (Az1505) par *spin-coating*, permettant d'atteindre une épaisseur de 500 nm, en respectant les paramètres suivants : 5000 rpm pendant 60 secondes suivi d'un recuit de 90 secondes à 110°C.

Un premier processus de photolithographie est réalisé pour retirer la résine du bord du gaufre, qui plus épaisse, peut entraîner un mauvais contact du masque avec la gaufre (la dose est de 100 mW/cm² pendant 9 secondes) et donc avoir un effet néfaste notamment pour l'étape de gravure.

Cette première insolation a pour but de sur-insoler la résine. Après le développement de la résine dans une solution appropriée (MF 319 pendant 30 secondes), une deuxième insolation est réalisée pour réaliser les motifs souhaités (dose de 10 mW/cm² pendant 5 secondes). A la suite de l'insolation, le masque est plongé dans un développeur approprié (MF 319 pendant 30 secondes) puis rincé à l'eau pour supprimer toute trace de solvant et de résine.

La dernière étape restante consiste en une gravure RIE pour obtenir les motifs désirés. La gravure est réalisée au moyen d'un plasma O₂ avec de l'hélium pour obtenir une meilleure anisotropie (débit O₂/He : 45/10 sccm ; puissance de la bobine et d'électrode de 100 W).

Un guide d'onde *ridge* est bien rectangulaire lorsque le taux d'anisotropie est égal à 1, ce qui correspond à une vitesse de gravure latérale nulle. Lorsque la vitesse de gravure verticale et

latérale sont identiques, le degré d'anisotropie est égal à 0, ce qui correspond à une gravure isotrope.

L'optimisation de cette étape cruciale pour obtenir les dimensions de guide souhaitées, une étude a été réalisée en amont afin de mesurer l'épaisseur restante de PMMA en fonction du temps de gravure (Figure 58). A ce titre, différents temps de gravure sur une couche de PMMA ont été appliqués et l'épaisseur restante a été caractérisée par MEB.

Cette étude est particulièrement importante puisque nous ne souhaitons pas graver totalement la couche de PMMA. Les pores de la couche de protection ne sont pas correctement refermés, et afin d'éviter l'infiltration du milieu à analyser dans la couche de gaine inférieure, une épaisseur résiduelle de PMMA est nécessaire entre le guide d'onde et la couche de confinement.

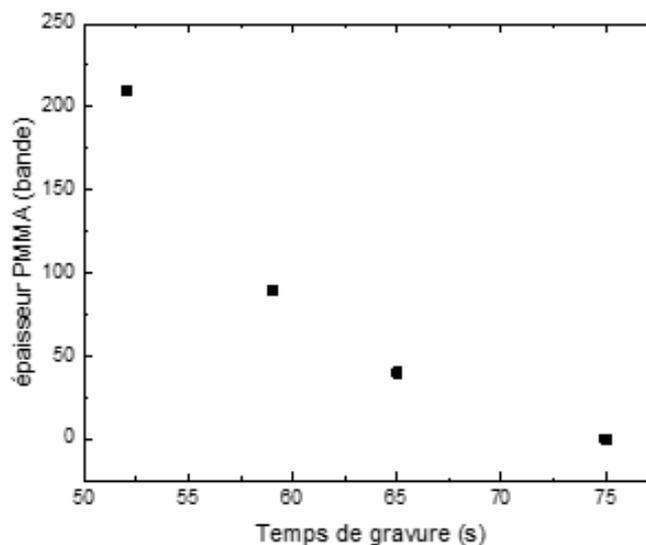


Figure 58 - Variations de l'épaisseur résiduelle de résine (PMMA) en fonction du temps de gravure.

Une dernière étape de photolithographie pleine plaque (sans masque) va permettre de retirer les restes de la couche de résine non-développée et non-gravée.

Au terme de ces étapes de fabrication, la structure des guides réalisés dans la couche de cœur a été analysée au MEB afin de valider les dimensions et la qualité des structures obtenues.

Nous avons présenté le procédé de fabrication optimisé en vue de réaliser un substrat de silice poreuse imperméable à l'eau, et des guides d'onde en matériaux organiques. Nous obtenons des guides tels que ceux présentés en Figure 59, qui sont parfaitement conformes à notre cahier des charges. Les puces obtenues sont ensuite clivées et prêtes pour la phase de caractérisation.

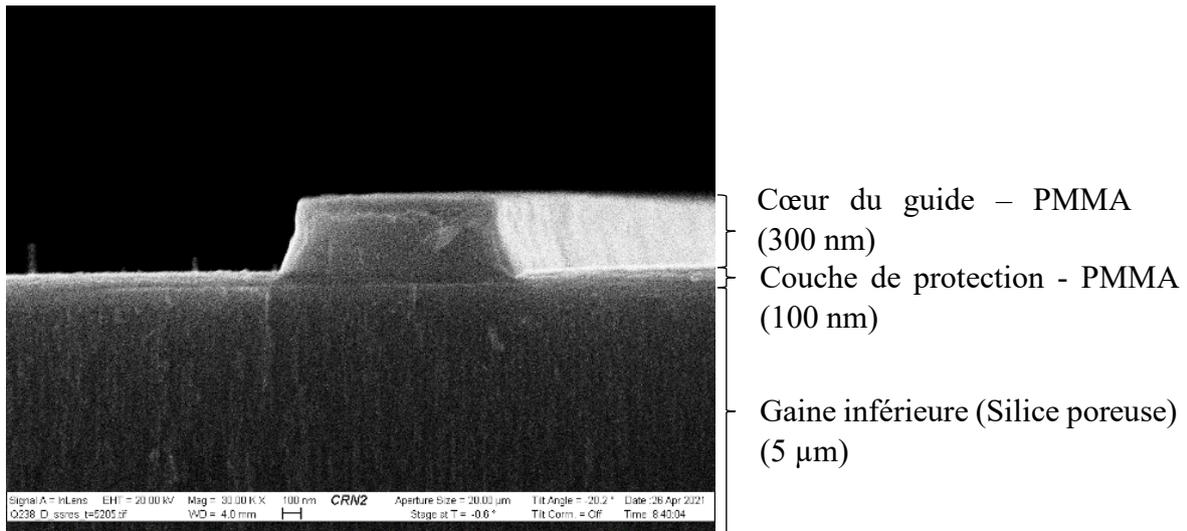


Figure 59 - Vue MEB (vue de face) d'un guide d'onde en PMMA/SiO₂ poreux/Si de hauteur 300 nm et de largeur 1 μm .

3.3 Réalisation technologique des structures optiques à base de SiN

3.3.1 Etapes de fabrication des guides à base de SiN

De façon générale, la fabrication des guides d'onde à base de SiN est faite en plusieurs étapes, comme décrit en Figure 60 et ces étapes vont être explicitées dans le paragraphe suivant.

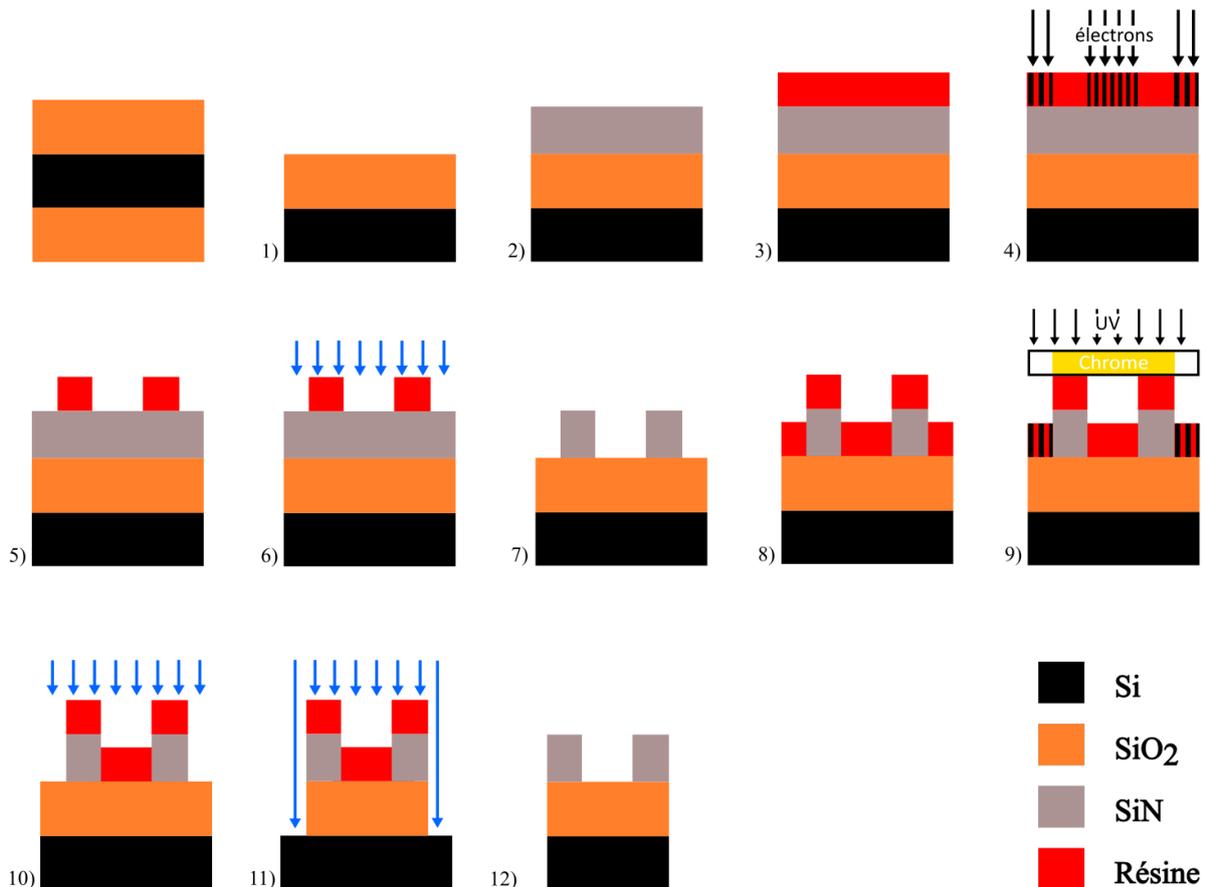


Figure 60 - Principales étapes de fabrication de guides à base de SiN : 1) Gravure du SiO₂ de la face arrière. 2) Dépôt du SiN par HF-PECVD. 3) Dépôt de la résine électrosensible par spin-coating. 4) Exposition de la résine par EBPG pour former les guides. 5) Développement de la résine. 6) Gravure sèche ICP du SiN. 7) Retrait de la résine. 8) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 9) Insolation UV pour la gravure des facettes. 10) Gravure sèche ICP du SiO₂. 11) Gravure DRIE du silicium. 12) Retrait de la résine.

3.3.2 Description des étapes

A partir des résultats issus du chapitre 2 portant sur la conception des microrésonateurs en matériaux inorganiques, nous avons déterminé les guides d'onde adéquats réalisés en matériaux diélectriques.

Le substrat de silicium est une gaufre de 7 cm de diamètre de 350 μm d'épaisseur sur lequel a cru une épaisseur de 2,5 μm de SiO₂ obtenu par oxydation sèche. ($n_{\text{SiO}_2} = 1,46$ à 760 nm). Le

cœur des guides est en SiN ($n_{\text{SiN}} = 1,9$ à 760 nm), de forme rectangulaire de hauteur 300 nm et de largeurs 250 ; 350 ; 400 ; 500 et 800 nm.

Comme présenté dans le chapitre 2, le substrat utilisé sera du silicium thermiquement oxydé sur les deux faces de la gaufre. La première étape de notre processus de fabrication consiste à graver la face arrière de SiO₂ au moyen d'une gravure sèche ICP avec l'AOE sous les conditions suivantes : débit Cf₄ : 20 sccm ; puissance de la bobine de 594 W et puissance d'électrode de 302 W pendant 450 secondes pour retirer 2,5 μm de SiO₂.

Le processus est décrit dans la section « Transfert de motifs par retrait de matériau - gravure par plasma inductif » de ce chapitre. Cette gravure doit permettre une meilleure conduction des électrons à travers la gaufre lors de l'étape de lithographie par faisceau d'électrons.

Une fois cette gravure réalisée, un dépôt HF-PECVD est effectué sur la face non-gravée de la gaufre (face avant). La couche déposée en nitrure de silicium (SiN) correspond à la couche de cœur du guide.

Les résultats de simulation du chapitre 2 ont mis en lumière qu'une épaisseur de 300 nm est requise, avec un indice de réfraction de 1,9 pour réaliser des guides à guidage monomodal avec un confinement suffisamment élevé. Le dépôt de ce matériau a été largement étudié.

A ce titre, les travaux de *A. E. Kaloyeros et al.* présentent un état de l'art des propriétés optiques (indice de réfraction), électriques (Résistivité, conductivité), thermiques et mécaniques sur le matériau SiN selon le type de dépôt : ALD pour « *Atomic Layer Deposition* » ou CVD.

Les travaux de *A. Gorin et al.* comparent les coefficients d'absorption et les pertes par propagation à différentes longueurs d'onde (473 nm, 532 nm et 633 nm) pour des guides SiN de 200 nm de haut, à différents indices de réfraction. Les guides d'onde obtenus par cette équipe ont démontré des pertes par propagation inférieures à 10 dB/cm aux différentes longueurs d'onde [107], [115].

Les propriétés de guidage sont très dépendantes de l'épaisseur des matériaux utilisés et de leurs indices de réfraction. Des variations sur l'épaisseur et l'indice de réfraction optique de la couche de matériau peuvent survenir lors du dépôt par PECVD.

Afin de vérifier l'épaisseur et l'indice de réfraction optique des couches déposées, une étude est réalisée par la technique d'ellipsométrie.

En effet, cette technique est non destructive et largement utilisée pour étudier les propriétés intrinsèques d'un matériau. Elle repose sur une mesure de variation de polarisation de la lumière incidente lors de la réflexion sur une surface plane [126]. Les mesures sont ajustées avec la loi de Cauchy pour chacune des couches : SiO₂ et SiN [127].

Dans notre cas, les deux couches de matériau utilisés ont des propriétés optiques très proches, et il n'a donc pas été possible pour l'équipement de différencier les différentes couches.

Nous avons donc décidé de réaliser une première mesure sur la couche de SiO₂ thermique pour enregistrer les propriétés de la couche dans l'appareil (épaisseur de la couche et indice de réfraction optique). A l'issue, une seconde mesure est effectuée avec le SiN déposé, en « forçant » la présence de la couche de SiO₂ comme gaine inférieure.

Une étude complète de la gaufre a pu être effectuée par l'ellipsomètre *UVISEL plus*, développé par la société HORIBA et présent au laboratoire LN2 (Figure 61).



Figure 61 - Equipement d'ellipsométrie présent au LN2.

La Figure 62 montre une cartographie spatiale des mesures obtenues par ellipsométrie. Sur une épaisseur de 300 nm requise par notre cahier des charges, nous obtenons des variations maximales de 10 nm. Par ailleurs, nous constatons que l'épaisseur de la couche déposée est plus importante sur les bords qu'au centre de la gaufre : la moyenne des épaisseurs mesurées aux extrémités de la gaufre est de 308 nm, alors que l'épaisseur au centre de la gaufre est de 299 nm.

Les simulations, réalisées au chapitre 2, ont permis de montrer que de telles variations sur l'épaisseur de la couche de SiN n'auront *in fine* qu'un impact très faible sur les performances de propagation de la lumière dans les guides et qu'une propagation monomodale en mode TE et TM dans le cœur de nos guides est garantie.

L'indice de réfraction, mesuré par ellipsométrie, subit des variations de $\pm 0,01$ ($n_{\text{SiN}} = 1,903$ au centre de la gaufre et $n_{\text{SiN}} = 1,914$ sur les bords de la gaufre) qui peuvent être liées à des variations de conditions opératoires difficiles à contrôler (i.e. températures de la salle, incertitudes de mesures, routine d'acquisition des mesures...).

De nouvelles simulations portant sur l'indice effectif du mode qui se propage dans le guide d'onde et son taux de champ évanescent ont été effectuées afin de valider que les variations sur l'indice de réfraction de la couche de cœur n'impactent pas la nature de la propagation de la lumière dans les guides d'onde à réaliser.

S'agissant des mesures de la gaufre, des mesures aberrantes peuvent être obtenues, mais de tels points constituent une erreur de mesure de l'équipement et n'ont pas été considérés dans notre évaluation.

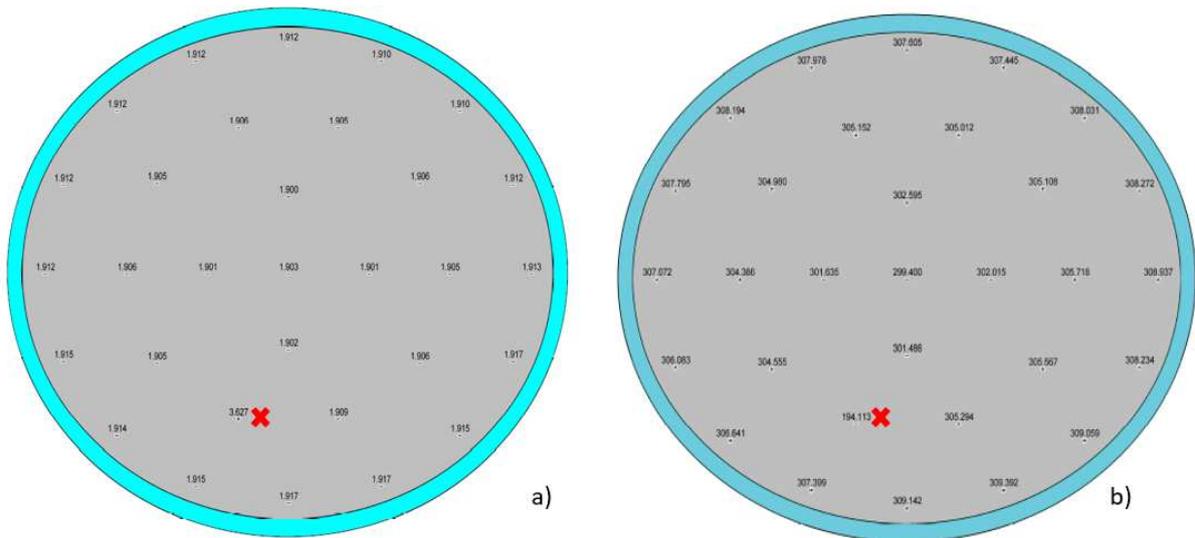


Figure 62 – Cartographies paramétriques d'une gaufre réalisé par la technique d'ellipsométrie. a) Mesure de l'indice de réfraction de la couche. b) Mesure de l'épaisseur de la couche. Les points identifiés par les croix rouges ne doivent pas être pris en considération (erreur de mesure).

Une fois que l'épaisseur et l'indice de réfraction de la couche de cœur ont été vérifiés, la gaufre de silicium est alors clivée en 6 puces de 1 cm² chacune.

L'étape d'écriture des structures commence par une lithographie qui nécessite le dépôt d'une résine photosensible positive sur la couche de cœur. Des tests de dépôt ont été réalisés avec des résines négatives, mais les problèmes d'adhésion sur le SiN ont limité son utilisation (Figure 63).

La résine utilisée est une résine positive (AR-P 6200, CSAR), déposée à hauteur de 370 nm sous les conditions suivantes : 5000 rpm pendant 60 secondes suivi d'un recuit de 60 secondes à 150°C.

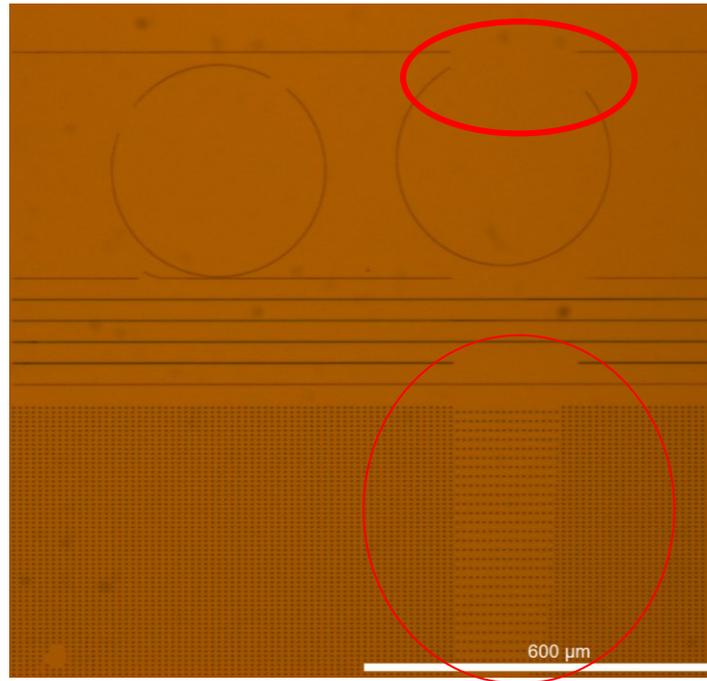


Figure 63 - Vue optique (vue de dessus) d'une puce mettant en lumière un problème d'adhésion d'une résine négative après la phase de développement de cette dernière. Des exemples de défauts d'adhésion sont entourés par le cercle rouge.

Afin d'atteindre les largeurs de guide en matériau inorganique objectivées (250 nm, 350 nm, 400 nm, 500 nm et 800 nm), l'utilisation de la lithographie par faisceau d'électrons est nécessaire.

Comme nous l'avons mentionné dans la section « Modélisation analytique du résonateur en anneau » du chapitre 2, nous souhaitons limiter les pertes par rugosité sur le bord des guides. Pour cela, nous utilisons la méthode « *bulk and sleeve* ». Il s'agit d'une méthode pour améliorer la qualité d'une lithographie par EBL. Comme mentionné précédemment, au cours d'une exposition EBL les électrons subissent différents processus de diffusion. Un des processus de diffusion à prendre particulièrement en considération réside en la rétrodiffusion des électrons du substrat ou des différentes couches empilées.

La dose réelle vue par la résine est donc différente de la dose d'exposition d'origine. Cette différence peut être corrigée au moyen d'algorithmes de correction d'effet de proximité (PEC pour « *Proximity effect correction* ») mais elle présente des limites en fonction de la dose, de la zone d'exposition et de l'épaisseur des couches. Il est possible de réduire la dose globale d'électrons rétrodiffusés en réduisant la zone exposée mais le temps d'écriture devient alors plus important.

L'idée du « *bulk and sleeve* » est de séparer la zone totale d'exposition en deux sous parties : une partie haute résolution autour de la structure (*sleeve*) et une partie basse résolution pour le reste de la zone exposée (*bulk*).

La zone "sleeve" est appliquée sur une largeur de 200 nm de chaque côté du guide d'onde, tandis que la partie "bulk" s'étend sur 5 μm de chaque côté du guide d'onde (Figure 64 et Figure 65).

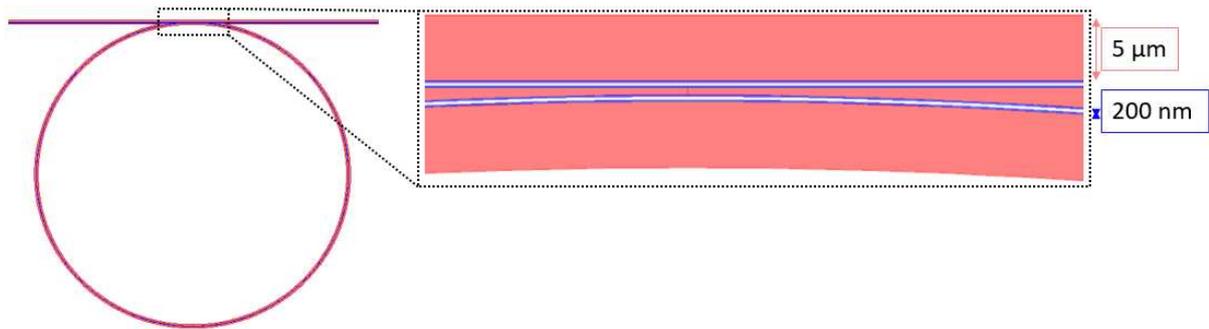


Figure 64 - Image extraite du logiciel de design des structures (Beamer) représentant un microrésonateur. La zone rose correspond à la gravure « bulk » et la zone bleue correspond à la zone de gravure « sleeve ».

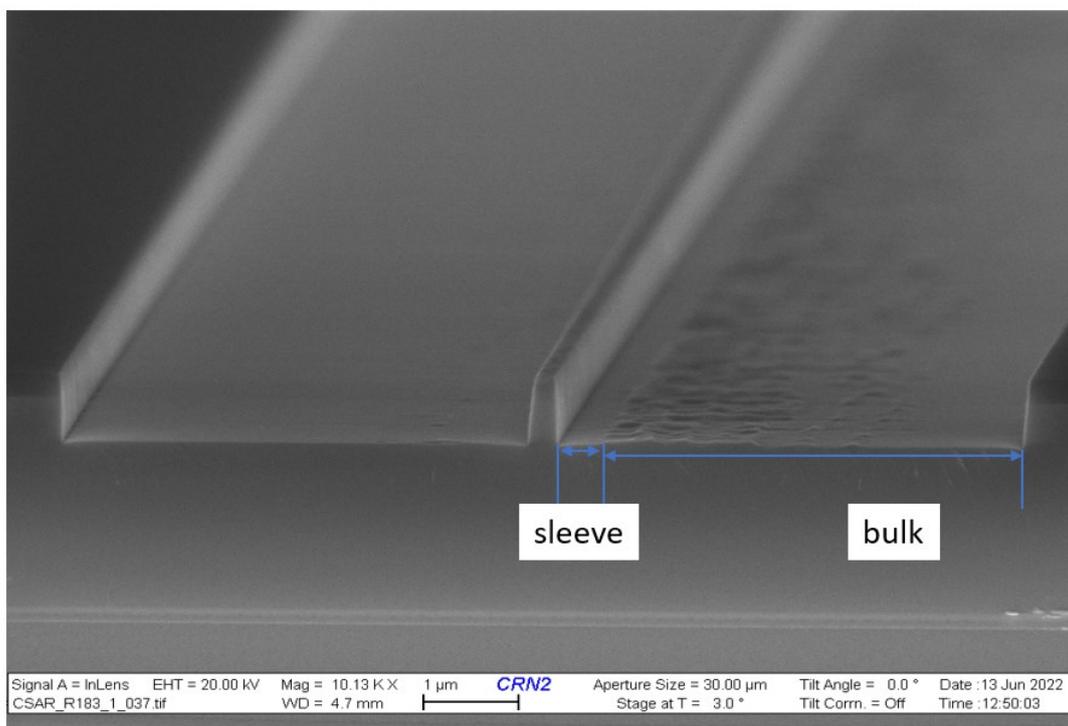


Figure 65 - Vue MEB (vue de face) d'un guide d'onde réalisé par EBL avec la technique dite « bulk and sleeve ».

Les motifs sont transférés dans la résine. Il est alors possible de retirer les zones exposées avec des solvants organiques dédiés. Dans notre cas, une solution de Methyl isobutyl ketone (MIBK) a été utilisée (3 minutes suffisent pour retirer la résine), suivi d'une étape de rinçage à l'alcool isopropylique (IPA) afin de stopper la réaction.

Une validation au microscope optique est possible afin de vérifier l'apparition des motifs (Figure 66).

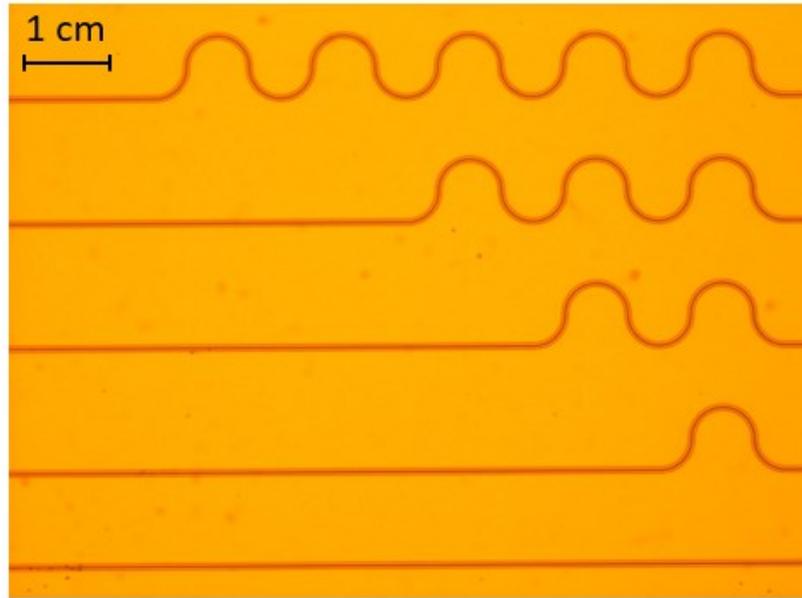


Figure 66 - Vue optique (vue de dessus) de motifs obtenus après le développement de la résine.

Une fois la résine développée pour laisser apparaître les motifs, la couche de cœur est gravée par voie sèche avec un procédé de gravure de type AOE en utilisant les conditions suivantes : débit He/Cf₄/H₂ : 140/10/25 sccm ; puissance de la bobine de 991 W et puissance d'électrode de 302 W pendant 50 secondes pour graver 300 nm de SiN.

La résine est alors entièrement retirée en plaçant les puces successivement dans des solutions d'acétone, IPA et eau pendant plusieurs minutes. Cette étape peut être critique et, à ce titre, il est nécessaire de bien retirer la résine et pour cela, plusieurs bains de développement peuvent être effectués. Après la gravure sèche, il est possible que la résine reste difficile à enlever. Un plasma oxygène est préférable mais la puissance doit être contrôlée (150 W), au risque d'altérer les guides d'onde (Figure 67).

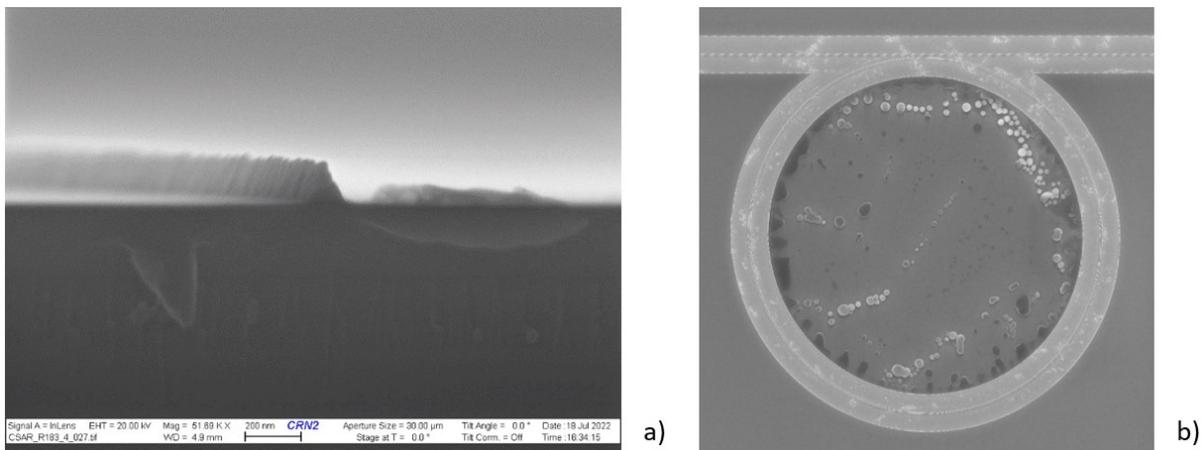


Figure 67 - a) Vue MEB (vue de face) d'un guide ayant été endommagé lors du retrait de la résine. b) Vue MEB (vue de dessus) d'un anneau avec des résidus photosensibles qui n'ont pas correctement été retirés.

Afin de séparer les différentes puces d'une gaufre, deux méthodes ont été testées :

- La clive mécanique,
- La gravure sèche appelée DRIE.

Concernant la clive mécanique et du fait de la mise en œuvre de matériaux amorphes (SiN et SiO₂), il est difficile d'obtenir une clive maîtrisable et répétable. Le clivage n'est généralement pas droit (dû à l'absence d'axe cristallographique privilégié) et des fissurations se produisent en périphérie des puces endommageant parfois les facettes et les guides (Figure 68).

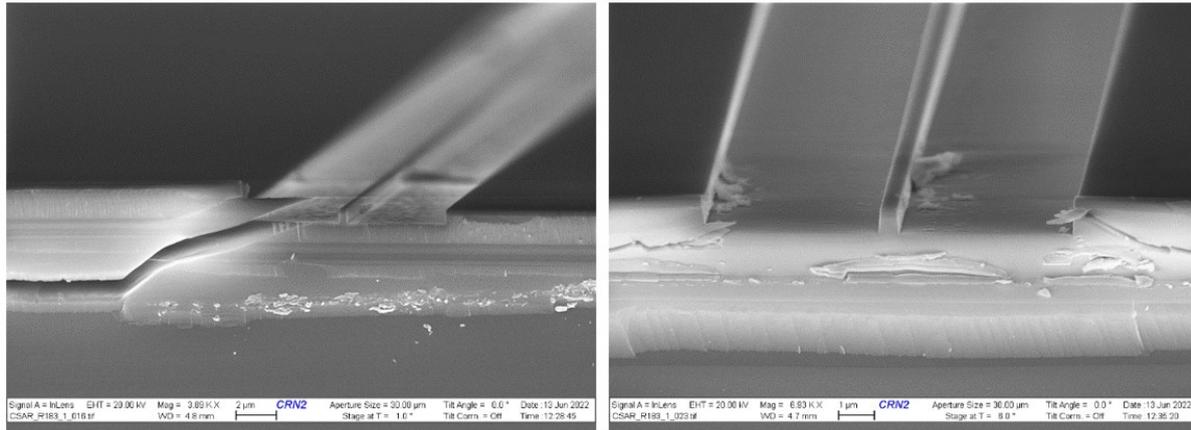


Figure 68 - Vues MEB (vues de face) de flanc d'une puce après une clive mécanique mettant en évidence le problème d'arrachement.

Pour pallier aux problèmes rencontrés avec la clive mécanique, la gravure sèche des facettes a été privilégiée et effectuée en deux étapes successives.

Ces étapes commencent par le dépôt d'une résine protectrice. Sa fonction principale est de former une couche de protection contre les attaques chimiques ou physiques telles que la gravure chimique humide ou sèche. La résine positive utilisée (AzP 4903) est déposée par la technique de *spin-coating* pour obtenir une épaisseur de 12 μm dans les conditions suivantes : 3000 rpm pendant 60 secondes et recuit à 110°C pendant 120 secondes.

Cette résine est ensuite exposée au moyen d'une source UV, à une dose de 10 mW/cm² pendant 30 secondes, puis développée dans une solution d'AZ400K pendant 4 minutes. Le temps d'arrêt du développement est déterminé par vérification visuelle de l'apparition des motifs. Lorsque les parties de résine à développer deviennent très réfléchissantes, le développement peut alors être considéré comme achevé. Il est ensuite nécessaire de plonger les structures dans de l'eau désionisée à température ambiante pour stopper la réaction.

Une double gravure est ensuite réalisée afin de graver la gaine inférieure de SiO₂ et la gaufre de silicium.

- La première gravure, permettant de retirer une épaisseur 2,5 μm de SiO₂, est réalisée par AOE pendant 450 secondes avec les paramètres identiques à ceux utilisés pour la gravure de la face arrière de la gaufre décrit au début de ce processus de réalisation

technologique des résonateurs en SiN, à savoir : débit Cf_4 : 20 sccm ; puissance de la bobine de 594 W et puissance d'électrode de 302 W pendant 450 secondes.

- La seconde gravure est réalisée à la suite pour graver une épaisseur 350 μm de silicium. La technique de gravure DRIE est utilisée pour graver rapidement des structures profondes. Le procédé Bosch est utilisé pour les gravures profondes de silicium [124]. La répétition des cycles de gravure-passivation donne lieu à des tranchées à parois très verticales mais qui apparaissent "dentelées" du fait des courtes gravures isotropes successives. Ces ondulations, comme indiqué en Figure 69, apparaissent uniquement sur la couche de silicium gravée et sont de l'ordre d'une centaine de nanomètres. Dans notre cas, ces ondulations ne sont pas problématiques puisque les facettes de la couche de cœur et de confinement ne sont pas impactées.

Un autre aspect à prendre en considération dans le procédé DRIE est l'effet dit « *grass ou gazon* » (Figure 69). Si le film de polymère n'est pas complètement retiré lors des phases de gravure, il se forme des microfils qui s'accumulent tout au long du procédé.

Ce phénomène se produit lorsque les périodes de gravure sont trop courtes par rapport aux phases de dépôt et pour les gravures profondes ($> 100 \mu\text{m}$). Il n'a que peu d'influence sur les pertes de couplage puisqu'elles se situent sous les guides d'onde, à des centaines de micromètres dans le silicium.

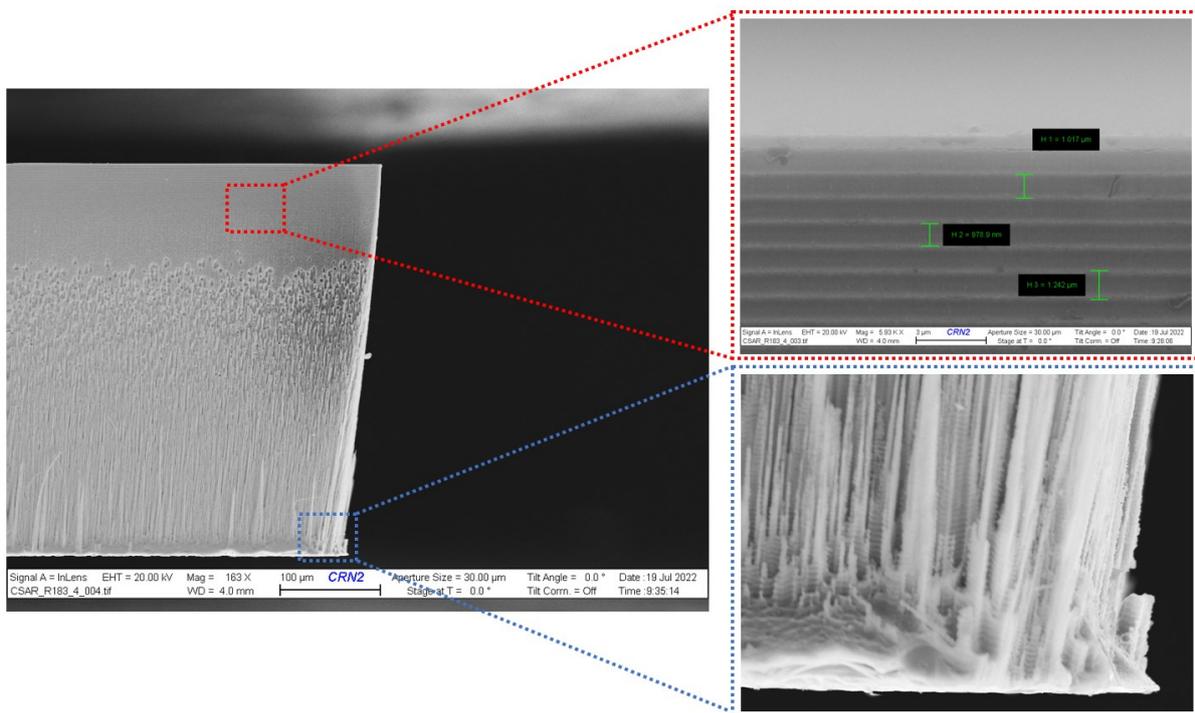


Figure 69 - Vues MEB (vues en coupe) du flanc d'une structure après gravure DRIE. En haut en rouge : Dentelures inhérentes au procédé Bosch. En bas en bleu : effet « *grass* ».

Il faut mentionner que cette étape dure plus de 2h30 pour graver une épaisseur de 350 μm de silicium (330 cycles de gravure-passivation). Une fois cette étape achevée, un traitement au plasma O_2 d'une minute à 150W est réalisé pour retirer de possibles résidus de résine.

Pour plus de précaution, un nettoyage dans des bains d'acétone et IPA est également effectué. Malgré cette précaution, il arrive qu'une épaisseur de résine résiste aux étapes de gravure comme le montre la Figure 70. Dans ce cas, une solution de type « piranha » est nécessaire pour supprimer complètement les résidus de résine.

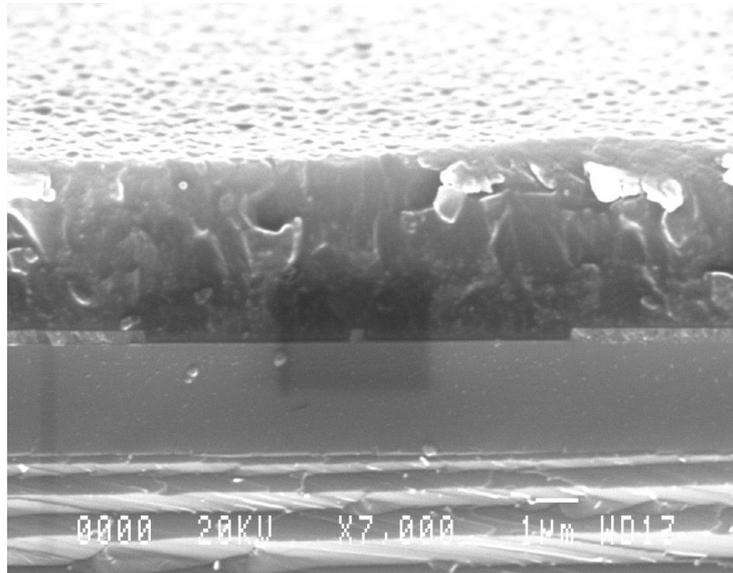


Figure 70 - Vue MEB (vue de face) de la coupe transverse d'un guide d'onde où la résine de protection est encore présente (~ 5 μ m d'épaisseur).

Nous venons de présenter le protocole de fabrication des guides d'onde à base de SiN et pour différentes largeurs (250 nm, 350 nm, 400 nm, 500 nm et 800 nm). Nous avons également décrit les difficultés rencontrées durant l'optimisation du processus de fabrication.

Nous allons maintenant présenter le processus de fabrication des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON ».

3.4 Réalisation technologique des guides en technologie « full SiON »

3.4.1 Etapes de fabrication des guides en SiON

La Figure 71 présente le synoptique général des étapes de fabrication des guides d'onde enterrés à base de SiON. Le rôle de chacune de ces étapes va être explicité dans le paragraphe suivant.

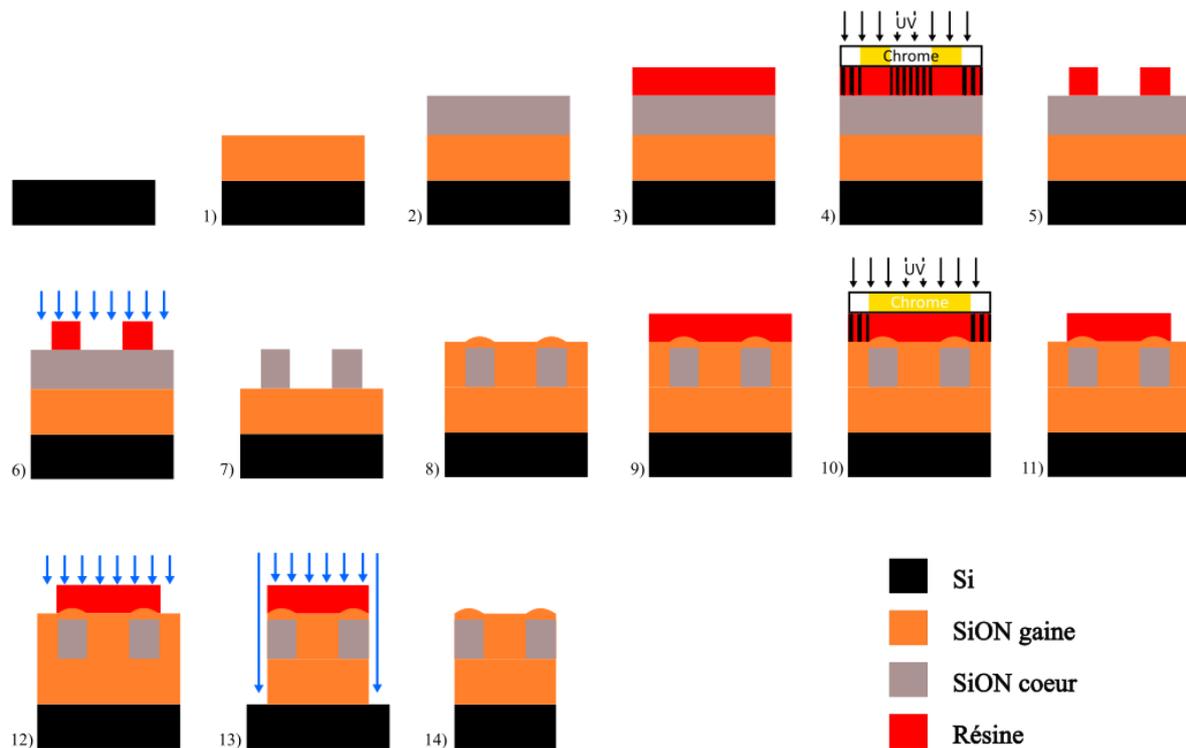


Figure 71 - Principales étapes de fabrication de guides en technologie full-SiON : 1) Dépôt de la couche de confinement en SiON. 2) Dépôt de la couche de coeur en SiON. 3) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 4) Insolation UV à travers un masque pour former les guides d'onde. 5) Développement de la résine. 6) Gravure sèche ICP du SiON. 7) Retrait de la résine. 8) Dépôt de la couche de superstrat en SiON. 9) Dépôt de la résine photosensible par spin-coating. 10) Insolation UV à travers le masque pour la gravure des facettes. 11) Développement de la résine. 12) Gravure sèche ICP des couches de SiON. 13) Gravure DRIE du silicium. 14) Retrait de la résine.

3.4.2 Paramètres optimums de dépôt utilisés pour la fabrication des couches des couches de SiON

Comme présenté dans le chapitre 2, la technologie du type de guide, que nous souhaitons fabriquer ici, repose sur une architecture à contraste d'indice de réfraction entre les couches de cœur et de gaine. Les différentes couches déposées seront réalisées à partir du même matériau : l'oxynitride de silicium (SiON).

Le dépôt du SiON a déjà été étudié et notamment dans les articles de *P-J Zermatten et al.* [107], et *A. Gorin et al.* [109]. Ces matériaux sont utilisés pour l'étude des caractéristiques optiques des guides d'onde dans le visible (indice de réfraction, pertes par propagation) et présentent de faibles pertes ($< 1\text{dB/cm}$) ; performances que nous objectivons.

Selon *H. Albers et al.*, pour des indices de réfraction supérieurs à 1,75, il est recommandé d'opter pour la méthode de dépôt LPCVD lorsqu'il s'agit du matériau SiON. En revanche, si l'indice de réfraction est inférieur à 1,75, il est préférable d'utiliser la méthode de dépôt PECVD [102]. De cette manière, une meilleure uniformité du dépôt est obtenue et le matériau présente des plus faibles pertes par diffusion, à savoir moins de $0,2\text{ dB/cm}$ dans le domaine du visible avec un dépôt PECVD de SiON dont l'indice de réfraction est égal à 1,6.

Nous utiliserons donc le dépôt PECVD pour réaliser une structure à contraste d'indice ($\Delta n = 0,1$), basée sur une couche de cœur ($n_{\text{cœur}}=1,6$) et de gaine ($n_{\text{sup}} = n_{\text{cf}} = 1,5$).

Les substrats utilisés sont des gaufres de silicium d'épaisseur $500\ \mu\text{m}$, sur lequel trois dépôts PECVD sont réalisés. L'étape préliminaire de ce processus est de nettoyer le substrat en le plongeant successivement dans un bain d'acétone puis d'IPA. Pour être certain de supprimer les possibles résidus restants, un traitement par plasma oxygène à une puissance de $150\ \text{W}$ est effectué.

Deux étapes successives sont réalisées pour le dépôt des couches de confinement et de cœur :

- La première étape adresse le dépôt de la couche de confinement. L'objectif est ici de déposer une couche de $2\ \mu\text{m}$ de SiON ayant un indice de réfraction de 1,5.
- La deuxième étape consiste en un dépôt de la couche de cœur d'une épaisseur de $200\ \text{nm}$ avec un indice de 1,6. Il doit être mentionné que pour obtenir un indice de réfraction différent à partir du même matériau, les principaux paramètres à contrôler sont les débits des gaz mis en jeu et les températures de la platine & de l'électrode. De fait, le Tableau 7 présente les paramètres optimisés des dépôts PECVD des deux couches.

Tableau 7 - Paramètres optimums de dépôt à utiliser pour la fabrication des couches de SiON déposées par PECVD. La fréquence de la source RF est de $13,56\ \text{MHz}$.

	Gaine	Cœur
Indice de réfraction	1,5	1,6
NH ₃ (sccm)	10	315
SiH ₄ (sccm)	35	60
N ₂ O (sccm)	1515	700
N ₂ (sccm)	-	30
p (mTorr)	900	900
P (W)	60	30
T _{platine} (°C)	300	300
T _{électrode} (°C)	250	250

Les propriétés de guidage de la lumière dans les guides sont très dépendantes de l'épaisseur des matériaux utilisés et de leur indice de réfraction respectif. A ce titre, une étude a été réalisée par ellipsométrie pour caractériser ces derniers (Tableau 8).

Ces mesures ont été effectuées sur toute la plage du visible (450 nm – 750 nm) mais nous nous sommes particulièrement focalisés sur les longueurs d'onde d'émission des sources laser disponibles à l'IMS pour les caractérisations réalisées et explicitées dans le cadre du chapitre 4, à savoir : 532 nm et 633 nm.

Tableau 8 - Valeurs mesurées par ellipsométrie spectroscopique moyennées sur deux gaufres différentes (P378 et P490) dans le domaine du visible.

	Épaisseur _{moyenne}	$\lambda = 532 \text{ nm}$		$\lambda = 633 \text{ nm}$	
		n_{moyen}	Δn_{moyen}	n_{moyen}	Δn_{moyen}
P378 _{cœur}	204,88 nm	1,63	0,12	1,63	0,12
P378 _{gaine}	2134,24 nm	1,51		1,51	
P490 _{cœur}	199,35 nm	1,64	0,13	1,63	0,12
P490 _{gaine}	2156,7 nm	1,51		1,51	

Nous observons une très faible fluctuation sur les indices de réfraction des couches de cœur et de gaine ($\Delta n = 0,12$) entre 532 nm et 633nm. Toutefois, les épaisseurs moyennes mesurées pour la gaine sont supérieures à l'épaisseur fixée par notre cahier des charges ($\pm 160 \text{ nm}$).

De nouvelles simulations montrent que les variations sur l'épaisseur de la couche de gaine ne posent pas de problème sur la propagation de l'onde. Concernant, les épaisseurs de la couche de cœur, elles sont plus stables avec des variations maximales de $\pm 5 \text{ nm}$ par rapport au cahier des charges.

D'après les simulations présentées dans le chapitre 2 (Cf. section - Modélisation de guide enterrés en technologie « full SiON »), il est possible que ces variations des indices de réfraction optique et de la hauteur de la couche de cœur impacte la propagation de la lumière notamment aux longueurs d'onde les plus basses (532 nm). A cette longueur d'onde, nous sommes très proches de l'apparition d'un mode guidé additionnel TE₀₁ et le chapitre 4 sera l'occasion de caractériser la présence de ce mode.

3.4.3 Réalisation de la couche de cœur et des guides

L'étape d'écriture des guides d'onde dans la couche de cœur a été effectuée par lithographie UV et, pour ce faire, un dépôt de résine photosensible a été nécessaire. Afin d'avoir une meilleure adhérence entre la résine et la couche de cœur, le nettoyage aux solvants sur un banc humide (bain d'acétone, IPA et eau chacun pendant 5 min) suivi d'un plasma O₂ sous faible puissance (150 W) sont nécessaires.

Nous avons remarqué que ces étapes ne sont pas suffisantes pour obtenir une bonne adhésion de la résine. Ces problèmes peuvent être éliminés par l'emploi d'un promoteur d'adhérence :

l'hexamethyldisilazane (HMDS). Son dépôt doit être mis en œuvre dans un four d'apprêt programmable. Son fonctionnement consiste en une diminution cyclique de la pression de l'atmosphère dans le four jusqu'à quelques mtorr. Le composé HMDS en phase gazeuse est ensuite injecté dans la chambre pendant 4 minutes puis s'en suit une augmentation de la pression dans la chambre jusqu'à un retour à la pression atmosphérique.

La résine positive ensuite déposée par la technique de *spin-coating* avec une épaisseur de 1,4 μm (AZ MIR 701 déposé à 5000 rpm pendant 60 secondes). Si la résine est déposée uniformément sur la gaufre, un recuit à 100°C pendant 90 secondes sur plaque chauffante est réalisé. En cas de non uniformité du dépôt de la résine, les échantillons sont plongés à chaud (70 - 80 °C) dans une solution spécifique (Az 300 MiF) pour dissoudre la résine photosensible et recommencer la procédure.

Un masque de photolithographie en chrome-quartz est utilisé pour transférer les motifs dans la résine. Les motifs en chrome sont opaques aux rayons UV tandis que les zones en quartz sont transparentes. L'aligneuse par contact utilisée est une OAI 806. Lors de l'exposition aux rayonnements UV de la résine, l'image du masque est transcrite dans la résine (dose de 10 mW/cm² pendant 9 secondes).

La gaufre de silicium est ensuite placée dans un solvant adéquat pour développer la résine. A la différence des précédents processus de fabrication, nous développons ici des structures de grande taille (10 cm de diamètre). Nous observons que lors de la réaction entre le développeur et la résine, la réaction de développement sature et de la résine reste en surface de la gaufre (Figure 72).

Afin d'éviter ce type de défauts, nous réaliserons deux bains de développement dans une solution AZ 300 MiF de 60 secondes séparées par un bain d'eau désionisée à température ambiante de 30 secondes. Ce dernier permet de stopper le processus de développement et termine ainsi la partie de lithographie.

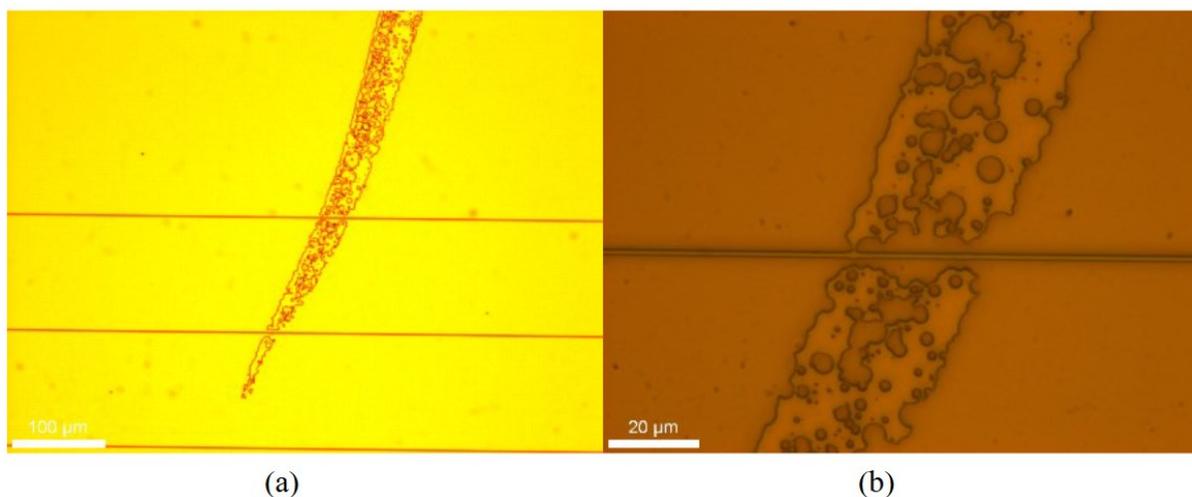


Figure 72 - Vues optiques (vues de dessus) de la résine à un grossissement de 20x (a) et de 50x (b) montrant une zone résiduelle de produits de la réaction de développement après l'étape de développement utilisant un seul bain de développement. Les lignes horizontales représentent des guides d'onde de largeur 1 μm .

A ce stade, les motifs sont imprimés dans la résine placée sur la couche de cœur. L'étape suivante sert à transférer les motifs vers la couche de cœur. De nouveau, une gravure par voie sèche avec l'AOE avec les conditions suivantes : débit He/Cf₄/H₂ : 140/10/25 sccm ; puissance de la bobine de 991 W et puissance d'électrode de 302 W pendant 100 secondes pour graver 200 nm de SiON.

Afin de supprimer les éventuels résidus de résine, le processus est similaire à celui mis en œuvre pour la fabrication des guides en SiN : plonger successivement la gaufre dans des solutions d'acétone, IPA et d'eau désionisée à température ambiante, et à plusieurs reprises si nécessaire.

Un plasma O₂ à 150 W pendant 5 min maximum est recommandé afin de garantir un total retrait de la résine. Une observation MEB est alors effectuée pour vérifier la géométrie des guides.

Les premiers tests ont été effectués avec la résine AZ 1505, montrant régulièrement des défauts de géométrie en surface des guides, ainsi que sur la verticalité des flancs des guides comme le montre la Figure 73.

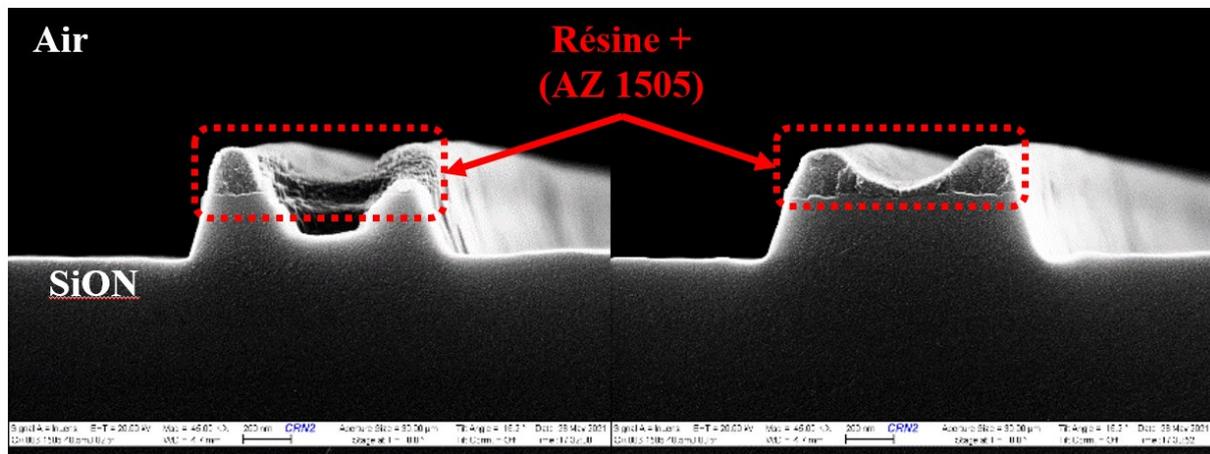


Figure 73 - Vue MEB (vue de face) de la couche de cœur de deux guides d'onde après l'étape de gravure par AOE avec la résine AZ 1505 et des défauts observés en surface des guides obtenus [6].

Pour pallier ce problème, de nouveaux tests ont été réalisés avec une autre résine positive : la AZ MIR 701 et les résultats observés sont bien meilleurs en termes de verticalité et de rugosité des flancs comme l'indique la Figure 74.

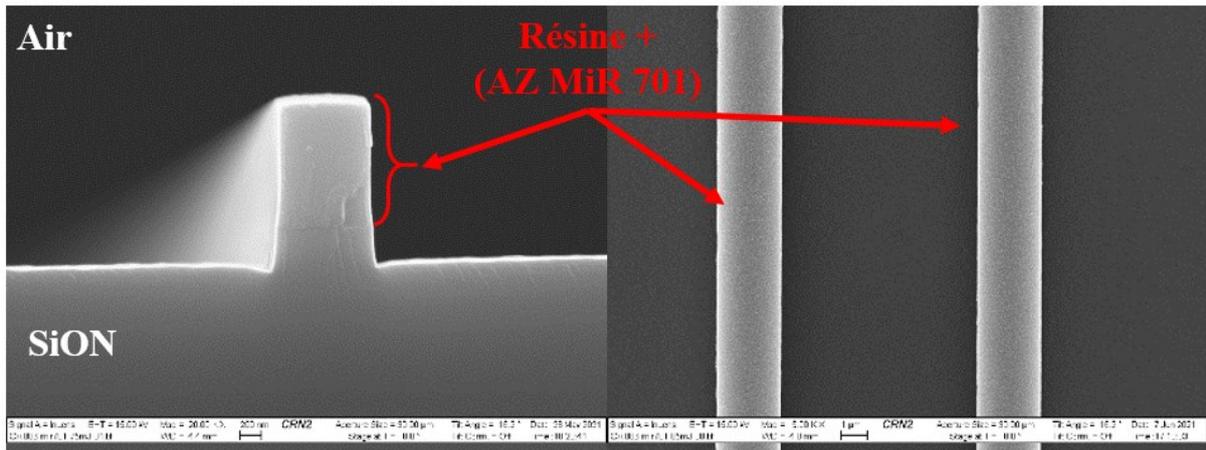


Figure 74 - Vues MEB de la couche de cœur d'un guide d'onde après l'étape de gravure par AOE avec la résine AZ MiR 701. A gauche, une vue en coupe et à droite, une vue de dessus des guides obtenus [6].

Précédant l'étape finale de gravure des facettes, une nouvelle couche de 2 µm de SiON (avec un indice de réfraction de 1,5) est déposée sur les guides. Les paramètres de ce dépôt sont identiques à ceux utilisés pour la couche de confinement et présentés précédemment (Figure 75).

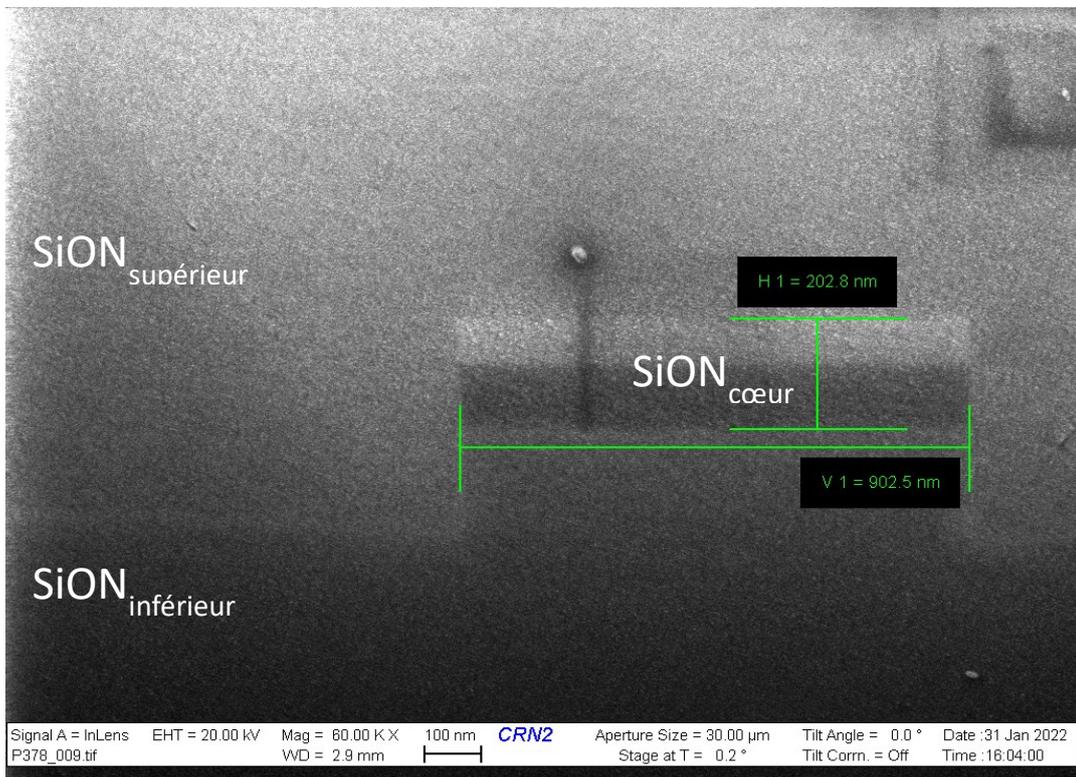


Figure 75 - Vue MEB de la coupe transversale d'un guide enterré en SiON. La délimitation du cœur du guide est marquée par les traits verts avec ces dimensions. La différence de niveau de gris est liée aux conditions d'observation MEB [6].

La clive n'ayant pas donné de résultats satisfaisants, un protocole de gravure sèche, identique à celui appliqué pour les structures en SiN, a été utilisé.

Nous commençons par le dépôt d'une résine de protection (AzP 4903) par *spin-coating* pour obtenir une épaisseur supérieure de 12 μm (rotation 3000 rpm pendant 60 secondes et recuit à 110°C pendant 120 secondes). Cette résine est ensuite exposée à une source UV, à une dose de 10 mW/cm² pendant 30 secondes. Elle est développée dans une solution d'Az400K pendant 4 minutes puis plonger dans l'eau désionisée à température ambiante pour stopper la réaction (Figure 76).

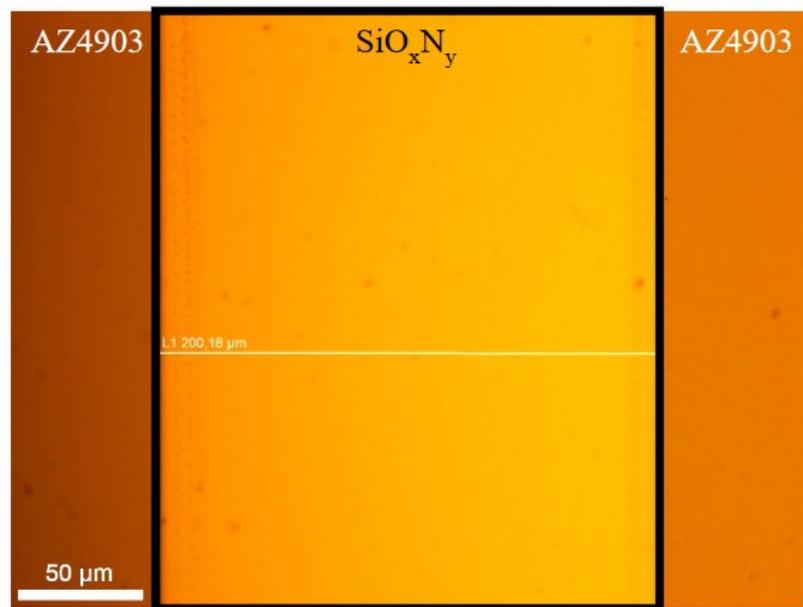


Figure 76 - Vue optique (vue de dessus) d'une tranchée de largeur 200 μm après l'étape de développement de la résine AZ 4903 [6].

Une double gravure est ensuite réalisée :

- La première gravure est effectuée par la technique AOE pendant 10 minutes avec les paramètres identiques à ceux explicités précédemment : débit He/Cf₄/H₂ : 140/10/25 sccm ; puissance de la bobine de 990 W et puissance d'électrode de 300 W pendant 240 secondes pour graver 4 μm des couches de gaine.
- La seconde gravure est réalisée par la technique ASE pour graver 500 μm de silicium en utilisant le procédé Bosch; procédé déjà présenté dans la partie de réalisation technologique des résonateurs en SiN. De nouveau et liées à la répétition de cycles gravure-passivation mais sans influence sur les performances des guides placés au-dessus, des ondulations apparaissent (Figure 77).

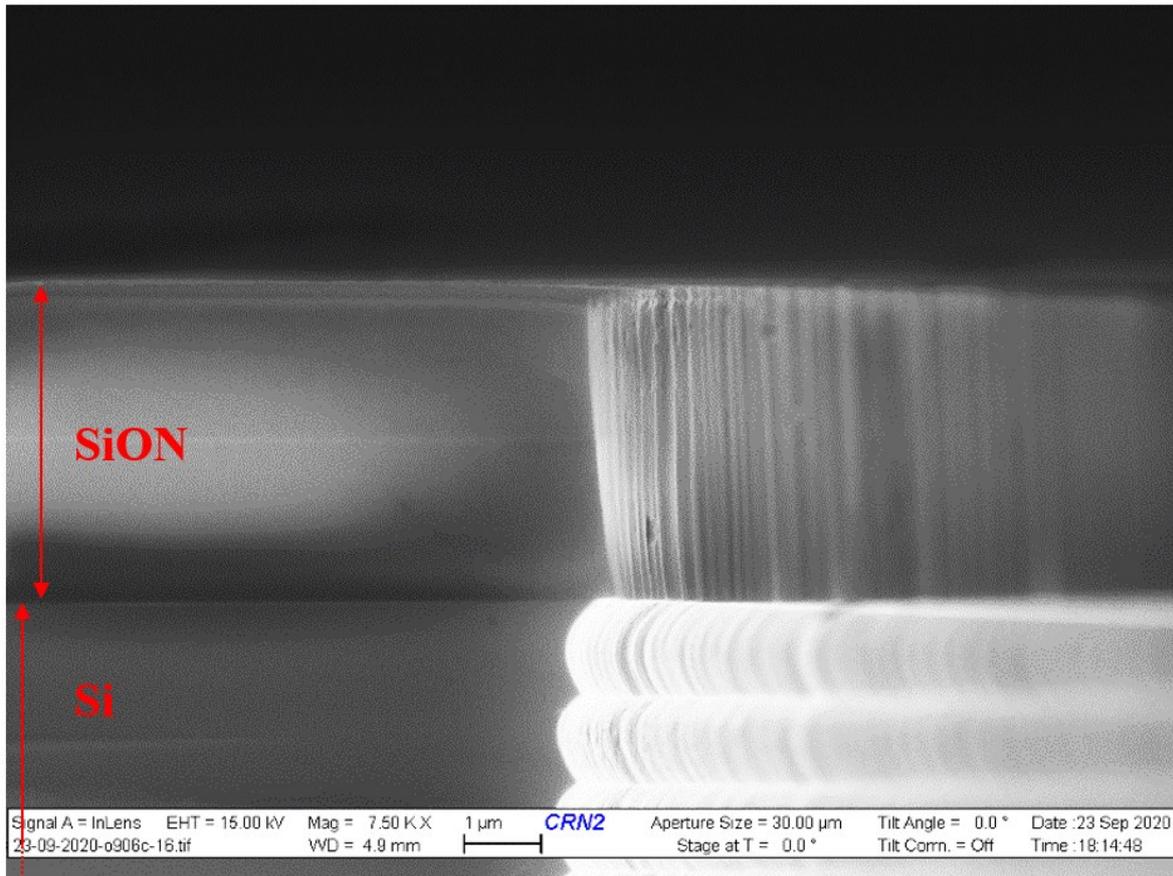


Figure 77 – Vue MEB (vue en coupe) du profil de gravure par le procédé Bosch sur un échantillon d’essai.

La couche de gaine supérieure offrant une nouvelle couche de protection des guides, la probabilité d’endommagement reste très faible. Au terme de ce processus, les structures obtenues sont séparément plongées dans des bains d’acétone, IPA, et eau désionisée. Un traitement par plasma O₂ d’une minute à 150 W est effectué pour retirer les éventuels résidus de résine.

Conclusion

Le chapitre 3 s'est attaché à détailler l'ensemble des étapes technologiques de fabrication des structures guidantes retenues, opérant dans le visible, et modélisées au chapitre 2.

Rappelons que ces structures visent des applications de détection par perturbation du champ évanescent se propageant au-dessus de la zone de détection (anneau résonant) mais également, de guidage monomode sur la plus large bande spectrale possible (> 100 nm).

Tout d'abord, les techniques usuelles employées en micro et nano-fabrication ont été rappelés : dépôt d'un matériau, croissance de matériau, lithographie et gravure sèche. Prenant appui sur ces techniques, des procédés spécifiques de fabrication ont été développés et utilisés pour la fabrication des structures guidantes à base de polymères et de composés inorganiques nitrurés (SiN et SiON).

Les structures à base d'un cœur en PMMA ont été réalisées sur une couche de confinement en silice poreuse. En utilisant de la silice poreuse, nous sommes en mesure de créer un guide d'onde de type "*reverse-symmetry*", ce qui se traduit par une plus grande pénétration du champ évanescent dans le superstrat, et donc d'améliorer la sensibilité de détection de notre dispositif de détection moyennant une utilisation du principe de colorimétrie après une pré-étape de complexation chimique. Pour obtenir cette couche de gaine inférieure, nous avons réalisé des étapes de porosification du substrat de silicium (dont les conditions optimales ont été déterminées) et qui, par la suite, est oxydé pour obtenir de la silice poreuse.

La couche de PMMA est obtenue par dilution (dont les effets ont été évalués) et déposée par *spin-coating*. Pour obtenir une couche protectrice sur la couche de confinement, le temps de gravure du matériau, au moyen d'une gravure sèche de type ICP, a été étudié. Les différentes structures ont ensuite été clivées. Nous avons réussi à obtenir des guides de 250 nm, 300 nm et 500 nm de haut pour 1 μ m de large conformément aux recommandations issues des modélisations décrites dans le chapitre 2. La réalisation d'anneaux associés aux guides a également été entreprise.

Des structures optiques (guides « ruban » et anneaux) à base de SiN sur SiO₂ thermique ont été fabriquées à partir d'un dépôt HF-PECVD. Afin d'obtenir les largeurs de guide requises et en accord avec les recommandations issues de nos modélisations, la lithographie par faisceau d'électrons a été privilégiée. Le transfert des motifs vers la couche de cœur et la gravure des facettes des guides d'onde est effectué par gravure sèche ICP.

Au final, ces procédés de fabrication optimisés ont permis de réaliser des structures optiques à base de résonateurs associés à des guides d'onde de 300 nm de haut pour différentes largeurs : 250 nm, 350 nm, 400 nm, 500 nm et 800 nm.

Enfin, nous avons présenté le protocole de fabrication de guides enterrés à base de composés SiON avec une différence contrôlée de l'indice de réfraction optique des différentes couches. Les dimensions de ces guides sont les suivantes : 1 μ m de large et 200 nm d'épaisseur et les couches de gaine (superstrat et confinement) ont une épaisseur de 2 μ m chacune.

La fabrication des guides enterrés en technologie « full SiON » a donc été réussie.

Toutefois, il doit être mentionné que des variations sur les indices de réfraction ont été observées. La différence d'indice de réfraction optique entre les couches de gaine et de cœur

étant égale à 0,12 (au lieu de 0,1), il conviendra de valider cet aspect par les caractérisations mises en place dans le prochain chapitre pour s'assurer que les performances de ces guides ne sont pas affectées.

Le prochain chapitre vise donc à expliciter les bancs de caractérisation utilisés et les résultats associés, qui permettront de quantifier *in fine* les performances des structures mises en œuvre tout en les situant dans l'état de l'art actuel.

Chapitre 4 : Caractérisation des dispositifs optiques réalisés

Dans les chapitres précédents, nous avons présenté la modélisation des dispositifs optiques retenus ainsi que les procédés mis en place pour leur fabrication. Nous avons développé des résonateurs à base de polymères sur silice poreuse, des résonateurs en SiN sur SiO₂, ainsi que des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON » avec un contraste d'indice de réfraction adapté.

Les résonateurs mis en œuvre ont pour objectif de réaliser une étude de faisabilité de détection, dans un premier temps, par décalage du spectre de transmission au moyen d'une solution d'eau contenant du glucose sous différentes concentrations, puis par spectroscopie d'absorption avec une molécule donnée (la sulfo-cyanine 7), couplée à un ligand spécifique et formant un complexe chimique présentant une absorption maximale à 760 nm.

Les difficultés technologiques rencontrées n'ont pas permis d'effectuer des mesures de détection de la sulfo-cyanine 7 par spectroscopie d'absorption au cours de cette étude. Notre priorité s'est donc concentrée sur la détection du glucose au moyen de la mesure du décalage du spectre de transmission et la comparaison des performances extraites avec l'état de l'art.

L'étape finale de cette étude concerne la caractérisation des performances des dispositifs fabriqués avec le banc optique spécifiquement mis en place sur la plateforme OPERAS de l'IMS. Ce chapitre détaille donc le principe de fonctionnement du banc expérimental de caractérisation. Tout d'abord, les sources Laser mises en œuvre et leurs caractéristiques sont détaillées, puis la méthodologie expérimentale employée pour extraire d'une part, les coefficients de transmission des guides d'onde en fonction de chaque état de polarisation sélectionnée pour la caractérisation et d'autre part, les performances en détection des microrésonateurs.

Nous ferons ensuite un bref rappel de l'architecture technologique des structures étudiées et nous procéderons à une validation expérimentale de la propagation de la lumière au sein de ces dernières. Pour terminer, nous analyserons leurs propriétés optiques afin de quantifier leurs grandeurs caractéristiques et les comparer à l'état de l'art, à savoir :

- Les grandeurs usuelles des microrésonateurs (ISL, facteur de qualité, facteur d'atténuation, contraste) puis l'extraction de leur sensibilité en détection par l'analyse des variations du spectre de transmission en fonction de molécules cibles en milieu liquide.
- Les coefficients de transmission à différentes longueurs d'onde des guides enterrés réalisés afin d'extraire les pertes par insertion et de propagation (liées à l'absorption par le matériau et la rugosité).

4.1 Description du banc de caractérisation optique et méthodologies mises en place

4.1.1 Présentation générale du banc de caractérisation optique

Afin de mesurer les performances optiques des dispositifs fabriqués, un banc de mesure dédié a été développé et présenté en Figure 78. Il est composé de plusieurs éléments optiques :

- La source (diode laser) ;
- Un sélecteur de polarisation (collimateurs, polariseur et lame demi-onde) ;
- Un système de couplage (fibre microlentillée) ;
- La structure optique intégrée ;
- Un système de collection (photodiode).

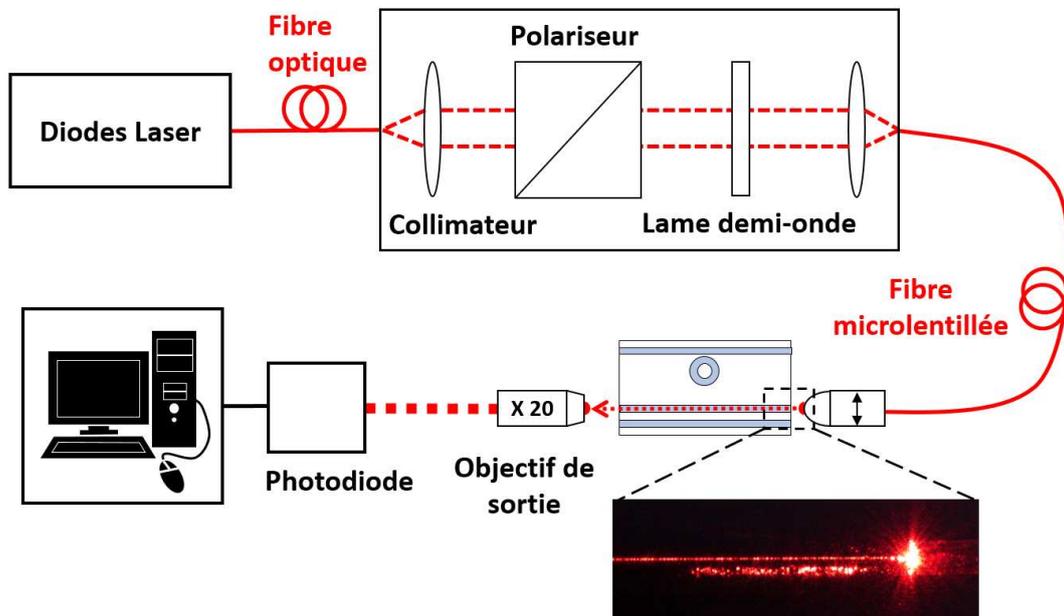


Figure 78 - Schéma fonctionnel du système de caractérisation de structures optiques guidées dans le domaine du visible.

Ce banc optique a été initié lors des précédentes thèses que nous avons évoquées dans l'introduction générale. Les premières mesures ont été réalisées à 532 nm lors de la thèse de Farida MEZIANE en 2015 puis à 633 et 760nm lors de la thèse de Régis ROBLES en 2020.

Pour notre étude, de nouvelles sources laser ont été ajoutées à 808 nm, 976 nm et 1064 nm permettant de couvrir le spectre du visible jusqu'au très proche IR et ce, dans un objectif de complète caractérisation et de capacité de détection de différents analytes.

L'ensemble de ces sources laser sont présentées dans la prochaine section. Toutes ces diodes sont reliées à un système de polarisation au moyen d'une fibre optique monomode sans maintien de polarisation.

Le sélecteur de polarisation utilisé est composé d'un collimateur, d'un polariseur, d'une lame demi-onde et d'une lentille de sortie. Le collimateur d'entrée est un système optique convergent, composé de plusieurs lentilles dont le foyer objet est positionné sur la sortie de la fibre couplée à la source Laser. Il permet d'obtenir un faisceau de lumière parallèle en espace libre à partir d'une fibre.

Un prisme de type Glan-Taylor est utilisé pour polariser linéairement le faisceau issu de la source laser. Lorsqu'il s'agit d'une source laser polarisée, une attention particulière est accordée à l'alignement de l'axe de polarisation principal à l'entrée du polariseur, afin de réduire au minimum les pertes de puissance. Cela est réalisé en ajustant la rotation du collimateur.

L'orientation de la polarisation linéaire de cette onde est alors sélectionnée au moyen d'une lame demi-onde, montée sur un sous-système de rotation. *In fine*, un second dispositif optique symétrique au collimateur d'entrée permet de réinjecter le faisceau collimaté en espace libre dans le cœur d'une fibre monomode ayant une terminaison microlentillée pour un couplage de type « butt-coupling » dans le cœur des guides d'onde à caractériser. La microlentille, placée en bout de fibre a été spécifiquement adaptée afin de maximiser l'efficacité de couplage entre le mode de la fibre et celui du guide d'onde.

La fibre microlentillée, servant à injecter la lumière dans les guides, a été soigneusement fixée à la table optique en évitant au maximum les contraintes mécaniques dans l'objectif d'assurer une polarisation linéaire jusqu'à l'entrée du dispositif à caractériser (guide ou résonateur).

L'utilisation d'une fibre à maintien de polarisation a été envisagée mais n'a pas été retenue. En effet, modifier l'état de polarisation dans un guide à partir d'une fibre à maintien de polarisation, nécessite une rotation de celle-ci autour de l'axe optique, la précession occasionnée par les tolérances mécaniques entraîne une perte des conditions d'injection dans le guide, requérant un réalignement entre chaque rotation de polarisation. Par ailleurs, la majorité des sources laser à notre disposition dispose d'une fibre monomode sans maintien de polarisation et couplée à la sortie de la source. Une adaptation optique serait alors nécessaire.

Les fibres optiques microlentillées utilisées, possédant une gaine de 125 μm de diamètre, proviennent de la société IDIL. Elles sont fabriquées sur-mesure pour garantir une propagation monomodale à 633 nm et possède un diamètre de col à 2,3 μm à une distance de travail de 25 μm . La fibre reste monomode pour des longueurs d'onde supérieures à la longueur d'onde de coupure. Dans notre cas, la longueur d'onde de coupure est inférieure à 633 nm et l'analyse des résultats à 532 nm tient compte de cette limitation.

Le mode optique en sortie du guide d'onde est imagé sur la surface d'une photodiode par un objectif de microscope de grossissement x20. Dans notre cas, deux photodiodes, assurant une détection dans la gamme 400-1100 nm, seront utilisées :

- Une photodiode silicium Ophir calibrée pour des mesures de puissance absolue et qui permet de caractériser les performances des guides d'onde avec un suivi logiciel temps réel de la puissance mesurée,
- Une photodiode silicium Thorlabs, plus sensible grâce à son module préamplificateur et couplée à une carte d'acquisition pour une détection en régime dynamique.

Les principales caractéristiques techniques de ces composants sont synthétisées dans le tableau ci-dessous (Tableau 9).

Tableau 9 - Synthèse des caractéristiques techniques des composants retenus pour le contrôle de la polarisation.

Fabricant	Sous-système	Modèle	$\lambda_{\text{opération}}$ (nm)	$\Delta\lambda_{\text{opération}}$ (nm)	PER (dB)
Thorlabs	Collimateur	TC25APC-543	532 ; 633	531 – 557	-
		PAF2S-2B	760 ; 808	600 - 1050	-
	Polariseur	PBS251	532 ; 633	420 – 680	30
		FBR-LPNIR	760 ; 808	650 – 2000	30
	Lame $\lambda/2$	AHWP05M-600	532 ; 633	400 – 800	-
		AHWP05M-980	760 ; 808	690 – 1200	-
OLYMPUS	Objectif	PLN20X			-
OPHIR	Photodiode	PD300-TP	532 ; 633 ; 760 ; 808	350 – 1100	-
Thorlabs		PDA100A-EC	760	340 – 1100	-

4.1.2 Caractéristiques des sources optiques utilisées

Pour ce projet de thèse, deux types de mesure sont considérés :

- Mesure des spectres de transmission avec les guides d'onde enterrés à différentes longueurs d'onde fixes (532 nm ; 633 nm ; 760 nm ; 808 nm) afin d'extraire les performances de couplage et de guidage de ces structures ;
- Mesure d'une fenêtre (environ 1nm) du spectre de transmission autour de 760nm afin d'évaluer la capacité de détection des structures résonantes fabriquées.

Les sources optiques doivent être fibrées et répondre à des exigences concernant la stabilité à la fois en longueur d'onde et en puissance. Concernant la source optique utilisée pour la détection, il est également nécessaire que cette source soit accordable en longueur d'onde avec une vitesse de balayage élevée, autorisant une analyse en temps réel des réponses spectrales.

Les diodes électroluminescentes (LED)

Les LED utilisées présentent un spectre d'émission relativement large (~ 40 nm) dans le domaine du visible. Cependant, le diamètre de la surface émettrice des puces LED de haute puissance (par exemple, M530L3 1 mm de Thorlabs) est trop grand pour coupler la lumière visible dans une fibre monomode (taille du cœur ≤ 10 μm), ce qui se traduit par des efficacités de couplage relativement faibles.

Les Diodes Laser

Différentes technologies de diodes laser peuvent être utilisées pour notre projet. Les diodes laser de technologie DPSSL (de l'anglais « *Diode Pumped Solid State Laser* ») présentent une largeur spectrale fine (typiquement inférieure au nm), ce qui est intéressant pour notre étude. Il s'agit d'une structure laser monobloc ou « tout solide », associant plusieurs éléments solidaires entre eux que sont :

- Un cristal fluorescent agissant comme milieu amplificateur placé dans une cavité Fabry-Perot et pompé optiquement par une diode laser ;
- Un cristal non linéaire avec ou non des éléments de polarisation.

Dans le cas d'une diode laser émettant à 532 nm, il est par exemple possible d'utiliser le vanadate d'yttrium dopé au néodyme et formant le milieu amplificateur (Nd:YVO₄) [128]. Dans sa matrice hôte, le Néodyme émet à 1064 nm lorsqu'il est pompé à 808 nm. Le rayonnement laser est rendu possible par une cavité Fabry-Pérot. Ce rayonnement est alors doublé en fréquence dans un cristal KPT par génération de seconde harmonique, produisant ainsi en sortie un rayonnement laser à 532 nm.

Des éléments de polarisation peuvent être ajoutés afin de ne générer qu'un seul état de polarisation souhaité en sortie. Des traitements anti-reflet sur la facette de sortie filtrent la pompe à 808 nm et le primo-rayonnement à 1064 nm, tout en maximisant la transmission du faisceau à 532nm. Cette configuration compacte rend ces sources très robustes et stables vis-à-vis des contraintes thermiques ou de vibration mécanique. Le faisceau de sortie est de type Gaussien avec des diamètres de l'ordre du millimètre, des divergences de l'ordre du milliradian et une polarisation linéaire ayant un taux de réjection de 100 : 1.

Une autre variété de diodes laser émettant dans la plage du visible est constituée par les diodes laser à semi-conducteurs. Ces diodes peuvent être rendues monofréquences en introduisant dans la cavité du laser, des éléments supplémentaires sélectifs en longueur d'onde qui n'autorisent la propagation que d'un seul des modes longitudinaux. Cette opération est généralement réalisée à l'aide de réseaux de Bragg (« *Bragg Grating* »), intégrés de manière monolithique dans la structure du laser. Les réseaux de Bragg peuvent :

- Soit remplacer les miroirs du laser et sont placés sur une ou les deux facettes du laser : laser à réflecteur de Bragg distribué (DBR pour « *Distributed Bragg Reflectors Lasers* ») avec intégration longitudinale du réseau ;
- Soit être colocalisés de manière homogène avec la région active sur toute la longueur du laser : laser à rétroaction distribuée (DFB pour « *Distributed Feedback Lasers* ») avec intégration transversale du réseau. Pour éviter les interférences avec la réflexion de la facette de sortie, des revêtements antireflets sont normalement appliqués sur les facettes des lasers à rétroaction distribuée où les réseaux fournissent la rétroaction [129].

Ces différentes technologies de diode laser ont suscité un vif intérêt, notamment comme alternative aux lasers He-Ne traditionnels stabilisés à l'iode à $\lambda = 633$ nm [130]. Alors qu'un laser He-Ne comparable serait plus grand, plus cher et consommerait plus d'énergie, les diodes laser à fréquence stabilisée de 632,8 nm sont plus compactes, avec une stabilité de longueur d'onde de $\pm 0,002$ nm pour une puissance supérieure à 20 mW (modèle couplé à une fibre). En

outre, ces lasers utilisent des réseaux de Bragg pour verrouiller la longueur d'onde de 632,8 nm [131], [132].

Au final, dans le cadre de notre étude, nos choix se sont portés sur :

- Une diode laser à 532 nm utilisant la technologie DPSSL de la société OXXIUS (LBX-515).
- Les diodes laser monomode à 633 nm proviennent de la société THORLABS (LP 633) et celle à 808 nm de LUMICS (LU0808M250).
- La diode laser à 760 nm, fournie par TOPTICA (EYP 760), possède une technologie DFB qui permet un contrôle en puissance et en longueur d'onde d'émission.

Autres sources potentielles

Les technologies laser, précédemment décrites, possèdent des avantages incontestables et reconnus mais le fait d'être des sources fixes en longueur d'onde peut constituer une limitation notamment si un balayage laser est requis. L'accès simultané à plusieurs longueurs d'onde peut alors être obtenu par la génération de supercontinuum [133].

Dans ce type de source, un spectre à large bande est généré à l'intérieur d'une fibre optique en raison d'effets non linéaires. Dans ce cadre, la fibre utilisée est une fibre à cristaux photoniques monomode pompée par un laser infrarouge moyen. Le spectre émis est large bande dans le visible et l'infrarouge. Le faisceau de sortie peut être façonné à l'aide de collimateurs et de polariseurs de faisceau. Les principales limitations de ces sources sont, entre autres, la densité spectrale de puissance qui reste faible (de l'ordre du $\mu\text{W}/\text{nm}$), leur coût élevé et la nécessité d'un post-filtrage pour sélectionner la longueur d'onde d'intérêt.

4.1.3 Méthodologie d'extraction paramétrique du coefficient de transmission des dispositifs optiques réalisés

4.1.3.1 Méthodologie d'extraction du coefficient de transmission en fonction de la polarisation

Le banc optique venant d'être présenté, nous allons nous focaliser à présent sur la méthode d'extraction des coefficients de transmission à travers les différentes structures guidantes et en fonction de l'état de polarisation. Le schéma du système complet en Figure 79 représente les puissances optiques obtenues à différentes étapes du chemin optique en fonction des composantes de polarisation (TE et TM).

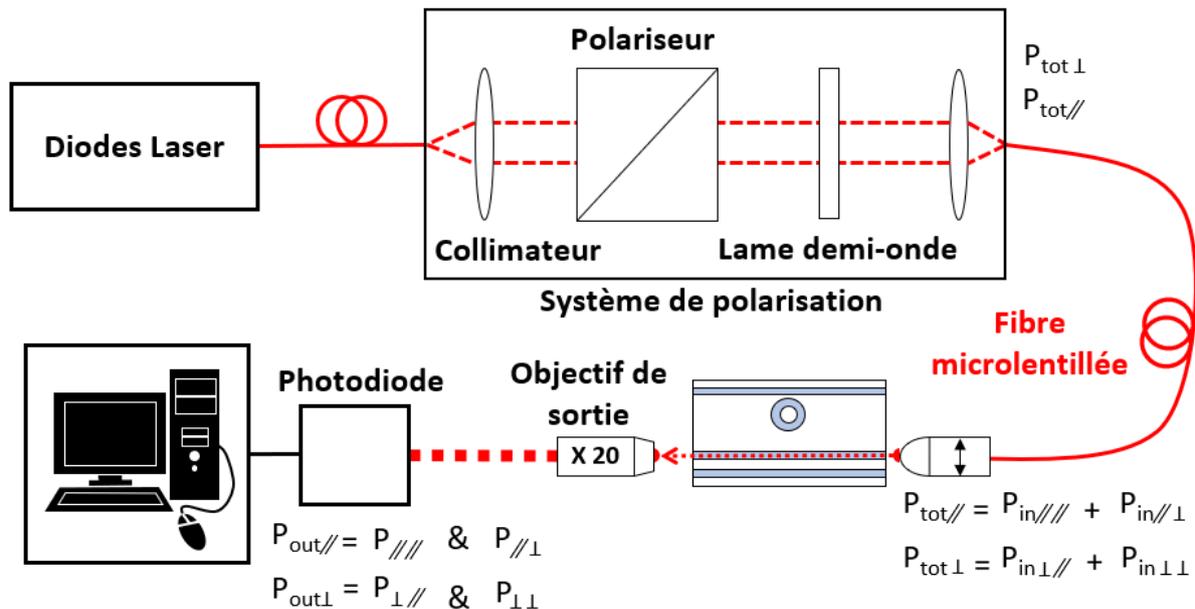


Figure 79 - Vue schématique du montage de caractérisation des dispositifs intégrés en configuration de calibration.

Tout le protocole, décrit ci-après est réalisé dans les deux cas d'injection possibles : P_{\perp} (TM) et $P_{//}$ (TE).

Le système de polarisation utilisé permet d'exciter un seul mode dans la fibre d'injection microlentillée et, à ce titre, nous avons donc la capacité de mesurer la puissance totale en polarisation perpendiculaire ($P_{tot \perp}$) ou parallèle ($P_{tot //}$).

Néanmoins et malgré tout le soin porté au bon positionnement de la fibre d'injection, le non-maintien de la polarisation dans cette dernière entraîne une légère ellipticité en sortie comme représenté en Figure 80.

Les mesures de puissance en sortie des structures de guidage ($P_{out \perp}$ ou $P_{out //}$) correspondent donc à la contribution de différentes composantes qu'il nous faut séparer pour obtenir des mesures de transmission quasi-exactes en fonction de la polarisation choisie.

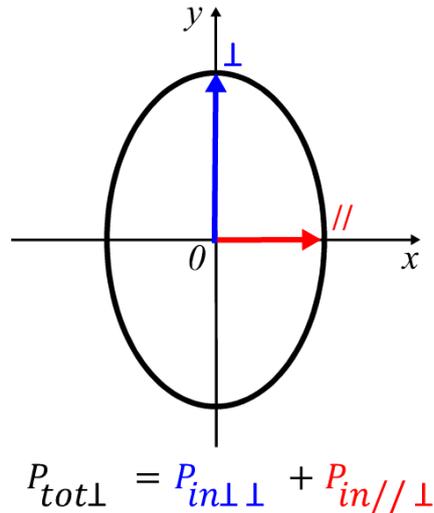


Figure 80 - Vue schématique d'une onde elliptique avec une composante principale perpendiculaire et résiduelle parallèle.

De façon générale, la puissance totale injectée est composée d'une puissance dans la polarisation sélectionnée par le polariseur ($P_{in\perp\perp}$ ou $P_{in\parallel\parallel}$) et d'une composante résiduelle de l'autre mode non privilégié ($P_{in\perp\parallel}$ ou $P_{in\parallel\perp}$). Les puissances totales injectées dans les structures peuvent donc s'écrire comme suit :

$$P_{\parallel} = P_{in\parallel\parallel} + P_{in\perp\parallel} \quad 15$$

$$P_{tot\perp} = P_{in\perp\perp} + P_{in\parallel\perp} \quad 16$$

Pour la mesure de la transmission, les différentes composantes injectées dans les structures doivent être mesurées au préalable. Pour ce faire, la structure intégrée est retirée, puis l'objectif de grossissement est positionné pour collimater le faisceau.

Un prisme de Glan-Taylor réglable en rotation est placé pour sélectionner la composante TE ou TM, puis une photodiode assure la détection. Les caractéristiques du prisme sont données dans le Tableau 10.

Tableau 10 - Synthèse des caractéristiques techniques du prisme de Glan-Taylor utilisé.

Fabricant	Composant	Modèle	$\lambda_{\text{opération}}$ (nm)	$\Delta\lambda_{\text{opération}}$ (nm)	PER (dB)
Thorlabs	Glan-Taylor	GL10-A	532 ; 633 ; 760 ; 808	350-700	50

Il est ainsi possible de différencier les contributions principales ($P_{\perp\perp}$ ou $P_{// //}$) et résiduelles ($P_{\perp //}$ ou $P_{// \perp}$) en faisant varier l'angle de la lame demi-onde. Toutefois, il faut conserver à l'esprit que cette mesure doit être effectuée pour chaque changement de source laser d'injection et/ou déplacement(s) de la fibre microlentillée.

La mesure des différents termes des équations 18 et 19 ci-dessous permet de déterminer le taux d'extinction en polarisation (PER pour « *Polarisation Extinction Ratio* »). Le PER est l'image du degré de confinement de la lumière dans un mode de polarisation linéaire principal. Il est défini comme le rapport entre la puissance dans le mode de polarisation principal et la puissance dans le mode de polarisation orthogonal :

$$PER_{//} = \frac{P_{// //}}{P_{// \perp}} = \frac{P_{in // //}}{P_{in \perp //}} \quad 18$$

$$PER_{\perp} = \frac{P_{\perp \perp}}{P_{// \perp}} = \frac{P_{in \perp \perp}}{P_{in // \perp}} \quad 19$$

A partir des relations précédentes, les puissances injectées dans les structures de guidage peuvent être extraites :

$$P_{in \perp //} = \frac{P_{tot //}}{1 + PER_{//}} \quad 20$$

$$P_{in // //} = PER_{//} P_{in \perp //} \quad 21$$

$$P_{in // \perp} = \frac{P_{tot \perp}}{1 + PER_{\perp}} \quad 22$$

$$P_{in \perp \perp} = PER_{\perp} P_{in // \perp} \quad 23$$

Les mesures de puissance en sortie des structures de guidage ($P_{out \perp}$ ou $P_{out //}$) représentent donc la contribution, pour un angle de polarisation de la lame demi-onde donnée, des deux coefficients de transmission (T_{\perp} ou $T_{//}$), pondérés par les puissances dans les deux modes en entrée :

$$P_{out //} = T_{//} * P_{in // //} + T_{\perp} * P_{\perp //} \quad 24$$

$$P_{out \perp} = T_{\perp} * P_{in \perp \perp} + T_{//} * P_{// \perp} \quad 25$$

La résolution de ce système permet d'extraire les transmissions dans les deux états de polarisation :

$$T_{\perp} = \left| \frac{P_{out \perp} * P_{in // //} - P_{out //} * P_{in // \perp}}{P_{in \perp \perp} * P_{in // //} - P_{in \perp //} * P_{in // \perp}} \right| \quad 26$$

$$T_{//} = \left| \frac{P_{out //} * P_{in \perp \perp} - P_{out \perp} * P_{in \perp //}}{P_{in \perp \perp} * P_{in // //} - P_{in \perp //} * P_{in // \perp}} \right| \quad 27$$

L'extraction des coefficients de transmission ne peut se faire que si les mesures dans les deux états de polarisation sont effectuées. Ces calculs permettent d'extraire les transmissions pour chaque état de polarisation, en prenant en compte les résiduels (TE, TM) présents à l'injection de la lumière dans les structures.

4.1.3.2 Méthodologie d'extraction du coefficient de transmission en fonction de la longueur d'onde

Cette méthodologie a nécessité l'utilisation d'une source laser capable d'être balayée en longueur d'onde et, à ce titre, la diode laser à 760 nm possède une technologie DFB qui permet à la fois un contrôle en puissance et en longueur d'onde d'émission.

Pour réaliser une mesure de détection par spectroscopie d'absorption, il est primordial d'estimer les variations en puissance et en longueur d'onde du laser en fonction du courant et de la température. A ce titre, les prochaines caractérisations serviront à extraire les performances électro-optiques du laser DFB et en particulier les variations en puissance et en longueur d'onde du laser en fonction du courant et de la température. La méthodologie, qui va être explicitée, est applicable à n'importe quelle source laser à condition qu'elle puisse être contrôlée en courant et en température.

La première étape consiste à extraire le courant de seuil (I_{th}) à partir duquel la diode émet un rayonnement de type laser. Au-delà de ce courant dit de « seuil Laser », la puissance optique émise par la diode est proportionnelle à la différence entre le courant injecté dans la diode et ce courant de seuil. Cette étude permet de connaître la gamme de pilotage en courant de la diode laser. La sortie de cette dernière est connectée à un puissance-mètre afin de quantifier la dépendance de la puissance absolue en fonction du courant, représentée par une caractéristique nommée $P(I)$ (Cf. Figure 81).

Pour obtenir la valeur du courant de seuil, nous avons utilisé la dérivée première de la caractéristique $P(I)$ obtenue et mesurer le courant pour lequel cette dérivée atteint 50 % de sa valeur maximale moyenne. Ici, une valeur d'environ 47 mA a été extraite dans le cas de la source laser à 760nm.

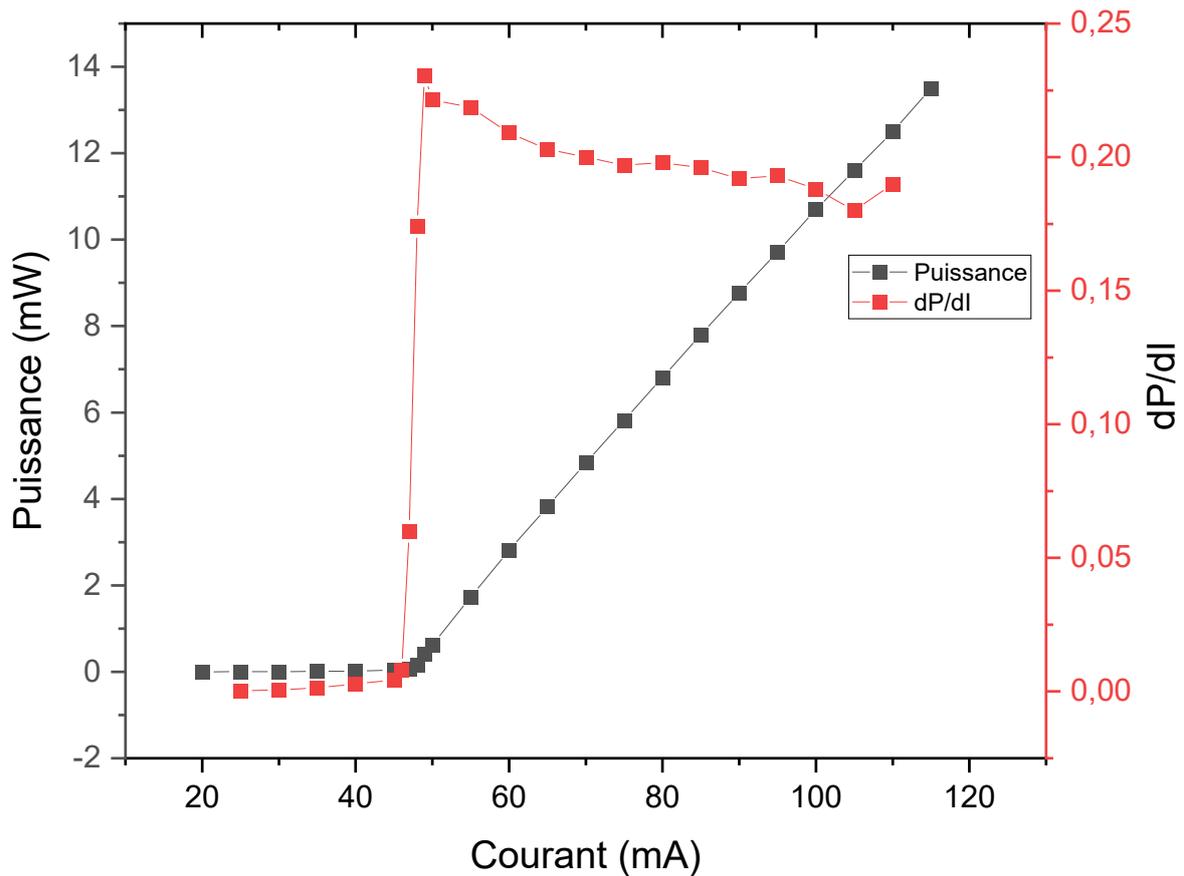


Figure 81 - Méthode de détermination du courant de seuil de la diode laser émettant à 760 nm à l'aide de la caractéristique $P(I)$ et de sa dérivée première dP/dI .

La Figure 82 présente les variations de longueur d'onde en fonction du courant et de la température de la source laser DFB à 760nm. Une variation de 16°C par 9 paliers de 2°C du laser DFB permet de balayer une plage spectrale de 1 nm soit [760,2 nm ; 761,2nm].

Pour chaque palier en température, une rampe de courant allant de 50 mA à 120 mA est appliquée. Ces caractéristiques permettent d'extraire les sensibilités en courant et en température du laser étudié au moyen d'une régression linéaire, soit pour cette source laser à 760 nm :

$$S_I = 1,4 \text{ pm/mA} \text{ et } S_T = 57,3 \text{ pm/}^\circ\text{C}$$

Nous observons que la sensibilité en courant est plus faible que la sensibilité en température. Nous pourrions donc réaliser un balayage significatif en longueur d'onde sur une faible plage de température ($\sim 10^\circ\text{C}$), tout en restant précis par une grande plage de courant (environ 100 mA).

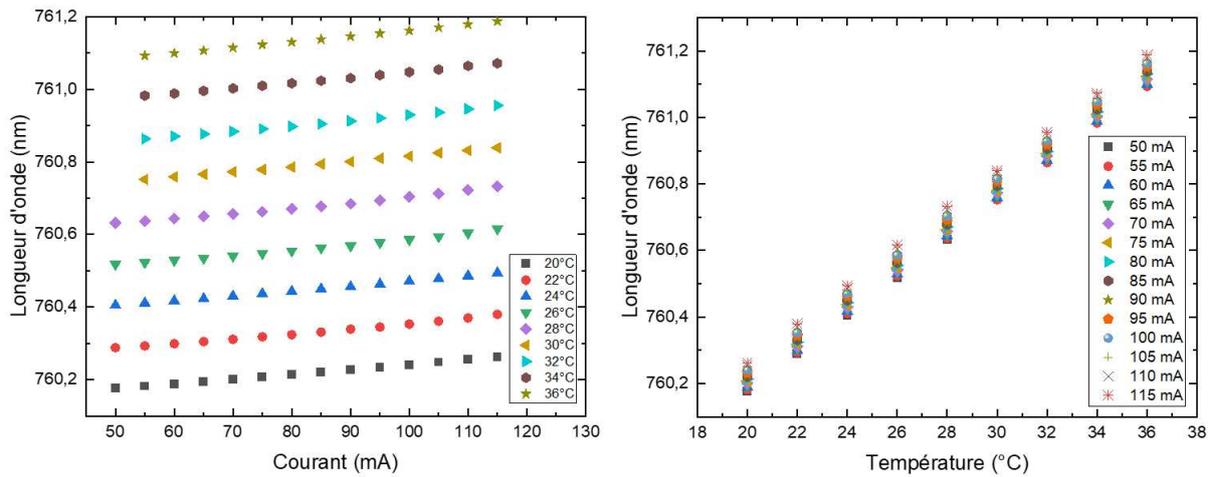


Figure 82 - Variations de la longueur d'onde d'émission de la diode laser émettant à 760nm, mesurées en fonction du courant pour différentes températures [20 à 36°C] (à gauche) puis en fonction de la température pour différents courants d'alimentation [50 à 115mA] (à droite).

Une étude des variations de puissance est également réalisée comme le montre la Figure 83, permettant d'extraire la signature de la résonance de nos dispositifs de détection que nous exposerons dans la suite de ce chapitre.

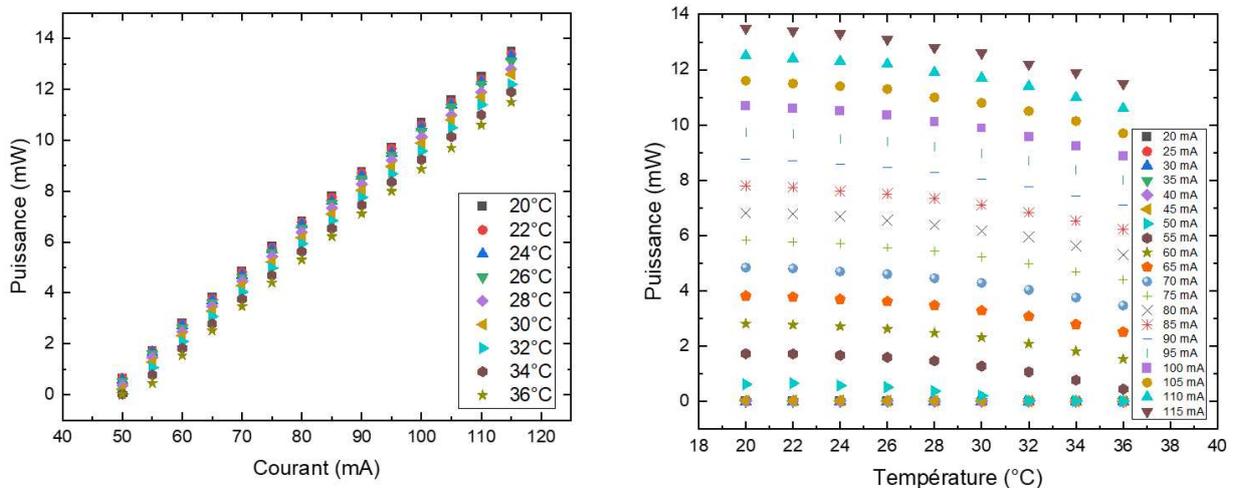


Figure 83 - Mesure de la puissance émise par la diode laser émettant à 760 nm, en fonction du courant pour différentes températures [20 à 36°C] (à gauche) et puis en fonction de la température pour différents courants d'alimentation [50 à 115mA] (à droite).

Une variation de 7°C, par palier de 1°C, du laser DFB fonctionnant à 760 nm permet de balayer une plage spectrale de 0,5 nm [760,3 nm ; 760,8 nm], et pour chacun des paliers en température, une rampe de courant de 50 mA à 120 mA est appliquée.

La puissance en sortie de laser est mesurée en synchronisme des rampes de courant, et connaissant d'une part, la dépendance entre la puissance et le courant et d'autre part, celle entre le courant et la longueur d'onde à une température donnée, il est alors possible d'extraire la

puissance en sortie de nos dispositifs de détection optiques en fonction de la longueur d'onde comme le montre la Figure 84. Nous obtenons alors une variation de transmission en fonction de la longueur d'onde en calculant le rapport entre la puissance d'entrée injectée dans nos structures et la puissance en sortie de ces dernières (Figure 84).

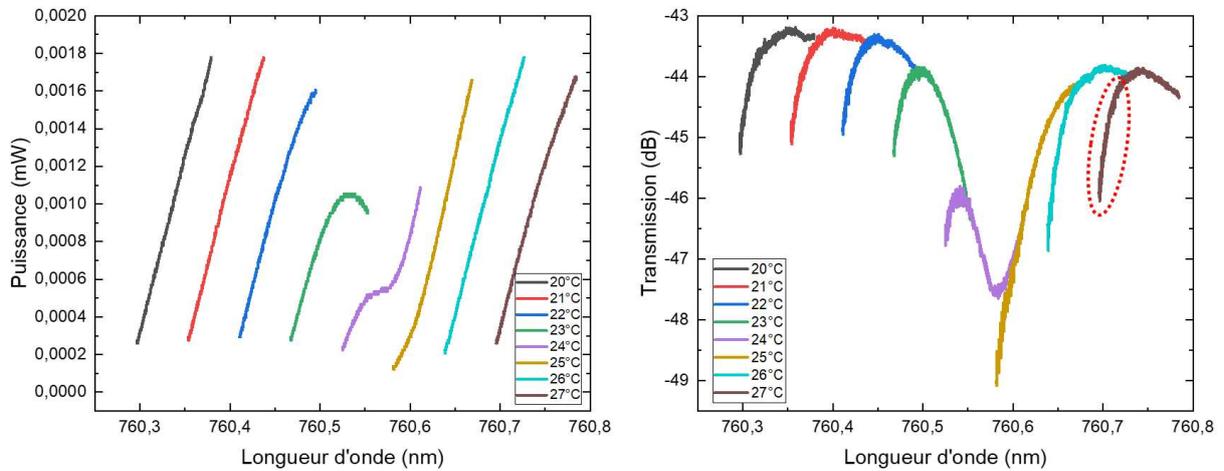


Figure 84 – A gauche, exemple des variations de puissance obtenue en sortie des structures optiques (P_{out}) en fonction de la longueur d'onde d'émission du laser pour différentes températures du laser. A droite, exemple de spectre de transmission pour un résonateur optique en configuration eau/PMMA/SiO₂ poreux/Si pour différentes températures du laser. Un exemple de défauts de recouvrement a été entouré en rouge (traits pointillés) sur la figure de droite.

Comme indiqué en rouge sur la Figure 84, nous remarquons un mauvais recouvrement des portions des spectres correspondant aux faibles valeurs de courant de la diode laser et plus précisément une surestimation des pertes inversement proportionnelles à la valeur du courant. Afin de s'affranchir de cette problématique, la solution retenue consiste à réduire la gamme de courant de polarisation de la diode laser. La Figure 85 présente le résultat des grandes étapes de notre méthodologie pour obtenir le spectre de transmission d'une structure optique résonante :

- Réduction des gammes de courant (Figure 85.1),
- Raccordement des différentes gammes aux différentes températures (Figure 85.2),
- Lissage au moyen d'une moyenne glissante pour réduire le bruit (Figure 85.3),
- Comparaison finale entre le résultat du traitement de données avec la mesure initiale (Figure 85.4).

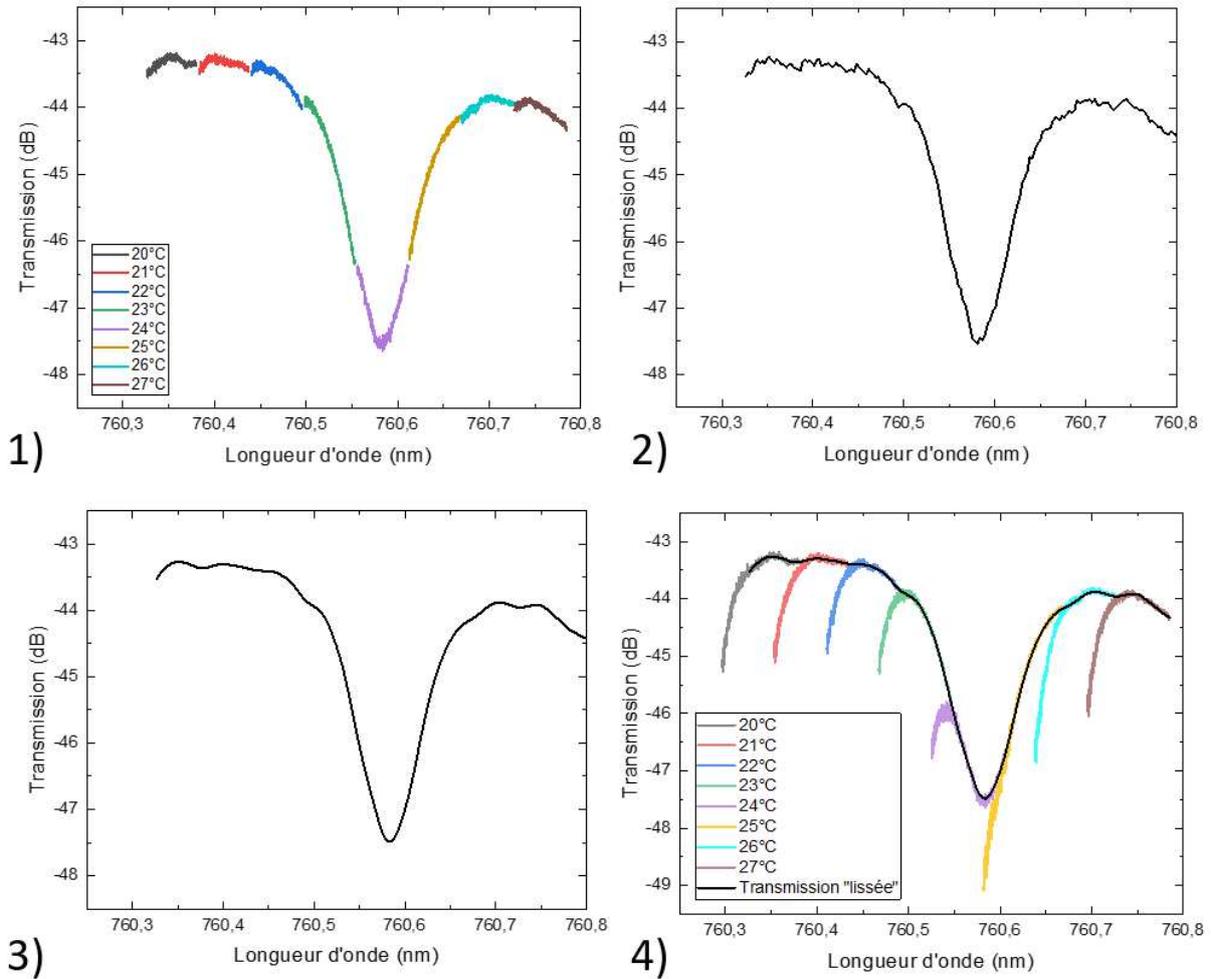


Figure 85 - Résultats des grandes étapes de la méthodologie explicitée pour obtenir le spectre de transmission d'un résonateur. L'exemple donné correspond à un microrésonateur en anneau de hauteur 250 nm, de largeur 1 μm , avec un rayon d'anneau de 200 μm , de longueur de couplage 50 μm et de gap 1 μm , en configuration eau/PMMA/SiO₂ poreux/Si.

Dans la suite, nous allons présenter la méthodologie permettant d'extraire, à partir des résultats expérimentaux, les grandeurs fonctionnelles caractéristiques d'un résonateur explicité au chapitre 3, à savoir : le facteur de qualité (Q), l'intervalle spectrale libre (ISL) et le contraste (C).

De façon générale, le facteur de qualité est lié à la durée de vie des photons dans la cavité résonante. Il est défini par le rapport entre la longueur d'onde de résonance (λ_m^{res}) et la largeur à mi-hauteur ($\delta\lambda$). La largeur à mi-hauteur est calculée en faisant la différence des longueurs d'onde mesurées à mi-hauteur du pic de résonance correspondant.

$$Q = \frac{\lambda_{res}}{\delta\lambda} \quad 28$$

$$\delta\lambda = \lambda_{m,MH}^d - \lambda_{m,MH}^g \quad 29$$

L'intervalle spectral libre correspond à la distance entre deux longueurs d'onde de résonance consécutives, ici λ_m^{res} et λ_{m+1}^{res} .

$$ISL = \lambda_{m+1}^{res} - \lambda_m^{res} \quad 30$$

Le contraste est donné par la différence entre la transmission maximale ($T_m^{antires}$) et la transmission minimale (T_m^{res}). Un bon contraste est nécessaire pour bien visualiser les résonances hors du bruit du signal.

$$C = T_m^{antires} - T_m^{res} \quad 31$$

Le microrésonateur utilisé est réalisé à base de polymères (PMMA pour le cœur des guides d'onde et SiO₂ poreux comme couche de confinement sur un substrat de silicium). Ce spectre et les résonances associées sont obtenus avec de l'eau désionisée comme couche de superstrat. Un exemple de spectre obtenu expérimentalement d'un microrésonateur (où seules 2 résonances sont montrées) est présenté en Figure 86 à partir de la méthodologie décrite *supra*.

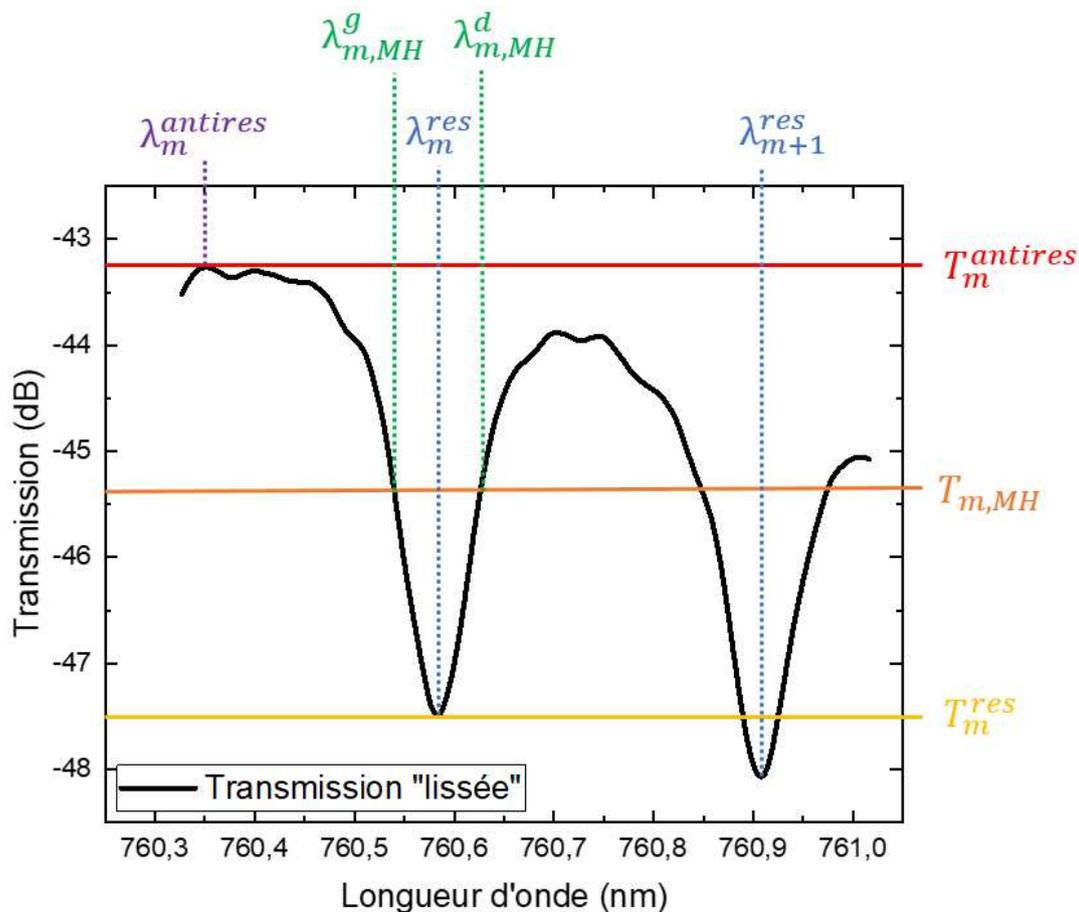


Figure 86 – Spectre de transmission expérimental d'un microrésonateur de hauteur 250 nm, de largeur 1 μm , avec un rayon d'anneau de 200 μm , de longueur de couplage 50 μm et de gap 1 μm , en configuration eau/PMMA/SiO₂ poreux/Si, restreint sur la plage spectrale variant de 760,3 à 761 nm.

Les principaux paramètres de ce microrésonateur sont les suivants :

λ_m^{res} , la longueur d'onde la résonance d'ordre m ;

λ_{m+1}^{res} , la longueur d'onde la résonance d'ordre $m+1$;

$\lambda_{m,MH}^g$ et $\lambda_{m,MH}^d$, les longueurs d'onde à mi-hauteur, respectivement à gauche et à droite, du pic de résonance d'ordre m ;

$\lambda_m^{antires}$, la longueur d'onde d'antirésonance d'ordre m ;

T_m^{res} , la transmission de la résonance d'ordre m ;

$T_{m,MH}$, la transmission à mi-hauteur de la résonance d'ordre m ;

$T_m^{antires}$, la transmission d'anti-résonance d'ordre m .

Les grandeurs fonctionnelles caractéristiques d'un microrésonateur (facteur de qualité, intervalle spectral libre et contraste), permettent d'apprécier la performance de nos structures mais aussi de la comparer avec l'état de l'art, tout en se limitant à la sensibilité et la limite de détection.

La prochaine partie de ce chapitre va s'attacher à présenter les résultats des performances optiques obtenues par nos différentes structures. Nous commencerons par les dispositifs de détection à cœur de SiN puis ceux à base de polymères. Enfin, une dernière partie sera consacrée au guidage à large bande spectrale.

4.2 Résultats et analyse des performances optiques des structures réalisées en vue d'une application de détection

Après avoir présenté le banc de caractérisation et les deux méthodologies d'extraction des coefficients de transmission en polarisation et en longueur d'onde, nous allons maintenant utiliser ces dernières pour analyser les performances optiques des dispositifs de détection fabriquées à base de matériaux inorganiques et organiques.

Nous commencerons par un rappel, sur le plan technologique, des structures étudiées, ensuite une validation expérimentale de la propagation au sein de nos microrésonateurs sera effectuée (qui mettra en lumière le meilleur fonctionnement de certaines structures par rapport à d'autres), puis nous terminerons par une caractérisation des performances optiques de ces dispositifs. Une synthèse des résultats sera donnée à la fin de cette partie.

Nous commencerons par étudier les dispositifs à base de SiN déposé sur SiO₂.

4.2.1 Structures résonantes à base de SiN/SiO₂

4.2.1.1 Description technologique de la structure

Les structures considérées sont des microrésonateurs en anneau qui utilisent des guides d'onde « ruban » comme base de guidage de la lumière. Ces dispositifs de détection sont élaborés en utilisant deux guides d'ondes « ruban » identiques : l'un étant un guide d'onde rectiligne et l'autre formant un anneau en se repliant sur lui-même.

La Figure 87 présente la structure technologique des guides qui seront examinés dans cette section et dont le procédé de fabrication a été explicité dans le chapitre précédent. Le cœur de ces guides « ruban » est composé de SiN de 300 nm de hauteur et une largeur variant de 250 nm à 800 nm. Ces guides sont déposés sur une couche de 2,5 μm de SiO₂, le tout sur substrat silicium.

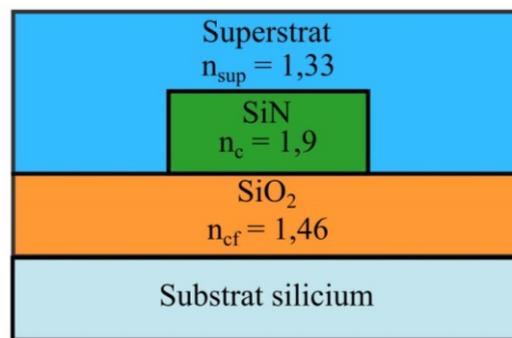


Figure 87 - Schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » réalisé en SiN/SiO₂ sur substrat silicium (vue en coupe).

4.2.1.2 Caractérisation optique

Les difficultés rencontrées lors du développement du procédé (notamment les phases de gravure) nous a conduit à tout d'abord observer nos échantillons au MEB. La Figure 88 présente une vue MEB d'un échantillon d'une des puces réalisées en dernier, opération qui nécessite au préalable une métallisation des échantillons. Cette étape est destructive et, à ce titre, une puce a donc été sélectionnée aléatoirement dans un lot.

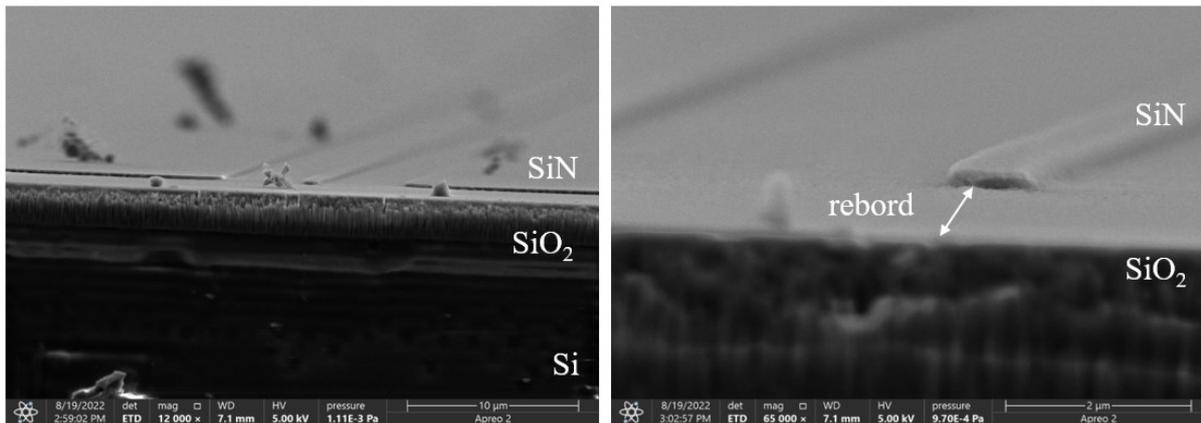


Figure 88 - Vue MEB (vue de face) de la facette d'injection gravée d'un guide d'onde en SiN/SiO₂.

La Figure 88 montre clairement qu'un « rebord » s'est formé aux extrémités de la puce et qui est problématique puisqu'il contribuera fortement à dégrader la qualité de l'injection optique en entrée des guides. Altération technologique non prévisible dans le cadre du déroulement du procédé mis en œuvre, ce rebord n'a été observé qu'au moment de la caractérisation optique et sans possibilité de procéder à des corrections technologiques.

L'hypothèse mise en avant pour expliquer ce défaut est probablement l'étape finale de gravure des facettes, et plus précisément de l'exposition UV de la résine de protection utilisée avant la gravure des facettes. En effet, l'érosion non-uniforme de la résine de protection a possiblement engendrée une gravure trop profonde sur le flanc de nos puces. Nous avons également retrouvé ce défaut sur les bords des facettes avec la caméra présente sur le banc optique de mesure (Figure 89). Néanmoins, à ce stade, ces analyses n'ont pas permis d'identifier l'origine exacte du problème.

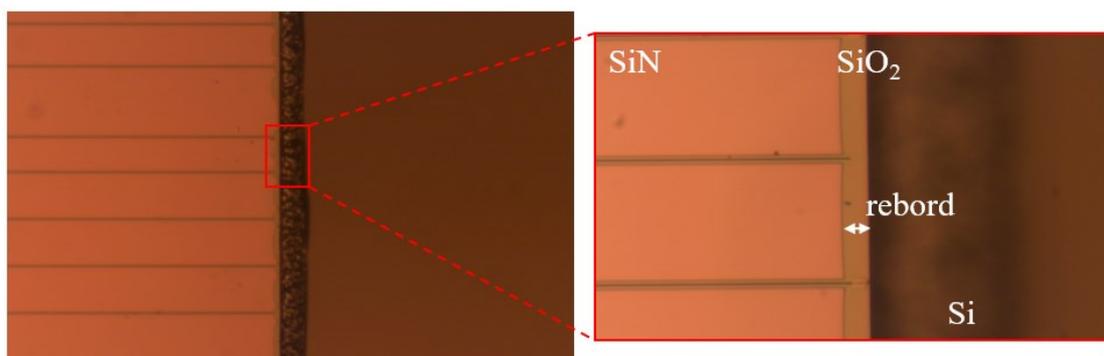


Figure 89 - Vue optique (vue de dessus) montrant le rebord observé sur un guide d'onde de type SiN/SiO₂.

La largeur des rebords observés sont aléatoires sur les puces mais sont présentes sur chacune d'entre elles. Malgré tout, nous avons quand même pu réaliser des tests sur le banc de caractérisation optique des puces de ce lot (Figure 90).

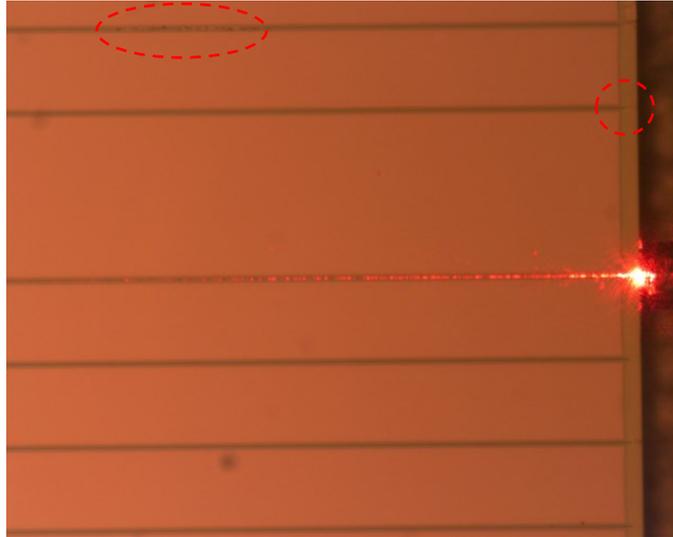


Figure 90 - Vue optique (vue de dessus) montrant l'injection optique à 633 nm dans un guide d'onde de type SiN/SiO₂. Des exemples de rupture de continuité des guides d'onde et les défauts sur l'état des flancs des facettes sont entourés en rouge sur la figure.

Malgré les difficultés liées au couplage par la tranche, la Figure 90 prouve la fonctionnalité optique des guides SiN/SiO₂, même si le défi réside en la détection d'un signal de sortie sous le seuil de bruit des outils à notre disposition.

En effet, les pertes à l'injection et de propagation sont trop importantes car, comme nous le soupçonnions, la gravure n'a pas été parfaitement maîtrisée. Nous pouvons le constater sur la Figure 88 par l'état des flancs des puces mais également des guides d'onde en surface où des ruptures de continuité sont observées.

Les guides étant inopérants, une nouvelle campagne d'analyses technologiques par MEB a été planifiée avec comme ambition d'obtenir une origine claire des défauts de réalisation, en particulier les facettes des guides. La Figure 91 montre que, pour un lot de puces, la résine photosensible n'a pas été complètement retirée, confirmant l'hypothèse d'une mauvaise maîtrise de la dernière étape de gravure des facettes.

Des tests de retrait de la résine ont été réalisés au moyen d'une solution de type « piranha » qui est un mélange d'acide sulfurique (H₂SO₄) et de peroxyde d'hydrogène (H₂O₂). Cette solution acide, très corrosive, a permis de retirer la résine mais sans toutefois améliorer les conditions de guidage de manière significative.

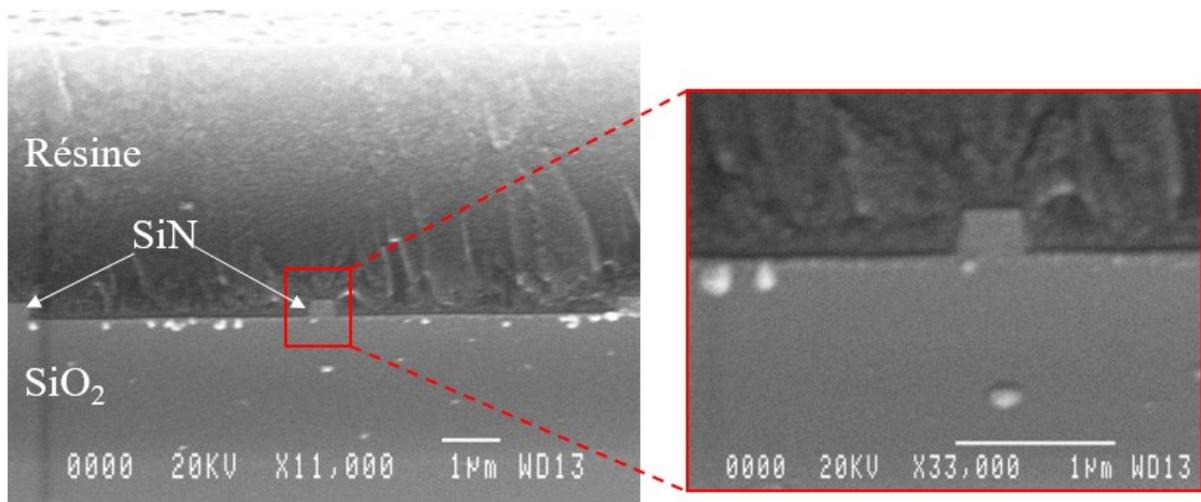


Figure 91 - Vues MEB (vues en coupe) transverses d'un guide d'onde avec un reste de résine de protection sur le dessus.

Avec la Figure 91, nous observons les guides d'onde avec la géométrie dû au « *bulk and sleeve* ». Nous pouvons donc conclure que les étapes de fabrication des guides d'onde ont été un succès, mais une étude plus approfondie est nécessaire pour améliorer les étapes de gravure des facettes.

Nous allons à présent étudier les dispositifs de détection à base de PMMA sur silice poreuse.

4.2.2 Structures résonantes à base de matériaux organiques déposés sur silice poreuse

4.2.2.1 Description technologique de la structure

Cette section se concentrera sur l'évaluation des performances optiques des microrésonateurs conçues à partir de matériaux polymères sur silice porosifiée. La Figure 92 présente les guides d'onde qui seront examinés dans cette section, dont le procédé de fabrication a été explicité dans le chapitre précédent.

Le cœur des guides de type « ruban » est composé de PMMA avec une largeur de 1 μm , avec trois hauteurs possibles : 250 nm, 300 nm et 500 nm. Ces guides sont déposés sur une couche de 5 μm de SiO_2 poreux (selon la technique explicitée au chapitre précédent), le tout sur substrat silicium.

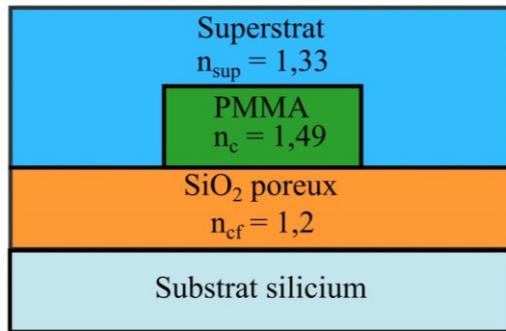


Figure 92 - Schéma représentatif d'un guide d'onde « ruban » réalisé en PMMA/Silice porosifiée sur substrat silicium (vue en coupe).

Dans la suite de l'étude, nous n'utiliserons pas de système microfluidique puisque le dépôt de canaux microfluidiques sur nos structures entraîne des fuites d'eau sur les bords de nos guides d'onde (Figure 93), s'expliquant notamment par le fait que nos structures utilisent un couplage latéral entre le guide « bus » et l'anneau. Il est alors difficile de déposer des canaux microfluidiques, en appui sur les guides, susceptibles de générer des contraintes mécaniques et affecter significativement les propriétés de guidage.

Le dépôt de l'analyte se fait donc manuellement en venant déposer une goutte au-dessus de l'anneau constitutif des microrésonateurs. Dans la suite, les mesures sont donc réalisées en régime dit statique.

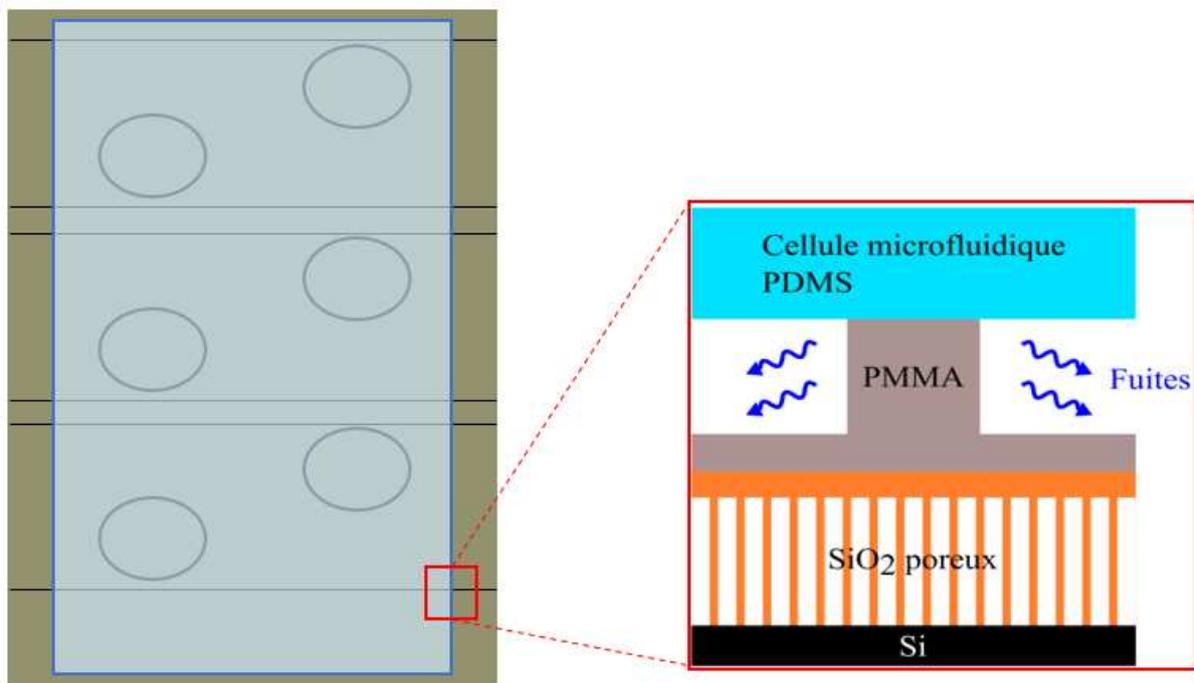


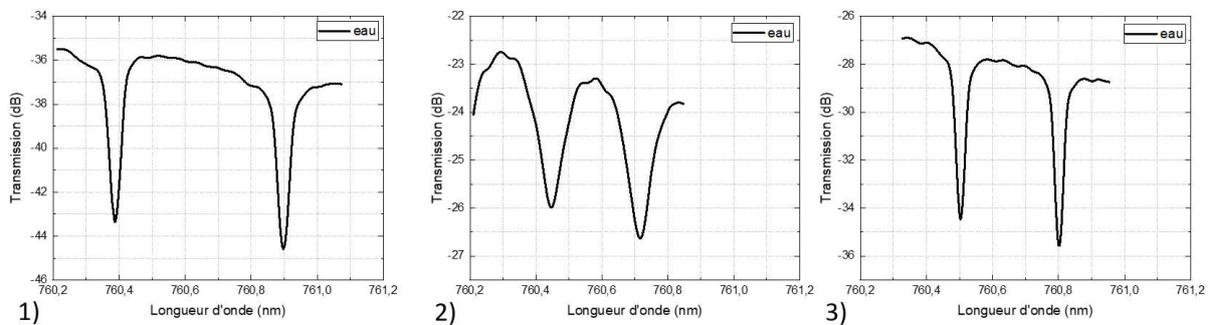
Figure 93 - Schéma représentatif des fuites d'eau rencontrées lors de la mise en place de cellule PDMS pour l'utilisation de la microfluidique.

4.2.2.2 Validation expérimentale de la propagation optique au sein des microrésonateurs

La première étape consiste en la mesure du spectre de transmission des microrésonateurs considérés en présence exclusivement d'eau désionisée (utilisée comme analyte), afin de valider la propagation de la lumière et extraire les grandeurs fonctionnelles caractéristiques de ces derniers.

La Figure 94 présente les spectres de transmission obtenus avec les microrésonateurs en configuration PMMA sur SiO₂ poreux en présence d'eau désionisée. La largeur des guides est identique pour les trois structures, soit 1 μm. En revanche, ils se différencient par la hauteur : 250 nm, 300 nm et 500 nm.

Ces spectres de transmission permettent de mesurer les grandeurs caractéristiques des microrésonateurs, à savoir : le facteur de qualité (Q), l'intervalle spectral libre (ISL) et le contraste (C).



	(1)		(2)		(3)	
Rayon (μm)	100		200		200	
Hauteur du cœur des guides (nm)	500		300		250	
Γ_{sup} (%)	19,69		32,79		55,15	
Gap (nm)	700	650	900	770	1000	990
Q	$1,7 \cdot 10^4$	$1,7 \cdot 10^4$	$9 \cdot 10^3$	$9 \cdot 10^3$	$1,9 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^4$
ISL (pm)	570	507	292	272	317	298
C (dB)		10		3		7
	Simulation	Expérimental	Simulation	Expérimental	Simulation	Expérimental

Figure 94 - Spectres de transmission, mesurés expérimentalement, d'un microrésonateur PMMA/SiO₂ poreux/Si en présence d'eau désionisée et en fonction des dimensions des dispositifs fabriqués (rayon de l'anneau et hauteur des guides). Tableau récapitulatif des dimensions des structures étudiées ainsi que des grandeurs fonctionnelles caractéristiques extraites pour ces dispositifs.

Ces spectres de transmission présentent un ensemble de raies caractéristiques d'un résonateur en anneau, et on peut en conclure que :

- La lumière se propage correctement dans les structures optiques guidées en PMMA sur substrat de silice poreuse ;

- La zone de couplage constituée par un gap entre le guide bus et l'anneau est correctement réalisée.

À la suite de cette étape de validation, des mesures de reproductibilité de ces spectres de transmission ont été réalisées après les différentes étapes de séchage et de rinçage des dispositifs.

A ce titre, nous avons pris plusieurs mesures du spectre de transmission à des intervalles de temps, et toutes réalisées sur le même microrésonateur de type PMMA/SiO₂ poreux/Si. Chacune de ces mesures a été effectuée en utilisant de l'eau désionisée, et le microrésonateur a été séché à l'aide d'une bombe à azote.

Cette étude a permis de mettre en évidence une détérioration des microrésonateurs dans le temps et nous avons pu réaliser huit mesures de spectre de transmission sur une durée de 48h, avant de ne plus pouvoir extraire de transmission acceptable. En fin de séquence, les pertes augmentent considérablement à chaque mesure et les spectres deviennent de plus en plus difficile à extraire.

Les grandeurs caractéristiques du microrésonateur ont été extraites à chaque mesure. Le contraste et le facteur de qualité ont été calculés à partir des équations 25 et 28, explicitées dans la partie 4.1.3.2 *Méthodologie d'extraction du coefficient de transmission en longueur d'onde* de ce chapitre.

Le coefficient d'auto-couplage (τ) et le coefficient de pertes par tour d'anneau (a) ont été déterminés en ajustant la transmission théoriquement évaluée avec les transmissions expérimentales mesurées.

Pour cela, l'équation 8 de la transmission spectrale, déjà définie au chapitre 2 et que nous rappelons ici, a été utilisée :

$$T_{\lambda_{res}}(n_i) = \frac{P_{out}(n_i)}{P_{in}} = \frac{(\tau - a(n_i))^2}{(1 - \tau a(n_i))^2} \quad 8$$

L'ajustement des pics de résonance est réalisé en faisant varier la valeur du coefficient d'auto couplage (τ), ainsi que les pertes optiques α_{pertes} (liées au facteur d'atténuation a par la relation 6 et définie au chapitre 2).

Pour illustrer cette phase d'ajustement, nous présentons un exemple de spectres de transmission expérimental et théorique d'un microrésonateur de hauteur 250 nm, de largeur 1 μm , avec un rayon d'anneau de 200 μm , de longueur de couplage 50 μm et de gap 1 μm , en configuration PMMA/SiO₂ poreux/Si en présence d'eau désionisée, sur une plage de longueurs d'onde variant de 760,3 à 760,8 nm (Figure 95).

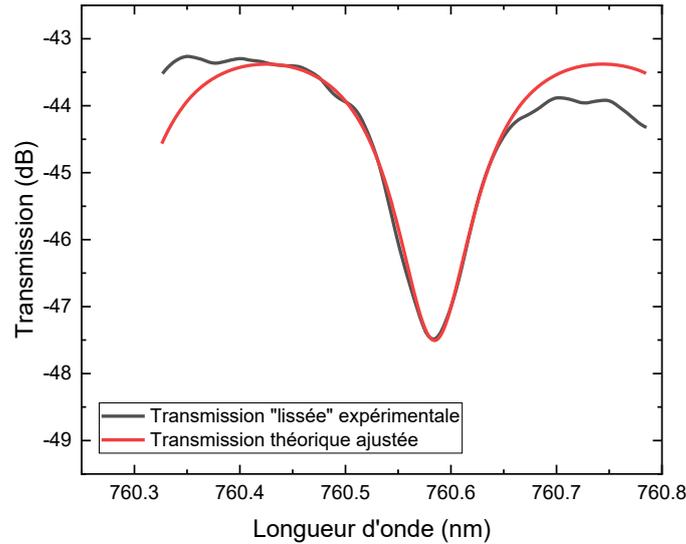


Figure 95 - Spectres de transmission expérimental et théorique d'un microrésonateur PMMA/SiO₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μm de rayon R = 200 μm et un gap = 1 μm en présence d'eau désionisée sur une plage de longueurs d'onde variant de 760,3 à 760,8 nm.

La Figure 96 montre que le coefficient d'auto-couplage reste constant et, par conséquent, que la qualité du couplage entre le guide bus et l'anneau n'est pas affectée. En revanche, le coefficient de pertes par tour d'anneau augmente à chaque nouvelle mesure puisqu'une augmentation d'environ 90 % entre la première et la dernière mesure, est observée.

Cette croissance contribue à diminuer le contraste ainsi que le facteur de qualité de notre dispositif de détection (réduction d'environ 50 %).

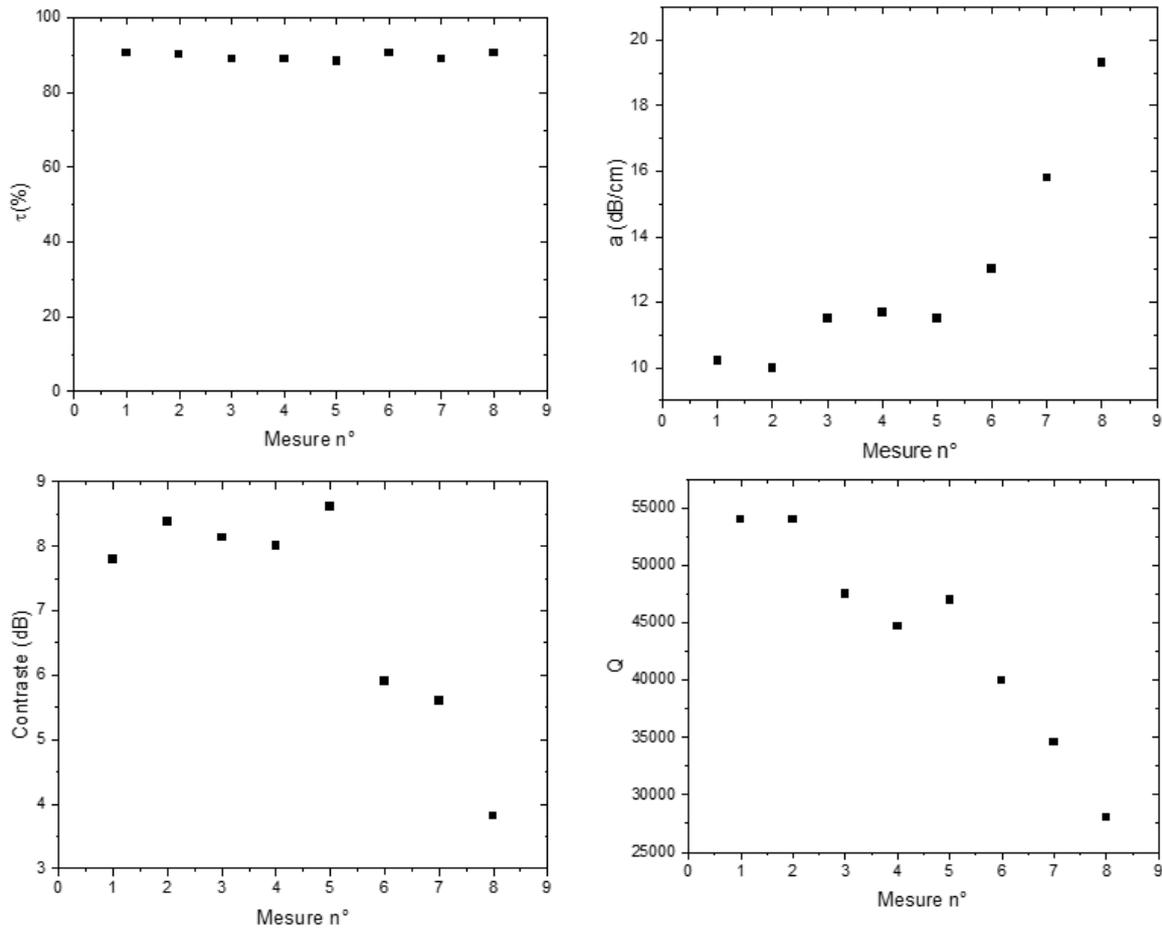


Figure 96 - Variations des principaux paramètres du microrésonateur PMMA/SiO₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m de rayon $R = 200 \mu$ m et un gap = 1 μ m en présence d'eau désionisée au cours des différentes mesures de reproductibilité.

Ces mesures démontrent que nos dispositifs de détection à base de polymères produisent une réponse de détection en mode statique et présentent des performances comparables à celles reportées dans la bibliographie, notamment un facteur de qualité de $3,6 \cdot 10^3$.

Ce résultat peut être comparé, toutes technologies confondues mais à longueur d'onde proche, à ceux de *A. Samusenko et al.*[85] portant sur des structures optiques à base de microrésonateurs, en configuration SiON/SiO₂ et en présence d'eau comme couche de substrat, démontrant un facteur de qualité expérimental de $1,3 \cdot 10^5$ à 850 nm.

4.2.2.3 Performances obtenues en configuration « capteur »

La durée d'utilisation relativement limitée de nos dispositifs impose de réaliser des mesures de détection rapidement performantes en présence de molécules autres que l'eau sous peine de mesure dans un mode fortement dégradé.

Initialement, nous avons choisi de démontrer l'efficacité de nos structures optiques pour détecter la sulfo-cyanine 7, une molécule présentant un maximum d'absorption à 760 nm. Cependant, les résonateurs que nous avons mis en place ont également pour objectif de réaliser une étude

de faisabilité de la détection par décalage en longueur d'onde du pic de transmission, en utilisant une solution d'eau contenant différentes concentrations de glucose. En raison de contraintes temporelles, nos objectifs de recherche ont privilégié la détection du glucose, qui est une substance de référence couramment utilisée dans la littérature scientifique pour évaluer les performances des dispositifs de détection.

S'agissant de la détection du glucose, le procédé suivant été mis en place : les solutions d'analyte glucosée (à différentes concentrations : 1 g/L ; 3 g/L ; 5 g/L ; 7 g/L et 11 g/L) sont placées, sous forme de gouttes, sur la surface représentative de l'anneau du microrésonateur par le biais d'une seringue (régime statique) et une mesure du spectre de transmission autour de 760 nm est réalisée.

Une première mesure du spectre de transmission est effectuée en utilisant de l'eau désionisée comme référence puis nous asséchons la surface du dispositif à l'aide d'une bombe à azote.

A la suite, une solution de glucose à une concentration spécifique est déposée et un nouveau spectre de transmission est enregistré. Le dispositif de détection est ensuite séché et cette procédure est répétée, pour chaque concentration, avec une mesure de référence à l'eau désionisée prise entre chaque nouvelle concentration de glucose.

Le décalage de la position des raies de résonance entre le spectre de transmission de référence et un spectre de transmission obtenu en présence d'une solution glucosée est estimé pour chaque concentration de glucose considérée (Figure 97).

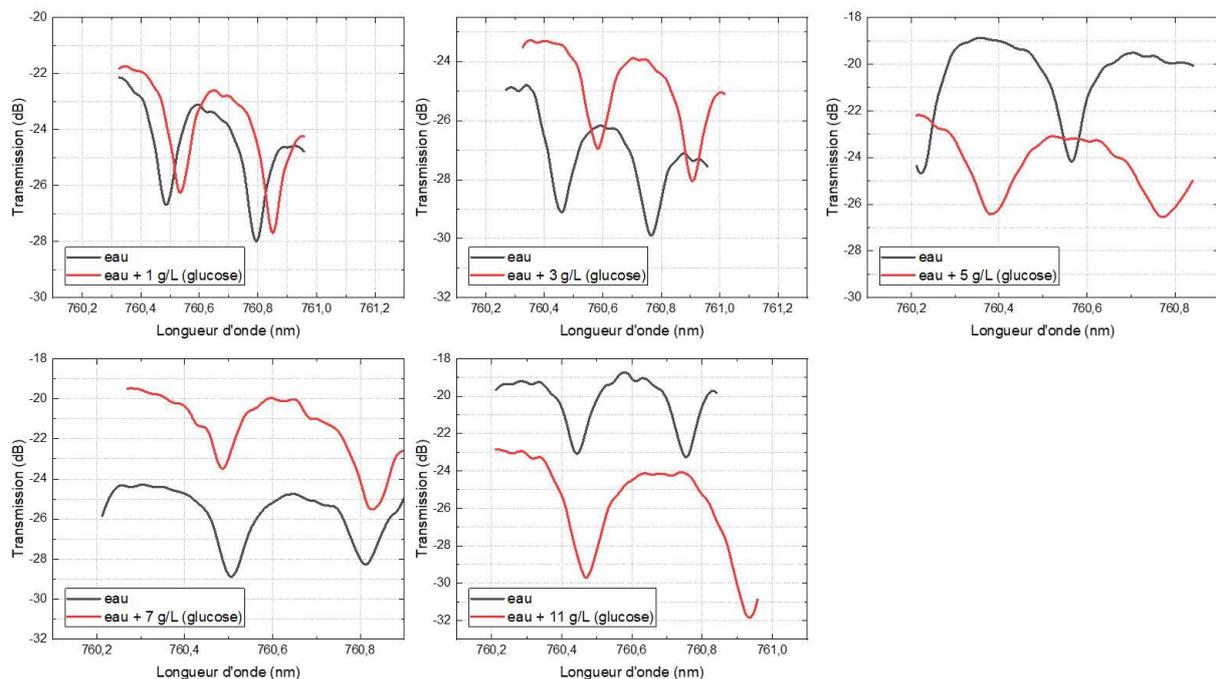


Figure 97 - Spectres de transmission obtenus dans le visible (760 nm) d'un microrésonateur PMMA/SiO₂ poreux/Si de hauteur 250 nm, de largeur 1 μ m de rayon R = 200 μ m et un gap = 0,9 μ m sur une plage de longueurs d'onde variant de 760 à 761 nm pour des concentrations de 0 g/L (utilisée comme référence), 1 g/L, 3 g/L, 5 g/L, 7 g/L et de 11 g/L d'eau glucosée.

A partir des décalages successifs observés en fonction de la concentration de glucose, il devient possible d'extraire la sensibilité de notre dispositif. Ces mesures ont été réalisées pour chacune des hauteurs des guides fabriqués (250 nm, 300 nm et 500 nm) et la valeur des décalages sont retranscrites en Figure 98.

Comme nous l'avons présenté dans le Chapitre 2, chaque hauteur de guide possède un taux de champ évanescent différent (respectivement 19 % pour 500 nm, 32 % pour 300 nm et 55 % pour 250 nm). De cette manière, nous allons pouvoir mesurer l'impact du taux de champ évanescent sur la sensibilité de nos structures optiques.

S'agissant des mesures sous fortes concentrations (i.e. au-delà de 7 g/L), le décalage spectral des pics de résonance s'étend au-delà d'un ISL à concentration nulle. Dans ce cas, pour déterminer le décalage spectral final, nous prenons en compte l'écart relatif à l'ISL intrinsèque du dispositif de détection à concentration nulle augmenté du décalage que nous mesurons expérimentalement.

Le décalage en longueur d'onde est calculé pour une longueur d'onde de résonance autour de 760 nm. Nous avons pris appui sur les travaux de *Y.-L. Yeh et al.* [134], qui ont établi la relation entre l'indice de réfraction d'une solution glucosée (Δn_{sup}) et la concentration de glucose ($[C]_{\text{glucose}}$), à travers la relation suivante :

$$\Delta n = 1,189 \cdot 10^{-4} \times [C]_{\text{glucose}} + 1,33 \quad 32$$

Cette relation permet de :

- Caractériser le décalage du pic de transmission ($\Delta\lambda$) en fonction de la variation d'indice de réfraction de la solution (Δn_{sup}) (Figure 98) ;
- Prédire la sensibilité et la limite de détection de nos dispositifs par la mesure du décalage spectral des pics de résonance du spectre de transmission.

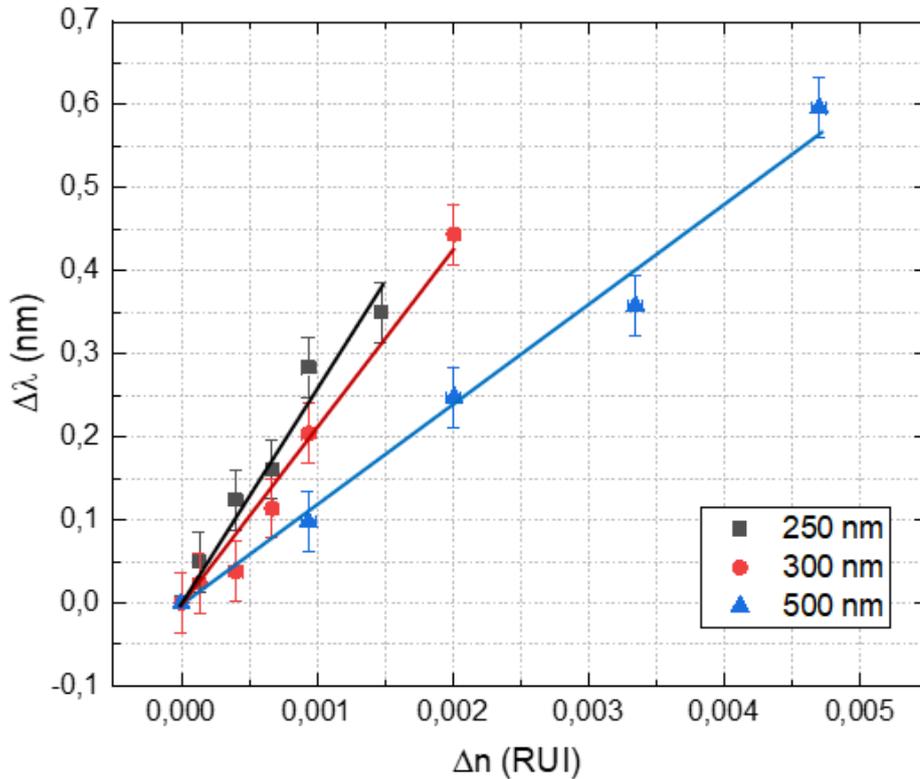


Figure 98 - Variations de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction des variations de l'indice de réfraction du superstrat (Δn_{sup}), pour différentes hauteurs de guide de microrésonateur ($h = 250 \text{ nm}$; 300 nm ; 500 nm) en configuration PMMA/SiO₂ poreux/Si de rayon $R = 200 \text{ }\mu\text{m}$ et un gap = $0,9 \text{ }\mu\text{m}$. Ces mesures ont été réalisées pour différentes concentrations de glucose dissout dans l'eau désionisée (1 à 11g/L).

Rappelons que, de façon générale, la sensibilité est définie par le rapport entre la variation de l'indication du dispositif de détection et la variation du mesurande. S'agissant de la méthode utilisée et basée sur le décalage de la longueur d'onde des pics de résonance, la sensibilité correspond au rapport entre la variation de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) et la variation de l'indice de réfraction optique du superstrat (Δn_{sup}).

$$S = \frac{\Delta\lambda_{res}}{\Delta n_{sup}} \quad 33$$

La limite de détection correspond à la plus petite valeur mesurable et, plus concrètement sur le plan expérimental, elle correspond à la plus petite variation d'indice de réfraction du superstrat détectable. Mathématiquement, la limite de détection est traditionnellement définie par le rapport entre la longueur d'onde de résonance (λ_{res}) et le produit du facteur de qualité (Q) par la sensibilité du dispositif de détection (S) [135].

$$LOD = \frac{\lambda_{res}}{Q \cdot S} \quad 34$$

Le Tableau 11 synthétise la sensibilité et la limite de détection des microrésonateurs PMMA/SiO₂ poreux/Si en fonction de la hauteur des guides d'onde, et donc du taux de champ évanescent.

Tableau 11 - Synthèse des performances obtenues avec des microrésonateurs PMMA/SiO₂ poreux/Si de rayon R = 200 μm et un gap = 0,9 μm en présence de glucose et en fonction du taux de champ évanescent (dépendant de la hauteur des guides).

Hauteur des guides (nm)	Rayon de l'anneau (μm)	Gap (nm)	Longueur de couplage anneau/guide (μm)	Facteur de qualité	Sensibilité (nm/RIU)	Limite de détection (RIU)	Γ _{sup} (%)
250	200	1000	50	2.10 ⁴	257,21	1,4.10 ⁻⁴	55,15
350	200	900	100	9.10 ³	212,48	3,9.10 ⁻⁴	32,79
500	100	700	50	1,7.10 ⁴	120,22	3,2.10 ⁻⁴	19,69

Ces résultats mettent clairement en évidence l'influence du taux de champ évanescent sur la sensibilité. Nous observons que l'évolution de la sensibilité est inversement proportionnelle à la hauteur des guides et donc également au taux de champ évanescent (Γ_{sup}), confirmant ainsi nos hypothèses de départ.

4.2.3 Synthèse des résultats

Afin de mieux comparer les performances de nos structures de détection, nous avons recensé la sensibilité et la limite de détection de différentes structures utilisées pour la détection décrites dans l'état de l'art (Figure 99), fabriqués à partir de différents matériaux et opérant dans la gamme du visible au proche infrarouge (Tableau 12).

Tableau 12 - Tableau récapitulatif des références des articles présentés dans la Figure 99 pour comparer les performances de nos dispositifs de détection.

Références	Longueur d'onde (nm)	Matériaux utilisés	Dimensions des guides (hauteur x largeur)	Analyte considéré
Guide ruban				
[136]	1550	Si/SiO ₂	750 nm x 220 nm	NaCl
[137]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 220 nm	Glucose
[138]	780	Su8/SiO ₂	1000 nm x 1500 nm	Ethanol
[139]	1550	Ge-Sb-Se	600 nm x 300 nm	NaCl
[140]	850	SiON/SiO ₂	900 nm x 305 nm	MES
[141]	1550	SiON/SiO ₂	400 nm x 220 nm	NaCl
[142]	1580	SiON/SiO ₂	500 nm x 220 nm	NaCl
[143]	1610	TeO ₂	500 nm x 220 nm	Eau
[144]	1560	AlO ₃	2000 nm x 700 nm	NaCl
[145]	1550	Polysiloxane	2500 nm x 2100 nm	NaCl
[146]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 200 nm	NaCl
[147]	1550	Si ₃ N ₄		Glucose
[148]	1550	Si/SiO ₂	350 nm x 220 nm	NaCl
[149]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 220 nm	NaCl
[150]	1550	ZPU13-430 polymer	2800 nm x 2000 nm	Glucose
Guide à cristaux photoniques				
[141]	1550	SiON/SiO ₂	400 nm x 220 nm	NaCl
[151]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 220 nm	NaCl
[152]	1550	Si/SiO ₂	600 nm x 220 nm	Glycérine
[153]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 220 nm	NaCl
[154]	1550	Si/SiO ₂	500 nm x 220 nm	Glycérine
Guide à fente				
[135]	1550	ChGs	340 nm x 300 nm	NaCl
[155]	1300	SiN/SiO ₂	550 nm x 300 nm	Ethanol
Guide ruban poreux				
[117]	1550	PS/SiO ₂	2500 nm x 1000 nm	Glucose
[156]	1550	Si	1200 nm x 600 nm	NaCl
[69]	1550	SiO ₂	1800 nm x 1900 nm	Glucose

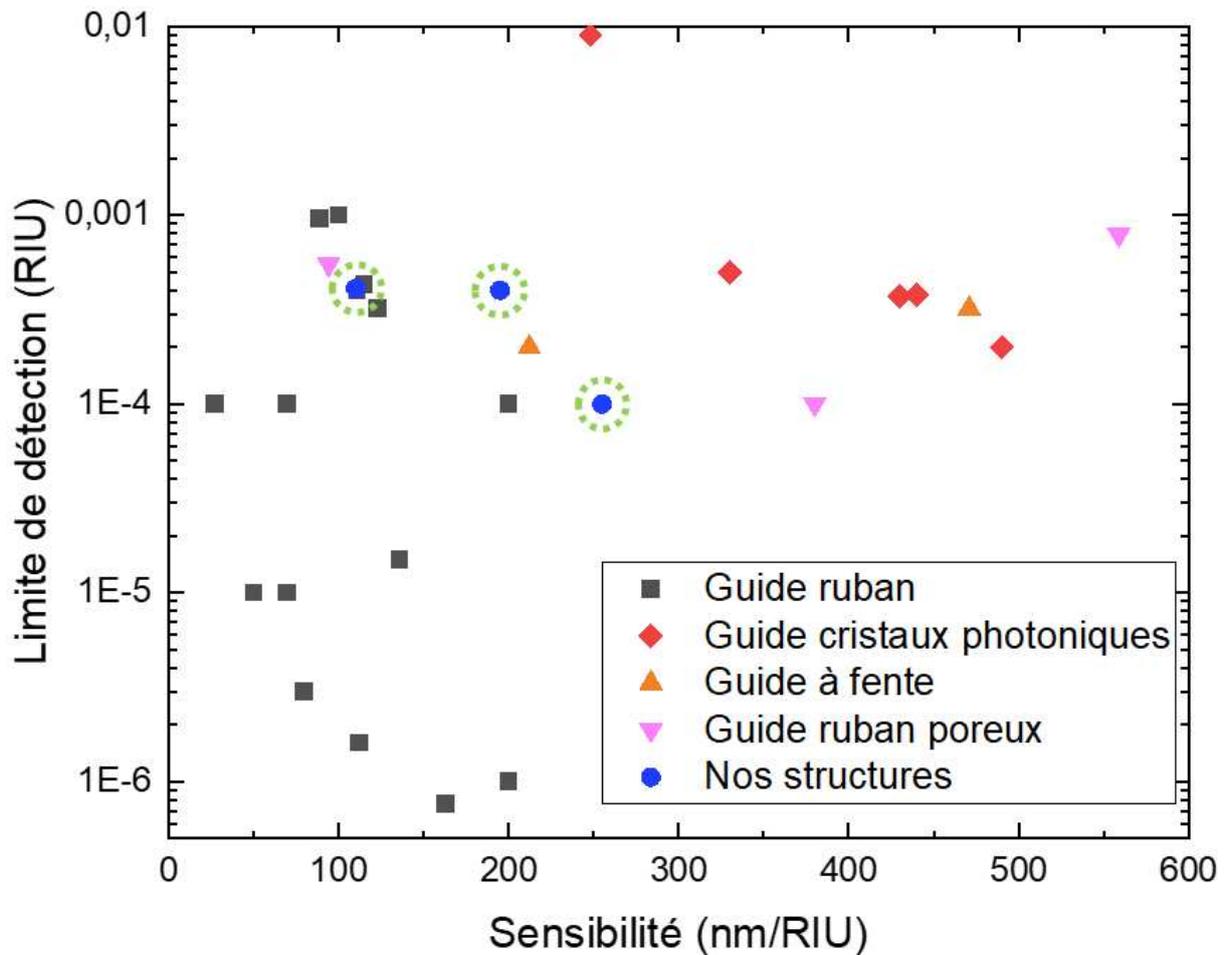


Figure 99 - Performances de structures de détection optique présentées dans l'état de l'art permettant de positionner nos résultats obtenus en configuration PMMA/SiO₂ poreux/Si.

Il ressort que les performances de nos structures sont largement comparables avec celles obtenues et publiées, par les guides « ruban » et certaines structures en matériaux entièrement poreux en termes de sensibilité.

Par une porosification de la couche de confinement, nous parvenons avec succès à amplifier le taux de champ évanescent en surface de l'anneau, tout en évitant un processus de fabrication plus complexe axé sur la structuration de la couche centrale.

Les travaux de *L. Huang et al* [152] utilisent des microrésonateurs à base de guide d'onde en cristaux photoniques avec une hauteur de 220 nm, avec un taux de champ évanescent de 39 % à 1550 nm, à la différence de nos guides permettent d'obtenir un taux de champ évanescent de 55 %. **Nous avons donc atteint une valeur de sensibilité expérimentale supérieure à l'état de l'art dans le domaine du visible.**

Les travaux de *A. Samusenko et al.* [140] *X. Tu et al* [138] présentent respectivement des sensibilités de 80 nm/RIU à 850 nm et 27 nm/RIU à 780 nm, résultats qui doivent être comparés à nos structures susceptibles d'atteindre 257 nm/RIU à 760 nm. Nos performances de limite de détection sont également similaires aux autres types de structure.

A ce jour, nous observons que les cristaux photoniques démontrent la plus basse limite de détection en comparaison des guides « ruban » du fait de leurs pertes généralement plus importantes à iso-longueur d'onde.

L'amélioration du banc optique a un rôle à jouer dans l'optimisation de la limite de détection. A ce titre, nous pourrions l'optimiser en s'affranchissant des conditions extérieures comme le montre le banc développé par *D. Chauvin et al.* avec une enceinte thermostatée [157], ou encore d'utiliser des fibres optimisées à 760 nm.

La prochaine partie portera sur l'analyse des performances des guides d'onde fabriqués en technologie « full SiON » pour fonctionner sur une large bande spectrale. Rappelons que ces structures n'ont pas vocation à se comporter comme des dispositifs de détection, telles que les architectures précédentes dont le cœur de guidage est directement exposé à l'analyte. Ici, le cœur du guide est enterré pour obtenir un fort taux de confinement du mode guidé (en limitant le taux de champ évanescent) et l'objectif est de valider les performances et notamment la bande spectrale de propagation autorisée par ces guides.

4.3 Analyse des performances des structures enterrées de guidage optique large bande

4.3.1 Description technologique de la structure

Cette dernière section se concentre sur l'évaluation des performances optiques des guides d'onde enterrés développés à partir de matériaux de type SiON.

La Figure 100 présente la structure technologique des guides réalisés, dont le procédé de fabrication a été explicité dans le chapitre précédent.

Rappelons que le cœur des guides est composé de SiON avec une largeur de $1\ \mu\text{m}$, et une hauteur de $200\ \text{nm}$. Ces guides sont recouverts d'une couche de SiON d'une épaisseur de $2\ \mu\text{m}$ formant la couche de gaine supérieure, présentant une variation d'indice de réfraction optique de $0,1$ par rapport au matériau constituant le cœur. L'ensemble est déposé sur une couche de gaine inférieure, le tout sur un substrat silicium.

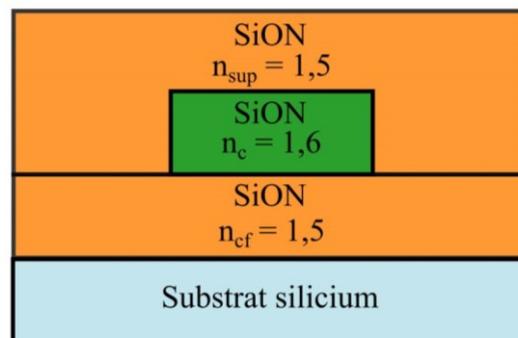


Figure 100 - Schéma représentatif d'un guide d'onde enterré réalisé en technologie « full SiON » (Vue en coupe).

4.3.2 Analyse technologique des guides fabriqués à base de SiON sur substrat de silicium

Un procédé de gravure des facettes (entrée et sortie), identique à celui mis en place pour les guides d'onde à base de SiN, a été utilisé. A ce titre, une vérification de l'état des facettes s'impose car il est responsable de la qualité du couplage optique et donc des performances de propagation que nous allons chercher à caractériser par la suite.

La Figure 101 présente une vue MEB (vue de face) de l'état d'une facette d'injection gravée de ces structures guidantes.

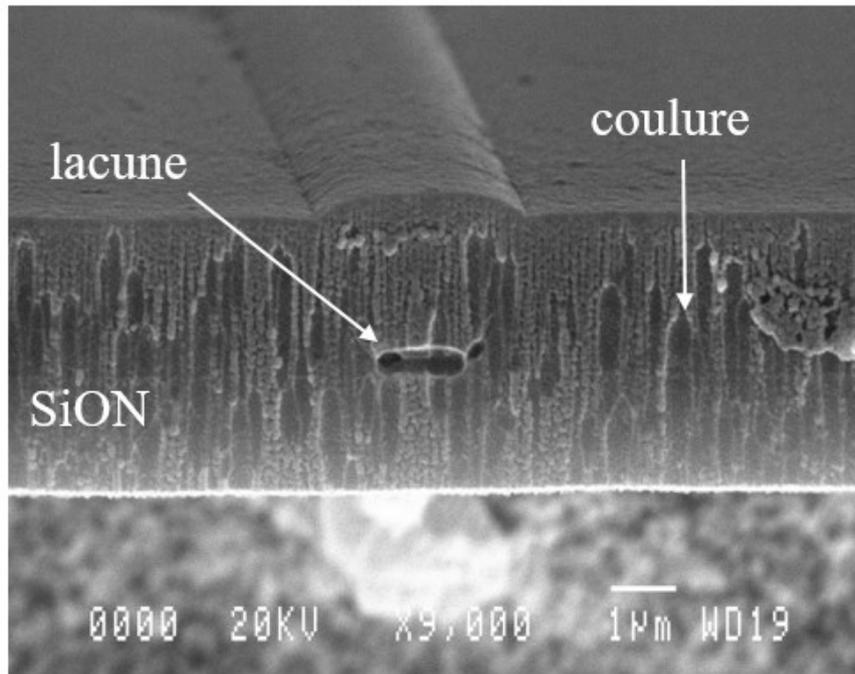


Figure 101 - Vue MEB (vue de face) de l'état d'une facette d'injection gravée d'un guide enterré. Les « coulures » mises en évidence après gravure ont été observées sur l'ensemble des facettes de la plaque réalisée.

La Figure 101 permet de mettre en évidence une lacune au niveau du cœur ainsi qu'une rugosité conséquente sur toute la facette. La principale raison de cette apparence de « coulures » semble provenir de la longue durée d'interaction (de plusieurs heures) entre le processus de gravure Bosch, la résine de protection et les couches de SiON.

Au fur et à mesure de la gravure complète du substrat en silicium, les faces avant et arrière de la résine de protection subissent une érosion progressive. Ces lacunes au niveau du cœur peuvent avoir un fort impact sur les pertes de nos guides, notamment sur la qualité du couplage optique.

4.3.3 Présentation des performances optiques des guides enterrés – Estimation des différentes pertes

Cette section vise à extraire les performances des structures et en particulier les niveaux de pertes par propagation et d'insertion aux différentes longueurs d'onde de fonctionnement, soit 532 nm, 633 nm, 760 nm, 808 nm et 1064 nm.

La première étape consiste en la mesure du spectre de transmission en polarisation de nos guides d'onde enterrés.

Un soin particulier a été apporté dans ces mesures en termes de reproductibilité en vue d'obtenir des données les plus rigoureuses possibles. A ce titre, la même mesure est répétée 5 fois pour chaque guide et ce, pour chaque longueur d'onde, espacées dans le temps, en prenant soin de démonter le montage entre deux mesures.

La Figure 102 démontre la fonctionnalité des guides enterrés et représente les pertes totales d'un guide aux deux modes de polarisation et ce, pour les quatre longueurs d'onde considérées.

Comme présenté dans la section 2.2.2.2-*Modélisation analytique du résonateur en anneau* du chapitre 2, les pertes totales correspondent à la somme des pertes par diffusion (majoritairement dues à la rugosité des flancs), les pertes par courbure (absentes dans le cas d'un guide droit) et des pertes par absorption.

La procédure de reproductibilité mise en place pour évaluer la stabilité et la robustesse de notre procédé a mis en évidence des variations du couplage de la lumière dans nos structures, qui peuvent être principalement liées à un mauvais alignement de la fibre avec l'entrée des guides.

A l'exception des mesures du mode TE à 532 nm et TM à 808 nm, nous remarquons que, dans la majorité des cas, ces variations de pertes par couplage sont négligeables au regard du niveau des pertes totales car elles restent inférieures à 1 dB/cm.

S'agissant des particularités observées à 532 nm et 808 nm, on constate une augmentation du niveau des pertes totales en mode TE et une forte variabilité des pertes totales en mode TM, que nous proposons de justifier par les éléments ci-après :

- S'agissant du mode TE se propageant à 532 nm, on constate une forte variabilité des pertes totales mesurées, qui peut s'expliquer à l'aide des simulations réalisées dans le chapitre 2. En effet, à cette longueur d'onde, le guide propage deux modes TE (TE_{00} et TE_{01}) et, expérimentalement, il reste difficile de séparer les deux contributions. Nous obtenons donc des pertes autour de 12 dB/cm et une moins bonne reproductibilité avec des variations de 3 dB/cm entre chaque mesure.
- Concernant le mode TM à 808 nm, les variations sont beaucoup plus importantes (~ 35 dB/cm). L'origine de ces fortes variations provient très probablement de notre système de sélection de la polarisation puisqu'il existe un écart important entre les pertes de propagation TE et TM. En effet, le système de sélection ne permet pas de supprimer totalement la polarisation résiduelle dans l'état complémentaire non sélectionné. Sachant que nos guides font environ 1 cm de longueur, nous obtenons une atténuation de 37 dB en sortie de nos guides d'onde à 808 nm. Le signal étant trop proche du seuil de bruit de notre système de détection, il reste donc difficile de correctement distinguer les modes TE et TM dans le guide d'onde.

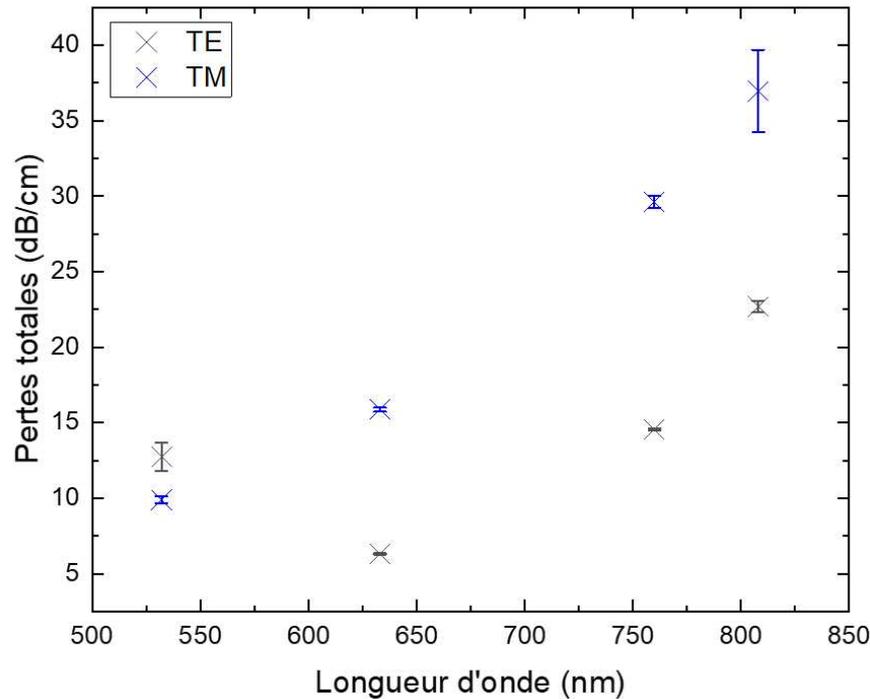


Figure 102 – Variations des pertes totales sur le premier mode TE et TM d'un guide d'onde de hauteur 200 nm et de largeur 1 μm à différentes longueurs d'onde (532 nm ; 633 nm ; 760 nm et 808 nm). Les barres d'erreur correspondent aux mesures de reproductibilité.

Nous avons ensuite effectué des mesures de pertes par la technique dite de « cutback », bien connue en optique intégrée. Cette méthode consiste à cliver la facette de sortie de nos échantillons plusieurs fois et d'effectuer des mesures de puissance optique, à chaque étape de clivage, correspondante donc à différentes longueurs de guide.

A minima, des guides présentant 5 longueurs différentes (4 étapes de clivage en plus de l'échantillon de départ) sont nécessaires pour estimer les pertes des guides d'onde avec un degré de confiance suffisant dans les résultats obtenus.

Elle est basée sur la comparaison de la transmission de guides de différentes longueurs, et permet de quantifier les différents types de pertes : pertes totales, pertes par propagation et pertes d'insertion.

Comme nous l'avons présenté dans la section 4.1.3.1 – *Méthodologie d'extraction du coefficient de transmission en polarisation* de ce chapitre, à partir des mesures des puissances optiques, il est possible de remonter aux pertes totales du guide d'onde en utilisant les équations suivantes :

$$Pertes\ totales\ [dB] = 10 \times \log(Transmission) \quad 35$$

$$Pertes\ totales\ [dB/cm] = \left| \frac{Pertes\ totales\ [dB]}{Longueur\ totale\ [cm]} \right| \quad 36$$

En représentant graphiquement les pertes totales en fonction de la longueur d'onde, les extractions suivantes sont possibles :

- Le coefficient directeur de la régression linéaire permet d'obtenir l'atténuation associée aux pertes par propagation.
- L'ordonnée à l'origine de la droite de régression linéaire correspond aux pertes d'un guide d'onde de longueur nulle, soit les pertes par insertion.

Comme nous l'avons indiqué dans les chapitres précédents, les pertes totales correspondent à la somme des pertes par propagation, essentiellement liées à l'absorption intrinsèque des matériaux (cœur et gaine), auxquelles doivent être ajoutées les pertes par rugosité (notamment des flancs du guide) ainsi que les pertes par insertion.

La Figure 103 présente l'ensemble des pertes d'un guide d'onde en considérant le premier mode TE.

- Les mesures démontrent que les pertes d'insertion sont à minima de 7 dB. Ces pertes sont importantes et sont essentiellement liées à l'état de surface des facettes des puces ainsi qu'aux pertes de couplage entre le mode de la fibre et le mode du guide d'onde.
- Les pertes qui prédominent ici (supérieures à 11 dB/cm) et que nous visons à minimiser par un design adéquat, la qualité et la maîtrise des paramètres des étapes de fabrication, correspondent aux pertes par propagation. Elles résultent de la somme des pertes par absorption des matériaux en présence formant le cœur et la gaine et des pertes par rugosité des flancs de nos guides. Par ailleurs, rappelons que nous avons sélectionné ce type de matériau car l'état de l'art montre qu'il présente de très faibles pertes dans le visible (< 1 dB/cm pour le SiON). Nous pouvons donc émettre l'hypothèse que la majorité de nos pertes sont dues à la rugosité des flancs des guides réalisés.

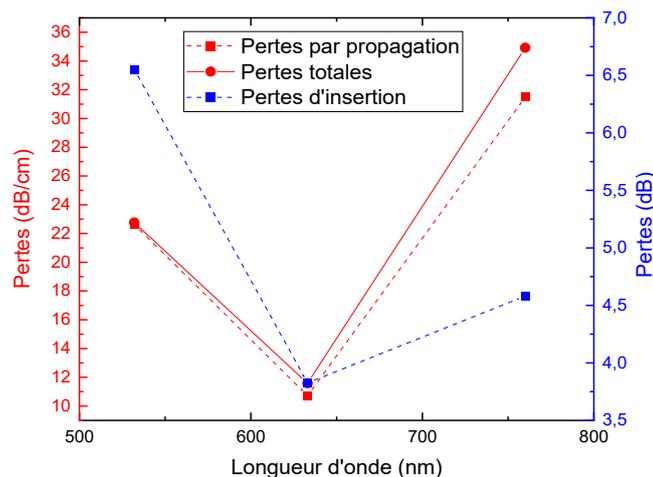


Figure 103 - Estimation des niveaux de pertes sur un premier mode TE d'un guide d'onde de hauteur 200 nm et de largeur 1 μ m. Les pertes totales, les pertes par insertion et les pertes par propagation ont été mesurées à 532 nm, 633 nm et 760 nm.

Les pertes par propagation présentent un minimum proche de 12dB/cm à 633 nm et sont très élevées à 532 et 760 nm, soit respectivement de l'ordre de 25 et 32dB.

Nous estimons que le niveau de pertes, obtenu à 532 nm, est lié à la multi-modalité du guide à cette longueur d'onde. A 633 nm, le guide ne propage qu'un seul mode TE bien confiné dans le cœur et présente donc moins de pertes par propagation (facteur de confinement de 65 %).

Les fortes pertes à 760 nm, en comparaison à celles à 633 nm, peuvent être justifiées par l'évolution de la taille du mode en fonction de la longueur d'onde. En effet, comme l'a montré *Y.A.Vlasov et al.* avec une étude à 1550 nm sur des guides d'onde en technologie Si sur SiO₂, de hauteur 220 nm et de largeur 445 nm [158], lorsque la longueur d'onde augmente, et ce jusqu'à la longueur d'onde de coupure (estimée à 1330 nm en d'après les simulations conduites dans le chapitre 2), le mode se déconfiné progressivement dans le cœur du guide. Par conséquent, au cours de la propagation, ce mode déconfiné interagit davantage avec les flancs des guides qui, sous l'effet d'une forte rugosité, augmente considérablement les pertes.

Pour valider cette hypothèse, un nouveau guide a été caractérisé sans utiliser la technique « cutback » au-delà de 760 nm et des mesures complémentaires ont été réalisées avec des sources Laser émettant à 808 nm et 1064nm.

La tendance présentée en Figure 104 confirme bien l'augmentation des pertes de propagation pour le premier mode TE après le minimum obtenu à 633 nm.

Ce guide a également été testé à 1064 nm mais aucune transmission n'a pu être caractérisée compte tenu du niveau très élevé des pertes. L'excès de rugosité des flancs de nos guides d'onde explique les fortes pertes relevées à 15 dB/cm à 532 nm et 25 dB/cm à 808 nm.

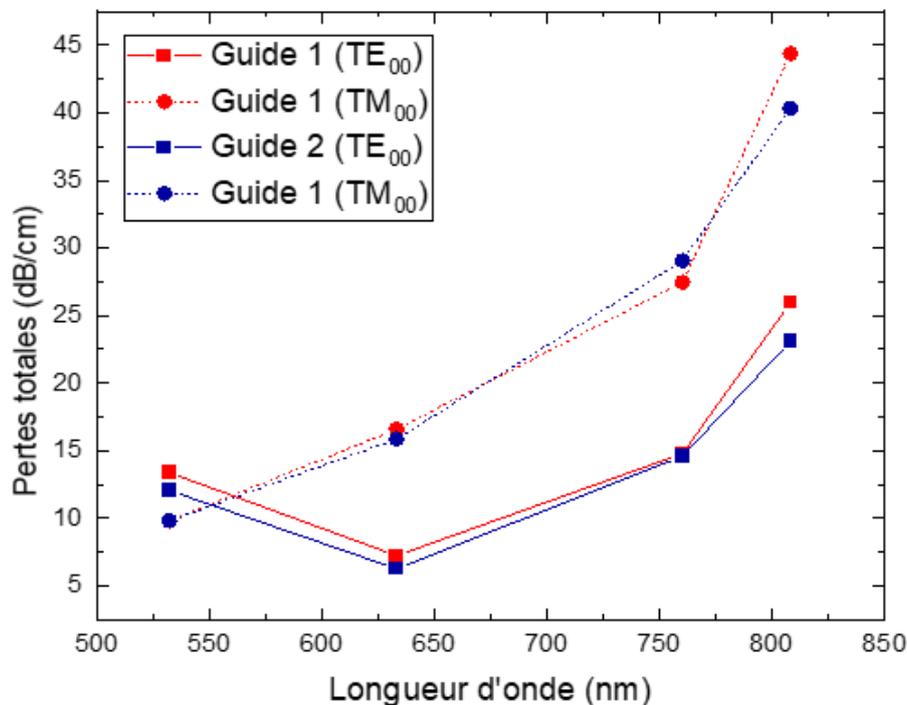


Figure 104 - Variations des pertes totales du premier mode TE et TM de deux guides d'onde différents mesurées à 532 nm, 633 nm, 760 nm et 808 nm.

Ce travail a permis de montrer que les données expérimentales sont en accord avec les résultats des modélisations qui ont été effectuées dans le chapitre 2, à savoir :

- A 532 nm, les pertes sont plus élevées en raison du comportement multimodal des guides.
- Nous observons un minima de pertes à 633 nm (6 dB/cm en TE₀₀ et 15 dB/cm en TM₀₀) et une augmentation des pertes par propagation aux longueurs d'onde supérieures (14 dB/cm en TE₀₀ et 27 dB/cm en TM₀₀ à 760 nm et 21 dB/cm en TE₀₀ et 34 dB/cm en TM₀₀ à 808 nm).
- Les simulations montrent une augmentation du facteur d'évanescence alors que la longueur d'onde augmente ($\Gamma_{\text{clad}}(\text{TE}_{00}) = 76 \%$ et $\Gamma_{\text{clad}}(\text{TM}_{00}) = 82 \%$ à 760 nm ; $\Gamma_{\text{clad}}(\text{TE}_{00}) = 80 \%$ et $\Gamma_{\text{clad}}(\text{TM}_{00}) = 86 \%$ à 808 nm) ; ce qui apparaît en cohérence avec nos prévisions concernant la réduction du confinement du mode et l'augmentation des pertes optiques.
- Toutefois, les limitations de notre banc de caractérisation associées à de tels niveaux de pertes ne permettent pas d'extraire des valeurs expérimentales au-delà de 808 nm.

Nous sommes parvenus à développer des guides d'onde à structure enterrée, opérant sur une large gamme spectrale. Ce point, qui peut faire l'objet d'un débat contradictoire, est conditionné à la capacité de notre système de détection à mesurer de faibles niveaux de puissance reçus. Pour exemple, à 808 nm, la puissance en sortie de nos guides est supérieure à 10 nW, donc détectable par la photodiode utilisée. **En conclusion et en l'absence (à notre connaissance) de standards associés, même en présence de très forts niveaux de pertes (> 20 dB/cm), la bande spectrale d'opération de nos guides est estimée à près de 270 nm en mode TE.**

Par la méthode de caractérisation optique dite « cutback », nous avons pu séparer la contribution des différentes pertes optiques et mettre en évidence l'effet significatif de la rugosité mais sans évaluation quantitative puisque la rugosité n'a pas été mesurée après chaque étape de fabrication de nos structures.

Nous pouvons, à présent, comparer nos performances avec l'état de l'art présenté dans le chapitre 1 (Figure 105 et le Tableau 13), dans le cas d'une propagation monomodale. Nous notons qu'il n'existe que peu de structures fonctionnant avec une large plage de fonctionnement dans le visible en utilisant la même structure.

Il serait tout à fait envisageable d'augmenter cette plage notamment vers les plus basses longueurs d'onde en réduisant la largeur de nos guides. A ce titre, de futurs travaux pourraient être réalisés à court terme en utilisant la lithographie à faisceau d'électrons pour arriver à atteindre des largeurs inférieures à 1 μm .

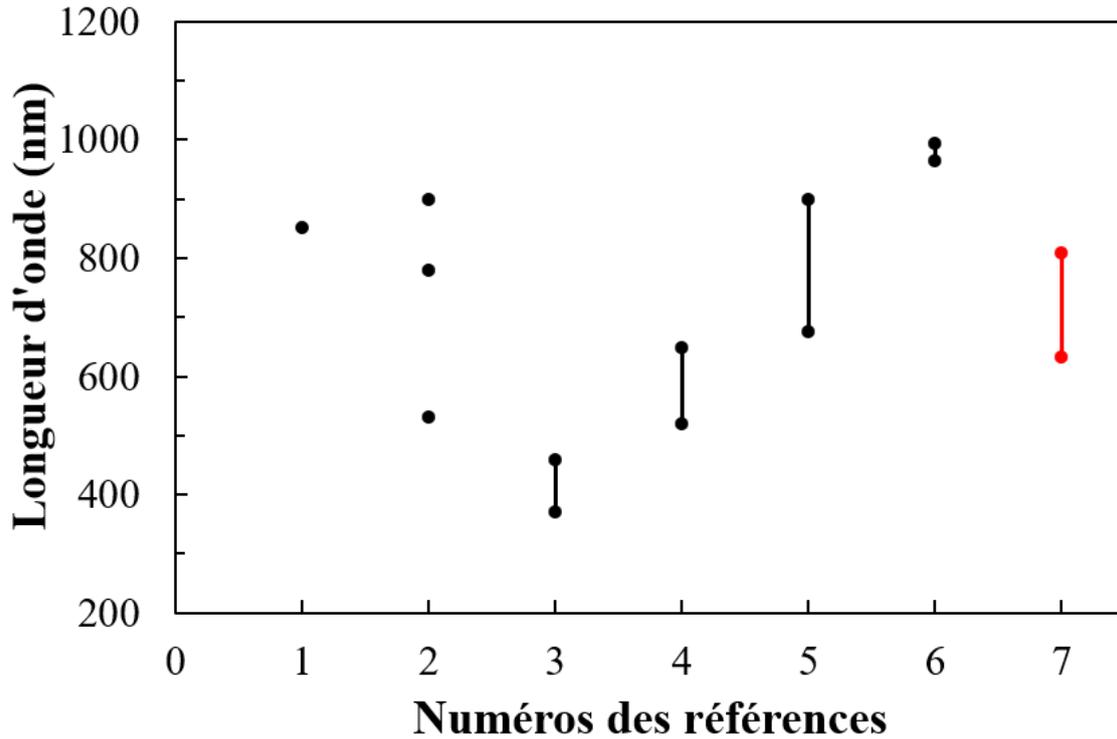


Figure 105 - Synthèse des bandes spectrales obtenues et publiées dans l'état de l'art par des structures guidantes monomode dans le domaine du visible.

Tableau 13 - Tableau de synthèse des articles présentant des structures guidantes monomode à large bande spectrale obtenue dans le domaine du visible.

Numéros	Références associées	Longueur d'onde (nm)	Dimensions des guides (Hauteur x largeur)	Matériaux
1	[81]	850	1,1 μm x 2,2 μm	SiON/SiO ₂
2	[80]	532 / 780 / 900	180 nm x 450 nm	Si ₃ N ₄ /SiO ₂
3	[77]	370 – 460	100 nm x 500 nm	AlN/SiO ₂
4	[12]	520 – 648	200 nm x 520 nm	SiN/SiO ₂
5	[78]	676 – 900		Ge/verre borosilicate
6	[79]	965 – 995	200 nm x 850 nm	SiN/SiO ₂
7	Notre structure guidante	633 – 808	200 nm x 1 μm	SiON/SiON

Par cette étude, nous montrons qu'il est donc possible de développer des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON » présentant un contraste d'indice optimisé (axe vertical de la structure guidante). Un guidage monomode a été obtenu sur une large plage spectrale, couvrant du visible au proche infrarouge (532 nm – 808 nm).

Conclusion

Ce chapitre de caractérisation des structures mises en œuvre a permis de compléter le travail de modélisation et de fabrication par des résultats de caractérisation quantitatifs.

Ce travail a nécessité l'optimisation d'un banc de caractérisation dédié et capable d'extraire des grandeurs optiques du visible au proche infrarouge. Des informations détaillées sur les stratégies de caractérisation sont données, telles que l'extraction du coefficient de transmission en polarisation et en longueur d'onde.

Notre banc de caractérisation est équipé d'un système de polarisation adapté aux différentes longueurs d'onde, ce qui nous permet d'exciter un seul mode dans la fibre d'injection microlentillée. Ce système permet d'extraire, à travers les différentes structures guidantes, les coefficients de transmission en fonction de l'état de polarisation (TE ou TM). De plus, l'utilisation d'une source laser dotée d'une technologie permettant à la fois le contrôle de la puissance et de la longueur d'onde donne la capacité d'extraire des spectres de transmission en fonction de la longueur d'onde. Cette technique est relativement simple à mettre en œuvre tout en restant efficace et bas coût.

Dans ce chapitre, l'objectif a consisté à évaluer la faisabilité de détection en milieu liquide, dans le domaine du visible, de deux structures identiques sur le plan de l'architecture technologique, utilisant des guides « ruban », mais basées sur des matériaux différents (PMMA/SiO₂ poreux et SiN/SiO₂).

Deux types de détection ont été envisagées pour mesurer des variations sur l'indice effectif de la couche de superstrat (l'eau désionisée dans notre cas) : la détection de glucose pour mesurer un décalage des raies du spectre de transmission et la détection de sulfo-cyanine 7 pour mesurer une variation d'intensité des raies de résonance à une longueur d'onde donnée.

Cependant, les difficultés technologiques rencontrées ne nous ont pas permis d'effectuer des mesures de détection de la sulfo-cyanine 7 par spectroscopie d'absorption au cours de cette étude. Notre priorité s'est donc concentrée sur la faisabilité de détection du glucose au moyen de la mesure du décalage du spectre de transmission et la comparaison des performances extraites (sensibilité et limite de détection) avec l'état de l'art du domaine.

Dans un premier temps, notre évaluation a porté sur les transducteurs optiques à base de microrésonateur en anneau en PMMA. Nos caractérisations optiques ont démontré de bonnes performances : un facteur de qualité proche de 10⁴ et un contraste de 10 dB.

La démonstration des capacités de détection a été réalisée sous différentes concentrations de glucose dissout dans l'eau désionisée (régime statique). Une sensibilité de 257 nm/RIU ainsi qu'une limite de détection de 10⁻⁴ RIU ont été obtenues à 760 nm avec un guide de 1 × 0,25 μm² fabriqué par photolithographie conventionnelle. A date, elles sont tout à fait comparables à l'état de l'art.

S'agissant des structures réalisées en matériaux inorganiques (SiN), nous avons pu mettre en évidence des problèmes rencontrés lors de la fabrication, et notamment sur la partie de gravure des facettes. Nous avons observé une détérioration des flancs des puces mais également des guides d'onde en surface où des ruptures de continuité ont été mises en évidence. A cela s'ajoute un lot de puces où la résine photosensible n'a pas été complètement retirée, confirmant l'hypothèse d'une mauvaise maîtrise de la dernière étape de gravure des facettes.

Par ailleurs, l'absence d'une étape de planarisation de nos structures guidantes (guides « ruban ») dans le design des microrésonateurs ne nous a pas autorisé une capacité de détection en environnement microfluidique (régime dynamique). A ce titre, un couplage vertical entre le guide « bus » et l'anneau pourrait être une voie à envisager car elle n'exposerait que l'anneau à l'analyte à analyser et éviterait le couplage de potentiels effets indésirables.

Ce chapitre a également permis de mettre en place un protocole afin d'étudier la bande spectrale de guides d'onde enterrés, réalisés en technologie « full SiON ». Nous avons pu estimer la contribution des différents niveaux de pertes susceptibles d'affecter les performances de nos structures.

En conclusion et en l'absence (à notre connaissance) de standards associés, même en présence de très forts niveaux de pertes ($> 20\text{dB/cm}$), la bande spectrale d'opération de nos guides est estimée à près de 270 nm en mode TE. Par ailleurs, des effets « atypiques », tels que la multimodalité apparaissant à 532 nm ou la disparité des niveaux de pertes entre les modes TE et TM à 808 nm, ont été justifiés.

Des points d'amélioration dans le procédé de fabrication n'ont pas permis d'obtenir les performances prédites par les modélisations. Nous sommes par ailleurs conscients que les pertes obtenues par nos structures, liées principalement à la rugosité des motifs, ne permettent pas de nous situer à l'état de l'art. Néanmoins, la bande passante de nos guides d'onde, couvrant du visible au proche-IR, est prometteuse et, à ce titre, des propositions de corrections technologiques sont détaillées dans la conclusion générale et les perspectives associées.

Conclusion générale

Cette thèse, financée par le programme « Doctorat international » de l'IdEx Bordeaux, s'est déroulée en codirection et cotutelle entre le laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS – Université de Bordeaux, UMR CNRS, France) et l'IRL Nanotechnologies et Nanosystèmes (LN2 – Université de Sherbrooke, CNRS, Canada), et s'appuie sur leur expérience dans le domaine.

Elle s'inscrit également dans un programme de recherche initié par le laboratoire IMS depuis 2015, en collaboration avec le LN2. Ce programme vise à développer des dispositifs de guidage en optique intégrée opérant dans le domaine du visible et capables d'être hybridés avec des dispositifs réalisés par d'autres techniques de fabrication, telles que la fabrication additive assistée par faisceau laser. Elle fait suite à deux thèses soutenues à l'IMS (F. MEZIANE, 2012-2015 et M. DIEZ-GARCIA, 2015-2018) et à une thèse menée en cotutelle entre les deux unités (R. ROBLES, 2017-2022).

Cette étude visait à mettre en œuvre des dispositifs de guidage pour deux applications :

- D'une part, des résonateurs en anneau à base de polymères et de SiN pour la détection en volume de molécules spécifiques en milieu liquide, en prenant appui sur la perturbation du champ évanescent en surface du dispositif ;
- D'autre part, des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON », fonctionnant sur une large bande spectrale dans le visible (> 100 nm).

La collaboration entre le laboratoire IMS et le LN2 a permis le développement de ces structures en considérant trois grands axes complémentaires : modélisation, fabrication et caractérisation.

Les contributions majeures de ce travail sont les suivantes :

- La comparaison des différents algorithmes développés pour modéliser la propagation d'une onde électromagnétique dans un guide ;
- La modélisation de guide d'onde en vue d'obtenir une propagation monomode et un maximum de taux de champ évanescent en interaction avec l'analyte ;
- L'optimisation de la structure microrésonateur pour maximiser la sensibilité du dispositif de détection par spectroscopie d'absorption ;
- La modélisation d'un guide d'onde enterré, fabriqué à partir d'un matériau unique, avec pour objectif d'augmenter sa plage spectrale d'opération tout en conservant la même structure ;
- Le développement d'un procédé de microfabrication complet pour des guides d'onde en polymères sur une couche de silice poreuse et à base de SiN sur une couche de SiO₂ ;
- Le développement d'un procédé complet de microfabrication pour des guides d'onde enterrés, utilisant un matériau unique (SiON) et avec une variation contrôlée d'indice de réfraction optique ;
- La fabrication complète des différentes structures optiques modélisées ;

- Le développement d'un banc optique de caractérisation fonctionnant à des longueurs d'onde du visible ;
- La détection de glucose avec les dispositifs à base du PMMA ;
- La démonstration d'une bande spectrale de près de 270 nm en mode TE présentée par les guides enterrés mis en œuvre en technologie « full SiON ».

Une mise en contexte du projet de recherche a fait l'objet d'un premier volet de cette thèse. Nous avons effectué de brefs rappels sur la propagation d'une onde guidée et différentes architectures de guide d'onde, développées pour des applications de détection et présentées dans l'état de l'art, ont ensuite été détaillées.

Cette thèse visait à démontrer concrètement la faisabilité d'une structure photonique intégrée permettant la spectroscopie d'absorption dans le domaine du visible. Selon la revue bibliographique, les guides de type « ruban » semblent être les mieux adaptés à nos objectifs, offrant une structure robuste, reproductible et réutilisable. De plus, leurs faibles pertes par diffusion, soulignées dans la littérature, devraient garantir de bonnes performances. Toutefois, leur faible sensibilité nécessite leur utilisation avec une structure qui accroît l'interaction avec le milieu à sonder.

Dans ce cadre, la structure de résonateur en anneau à base de guides « ruban » a été privilégiée. Ce type de dispositifs a donc été fabriqué à partir de deux guides « ruban » identiques, avec un guide droit et un guide fermé sur lui-même en anneau.

De telles structures ont été développées en considérant de deux types de matériau en vue de comparer leurs capacités de détection en volume : les matériaux polymères et les matériaux inorganiques.

Dans le prolongement de la description des structures à base de matériaux inorganiques, nous avons étudié la possibilité de réaliser des guides d'onde fonctionnant sur toute la plage spectrale du visible à partir d'un unique matériau : le SiON. Les guides enterrés ont été retenus. Ces guides sont recouverts d'une couche d'un même matériau pour la couche de confinement et la couche de substrat.

Le deuxième volet s'est focalisé sur la modélisation de l'ensemble de ces structures. En utilisant un guide « ruban », retenu comme structure de référence car largement utilisée dans l'état de l'art, une comparaison des performances de divers algorithmes couramment utilisés pour simuler la propagation d'une onde électromagnétique dans un guide d'onde, a été entreprise.

Le choix de nos « métriques » s'est porté sur l'indice effectif et le taux de champ évanescent des premiers modes optiques se propageant dans un guide d'onde (TE₀ et TM₀). Au final :

- La méthode FDM a été retenue pour les cartographies modales de taux de champ évanescent généré par nos structures guidantes ;
- La méthode FMM a été privilégiée pour l'étude de la propagation dans les guides droits et courbés.

Nous avons ensuite modélisé nos guides d'onde en considérant différents indices de réfraction optique des matériaux en présence et différentes dimensions.

Les performances des dispositifs de détection à base de résonateur sont principalement dépendantes de celles des guides d'onde.

- Pour les dispositifs à base de polymères, nous avons choisi de réaliser le cœur des guides en PMMA ($n_{\text{PMMA}} = 1,49$ à 760 nm) sur une couche de confinement en silice poreuse d'épaisseur 5 μm ($n_{\text{SiO}_2\text{ poreux}} = 1,2$ à 760 nm). Ce cœur est de forme rectangulaire, de largeur fixe égale à 1 μm et de différentes hauteurs : 250 nm ; 300 nm et 500 nm. La couche de silice poreuse permet d'obtenir un guide d'onde de type "*reverse-symmetry*", ce qui se traduit par une plus grande pénétration du champ évanescent dans le superstrat, et donc une amélioration de la sensibilité de détection.
- Pour les dispositifs à base de matériaux inorganiques, le cœur des guides est en SiN ($n_{\text{SiN}} = 1,9$ à 760 nm) sur une couche de confinement de SiO₂ d'épaisseur 2,5 μm ($n_{\text{SiO}_2} = 1,46$ à 760 nm). Ce cœur est de forme rectangulaire, de hauteur fixe égale à 300 nm et présentant des largeurs différentes : 250 nm ; 350 nm ; 400 nm ; 500 nm et 800 nm.

A travers l'exploration des propriétés des divers matériaux, nous avons cherché à maximiser la sensibilité pour la détection par spectroscopie d'absorption. Un protocole d'optimisation de nos dispositifs de détection en vue de démontrer la faisabilité de cette technique de détection a été développé. Ce protocole a été présenté en utilisant exclusivement les guides de type « ruban » à base de SiN, dans un souci d'allègement du manuscrit.

Malgré tout, nous l'avons ensuite appliqué à la fois aux structures en polymères et en SiN afin de les dimensionner. Ainsi, pour chaque configuration de guide, nous avons pu choisir un gap et un rayon de courbure appropriés, dans le but de maximiser les performances de ces dispositifs de détection, tout en restant réalisables par les techniques de fabrication mises à disposition au sein du LN2.

A partir des modélisations, nous avons présenté un exemple de comparaison avec d'autres structures présentées dans la bibliographie pour envisager une capacité de détection en milieu liquide dans le domaine du visible : un guide d'onde droit de longueur égale à deux fois le rayon de l'anneau du microrésonateur et une spirale d'Archimède.

Après une analyse des résultats, nous avons identifié la zone d'intérêt où le microrésonateur affiche une sensibilité optimale pour la détection par spectroscopie d'absorption, surpassant ainsi la sensibilité des deux autres structures.

La modélisation des guides large bande spectrale a également fait l'objet d'une étude approfondie. Nous avons mis en lumière les zones où les guides d'onde enterrés permettent une propagation monomodale aux différentes longueurs d'onde de caractérisation : 532 nm, 633 nm et 760 nm.

Un protocole de fabrication en technologie « full SiON » de guides de 1 μm de largeur et 200 nm de hauteur ($n_{\text{cœur}}=1,6$ à 760 nm) a été décrit. Une ingénierie de contraste d'indice a été réalisée portant notamment sur un contrôle de la variation d'indice de réfraction optique entre les couches de cœur et de gaine. Une épaisseur de gaine de 2 μm , positionnée au-dessus et en-

dessous du cœur ($n_{\text{sup}} = n_{\text{cf}} = 1,5$ à 760 nm), est utilisée pour enterrer le cœur et obtenir un fort facteur de confinement du mode guidé (41 % à 532 nm, 39 % à 633 nm et 13 % à 760 nm).

Le troisième volet a abordé le développement des procédés de fabrication en salle blanche du LN2. Dans un premier temps, les outils mis à disposition et leur fonctionnement ont été détaillés. Nous avons décrit les matériaux utilisés ainsi que les techniques de développement utilisées. Les techniques de lithographie disponibles sont présentées, en particulier la lithographie optique et faisceau d'électrons.

La première partie de ce volet a été conclue par les techniques de transfert des motifs par retrait de matériau. Les étapes de réalisation technologique sont décrites pour chaque structures :

- Les dispositifs de détection en PMMA et SiN en premier lieu ;
- Les guides d'onde enterrés en technologie « full SiON » dans un second temps.

Le dernier volet a abordé la caractérisation optique des différentes structures mises en œuvre. La première partie a présenté le banc optique de caractérisation en débutant par les sources optiques utilisées, ainsi que la méthodologie d'extraction des coefficients de transmission. La deuxième partie s'est attachée à l'analyse de données des différentes structures.

Dans ce travail, nous avons réussi à proposer des microrésonateurs en polymères sur silice poreuse fonctionnant dans le domaine visible. La caractérisation optique des microrésonateurs a démontré une limite de détection proche de 10^{-4} RIU pour les différentes hauteurs de guide et nous avons mis en évidence que les dimensions des dispositifs impactent significativement la sensibilité intrinsèque : 257 nm/RIU pour un guide de $1 \times 0,25 \mu\text{m}^2$; 212 nm/RIU pour un guide de $1 \times 0,3 \mu\text{m}^2$ et 120 nm/RIU pour un guide de $1 \times 0,5 \mu\text{m}^2$.

Par ailleurs, la sensibilité est également fortement dépendante du taux de champ évanescent, démontrant ainsi la capacité de détection en volume de nos structures : 55 % pour le guide de dimension de $1 \times 0,25 \mu\text{m}^2$ et 19 % pour le guide de $1 \times 0,5 \mu\text{m}^2$, en présence de glucose dissout dans de l'eau désionisée. Ces performances ont été comparées avec l'état de l'art et nous avons pu montrer que ce type de dispositifs présente des résultats prometteurs pour une détection de la partie réelle de l'indice effectif.

En revanche, une démonstration expérimentale identique avec les structures à base de SiN n'a pas pu être effectuée ; l'étape critique restant la gravure des facettes que nous n'avons pas réussie à optimiser dans le cadre de cette thèse.

S'agissant des guides d'onde enterrés en technologie « full SiON », nous notons une détérioration similaire en utilisant le même processus de gravure des facettes que les structures en SiN. Malgré tout, nous sommes parvenus à développer des structures opérant sur une large gamme spectrale. Ce point, qui peut faire l'objet d'un débat contradictoire, est conditionné à la capacité de notre système de détection à mesurer de faibles niveaux de puissance reçues. Pour exemple, à 808 nm, la puissance en sortie de nos guides est supérieure à 10 nW, donc détectable par la photodiode utilisée. En conclusion et en l'absence (à notre connaissance) de standards

associés, même en présence de très forts niveaux de pertes ($> 20\text{dB/cm}$), la bande spectrale d'opération de nos guides est estimée à près de 270 nm en mode TE.

Cette plage de fonctionnement reste inférieure à celle estimée par modélisations, mais le protocole de mesures a permis de mettre en évidence la contribution des pertes impactant nos structures. Nous présentons de pertes totales de 12 dB/cm à 532 nm, 6 dB/cm à 633 nm, 14 dB/cm à 760 nm et 21 dB/cm à 808 nm pour le mode TE_{00} .

Les mesures ont mis en lumière que les pertes par insertion sont inférieures à 7 dB. Les pertes prédominantes sont les pertes par propagation, qui correspondent à la somme des pertes par absorption du matériau et des pertes par rugosité des flancs de nos guides.

Les différentes couches guidantes ont été préalablement mesurées à l'ellipsomètre afin de vérifier que les pertes par absorption peuvent être négligées aux longueurs d'onde du visible. Nous pouvons donc émettre l'hypothèse que la majorité des pertes est liée à la rugosité des flancs de nos guides.

De plus, l'impact d'effets « atypiques » a été mis en avant, tels que la multimodalité apparaissant à 532 nm ou la disparité des niveaux de pertes entre les modes TE et TM à 808 nm.

Nous sommes conscients que les pertes obtenues par nos structures ne permettent pas de nous comparer à l'état de l'art actuel. Néanmoins, la bande passante de nos guides d'onde, couvrant du visible au proche-IR, est prometteuse et une amélioration du procédé de fabrication permettra d'élargir la plage spectrale de ces guides.

Perspectives

À l'issue de ces travaux, des perspectives sont proposées pour les différents axes étudiés. Celles-ci sont listées dans cette section en considérant les axes de modélisation/simulation, microfabrication et caractérisation.

- **Perspectives en modélisation/simulation :**

- Modélisation de coupleurs à réseaux (« *Grating coupler* » en anglais) : Afin d'éviter la dépendance vis-à-vis de la gravure des facettes, l'utilisation de coupleurs à réseaux doit être envisagée à court terme, comme cela a déjà été réalisé dans la thèse de M. DIEZ-GARCIA [4]. Néanmoins, la difficulté réside dans la modélisation et la fabrication d'un dispositif avec un pas de réseau (*gratings coupler*) de dimensions inférieures à la longueur d'onde d'utilisation. La modélisation de ce système est réalisable par la méthode FDM et la fabrication a déjà été démontré à 532 nm [4].
- Mise en œuvre d'un couplage vertical entre le guide « bus » et l'anneau des capteurs à base de microrésonateur [97]. Cette configuration devrait permettre une meilleure qualité du couplage optique entre le guide « bus » enterré et le résonateur, puisque le gap vertical est contrôlé par le dépôt du matériau et par la gravure sèche. De plus, la qualité du couplage est peu sensible au désalignement entre deux guides d'onde et au parallélisme entre deux surfaces alignées verticalement. En outre, cela doit permettre de garantir un niveau suffisant d'herméticité puisque la cellule microfluidique serait déposée sur une surface plane minimisant ainsi le contact avec les guides d'onde.

- **Perspectives en fabrication :**

- Rugosité des flancs du guide d'onde : Dans le cas des guides enterrés, nous avons prouvé que les sources principales de pertes optiques proviennent de la rugosité des flancs. Une attention particulière devra donc être portée lors de cette étape. L'utilisation de polissage mécano-chimique (de l'anglais CMP pour « *Chemical mechanical polishing* ») peut être envisagée pour réduire les pertes de rugosité sur le dessus des guides, comme le montre l'article de G. Craciun *et al.* [159]. L'utilisation d'un processus de fabrication de guide réalisé par lithographie sous faisceau d'électrons pourrait également être une solution pertinente.
- Les facettes des puces et le couplage fibre-puce : Le procédé de gravure à grand nombre de cycles, utilisé lors de nos travaux, présente l'avantage de découper verticalement toute l'épaisseur du substrat mais détériore l'état des facettes des guides. Nous avons également relevé cet axe d'amélioration pour les capteurs en SiN, conforté par les résultats de R. Marchetti *et al.* [160], qui met en évidence l'influence de la température sur la gravure des facettes.
Il serait ainsi possible d'obtenir des taux de gravure plus élevés, des parois plus lisses et l'absence de contamination par le polymère en réalisant des gravures cryogéniques ainsi qu'en limitant la profondeur de la gravure à une centaine de μm et, de fait, le nombre de cycles.

- Une autre voie serait d'optimiser le couplage optique entre la fibre et le guide par un module spécifiquement dédié par la tranche ou hors-plan, tel un convertisseur de mode SSC ou un coupleur vertical GC (respectivement pour « *Spot Size Converter* » et « *Grating Coupler* ») [161].

- **Perspectives en caractérisation :**

- Utilisation d'un système polarimétrique : L'utilisation d'un système pour vérifier l'état de polarisation en sortie des structures semble nécessaire pour garantir une sélection efficace de la polarisation de la lumière injectée dans nos structures. Une sphère de Poincaré semble être l'outil adéquat car l'état de polarisation pourrait être cartographié à l'aide de deux valeurs angulaires.
- Utilisation de fibres optimisées aux longueurs d'onde d'utilisation : Nous avons mentionné que les fibres utilisées par notre banc optique sont optimisées pour 633 nm. La fibre restera monomode si les longueurs d'onde utilisées sont supérieures à la longueur d'onde de coupure. Dans notre cas, la longueur d'onde de coupure étant proche de 633 nm, il est possible que des modes d'ordre supérieur soient donc injectés à 532 nm.

Production scientifique en lien avec la thèse

Liste des communications

1) **Théo Rouanet**, Régis Robles, Pauline Girault, Guillaume Beaudin, Simon Joly, Laurent Oyhenart, Michael Canva, Paul G. Charette et Laurent Bechou « *Absorption spectroscopy using silicon nitride based optical microresonator for water pollutants detection* », 24th Photonics North Conference, Niagara Falls, Canada, Mai 2022 (ORAL).

2) **Théo Rouanet**, Régis Robles, Pauline Girault, Guillaume Beaudin, Simon Joly, Laurent Oyhenart, Michael Canva, Laurent Bechou et Paul G. Charette « *Modélisation d'un microrésonateur intégré en SiN pour la détection de polluants de l'eau par spectroscopie d'absorption* », Optique Nice 2022, Nice, France, Juillet 2022 (POSTER).

Liste des publications

Pauline Girault, Laurent Oyhenart, **Théo Rouanet**, Simon Joly, Guillaume Beaudin, Michael Canva, Laurent Bechou et Paul G. Charette “*Influence of losses, device size, and mode confinement on integrated micro-ring resonator performance for absorption spectroscopy using evanescent field sensing*”, Publié dans Journal of Lightwave Technology (JLT Volume : 41, 01 March 2023).

Bibliographie

- [1] J. Garcia-Marquez et S. Topsis, « Les communications par lumière visible : Le Li-Fi », *Photoniques*, n° 86, p. 22-24, mai 2017, doi: 10.1051/photon/20178622.
- [2] F. Meziane, « Etude de microrésonateurs optiques polymères en anneaux en vue de leur intégration sur une plateforme de microfluidique digitale : application à la détection d'ions métalliques de Cr (VI) dans l'eau », Université Sciences et Technologies - Bordeaux 1. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01312184>
- [3] F. Meziane *et al.*, « Study of a polymer optical microring resonator for hexavalent chromium sensing », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 209, p. 1049-1056, mars 2015, doi: 10.1016/j.snb.2014.11.101.
- [4] P. M. Diez, « Patterning and characterization of polymer nanostructures for optical biosensing », Université Sciences et Technologies - Bordeaux 1.
- [5] M. Diez *et al.*, « Direct patterning of polymer optical periodic nanostructures on CYTOP for visible light waveguiding », *Opt. Mater.*, vol. 82, p. 21-29, août 2018, doi: 10.1016/j.optmat.2018.05.035.
- [6] R. Robles, « Conception, fabrication et caractérisation de structures de guidage en optique intégrée pour le domaine visible ».
- [7] B. Jalali et S. Fathpour, « Silicon Photonics », *J. Light. Technol.*, vol. 24, n° 12, p. 4600-4615, déc. 2006, doi: 10.1109/JLT.2006.885782.
- [8] A. Debray et J.-L. Malinge, « Silicon Photonics - From Technologies to Markets ». 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://s3.i-micronews.com/uploads/2021/05/YINTR21175-Silicon-Photonics-2021-Sample.pdf>
- [9] J. Poon, « Integrated Photonics on Silicon for the Visible Spectrum ».
- [10] G. Testa, G. Persichetti, P. M. Sarro, et R. Bernini, « A hybrid silicon-PDMS optofluidic platform for sensing applications », *Biomed. Opt. Express*, vol. 5, n° 2, p. 417, févr. 2014, doi: 10.1364/BOE.5.000417.
- [11] R. J. Niffenegger *et al.*, « Integrated multi-wavelength control of an ion qubit », *Nature*, vol. 586, n° 7830, p. 538-542, oct. 2020, doi: 10.1038/s41586-020-2811-x.
- [12] W. D. Sacher *et al.*, « Visible-light silicon nitride waveguide devices and implantable neurophotonic probes on thinned 200 mm silicon wafers », *Opt. Express*, vol. 27, n° 26, p. 37400, déc. 2019, doi: 10.1364/OE.27.037400.
- [13] X. Guo *et al.*, « Ultra-wideband integrated photonic devices on silicon platform: from visible to mid-IR », *Nanophotonics*, vol. 12, n° 2, p. 167-196, févr. 2023, doi: 10.1515/nanoph-2022-0575.
- [14] F. Boeuf, S. Cremer, E. Temporiti, et M. Fere, « Recent Progress in Silicon Photonics R&D and Manufacturing on 300mm Wafer Platform ».
- [15] L. Eldada et L. W. Shacklette, « Advances in polymer integrated optics », *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 6, n° 1, p. 54-68, janv. 2000, doi: 10.1109/2944.826873.
- [16] A. Maalouf, « Contribution à l'étude des procédés de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères ».
- [17] H. Ma, A. K.-Y. Jen, et L. R. Dalton, « Polymer-Based optical waveguides : Materials, Processing, and Devices », *Adv. Mater.*, vol. 14, n° 19, p. 1339-1365, oct. 2002.
- [18] I. Assaïd, « Matériaux et technologies de photoinscription de guides optiques en polymère ».
- [19] « SU-8 datasheet microchem ».
- [20] Y. Sanogo, « Conception et fabrication de capteurs et de leur technique d'interrogation pour des applications dans les domaines de la santé et de l'environnement ».
- [21] C. Delezoide, « Polymer microring resonators for optofluidic evanescent field sensors ».
- [22] D. Chauvin, « Réalisation d'un capteur optofluidique à champ évanescent à base de microrésonateurs polymères pour la détection ultrasensible d'espèces (bio)chimiques à haute toxicité », p. 265.

- [23] N. Cennamo, D. Massarotti, L. Conte, et L. Zeni, « Low Cost Sensors Based on SPR in a Plastic Optical Fiber for Biosensor Implementation », *Sensors*, vol. 11, n° 12, p. 11752-11760, déc. 2011, doi: 10.3390/s111211752.
- [24] Y. Zhang, Y. Sun, L. Cai, Y. Gao, et Y. Cai, « Optical fiber sensors for measurement of heavy metal ion concentration: A review », *Measurement*, vol. 158, p. 107742, juill. 2020, doi: 10.1016/j.measurement.2020.107742.
- [25] F. Bokeloh, O. Soppera, K. Haupt, et C. Ayela, « Optical Fiber-Based Polymer Microcantilever for Chemical Sensing: A Through-Fiber Fabrication Scheme », *ACS Sens.*, vol. 8, n° 5, p. 1912-1917, mai 2023, doi: 10.1021/acssensors.2c02560.
- [26] D. K. C. Wu, B. T. Kuhlmeier, et B. J. Eggleton, « Ultrasensitive photonic crystal fiber refractive index sensor », p. 3.
- [27] V. Chabot, C. M. Cuerrier, E. Escher, V. Aimez, M. Grandbois, et P. G. Charette, « Biosensing based on surface plasmon resonance and living cells », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 24, n° 6, p. 1667-1673, févr. 2009, doi: 10.1016/j.bios.2008.08.025.
- [28] B. Liedberg, C. Nylander, et I. Lunström, « Surface plasmon resonance for gas detection and biosensing », *Sens. Actuators*, vol. 4, p. 299-304, janv. 1983, doi: 10.1016/0250-6874(83)85036-7.
- [29] R. B. M. Schasfoort et A. J. Tudos, Éd., *Handbook of Surface Plasmon Resonance*, 1 édition. Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry, 2008.
- [30] N. J. Tao, S. Boussaad, W. L. Huang, R. A. Arechabaleta, et J. D'Agnese, « High resolution surface plasmon resonance spectroscopy », *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 70, n° 12, p. 4656-4660, déc. 1999, doi: 10.1063/1.1150128.
- [31] S. Wang, E. S. Forzani, et N. Tao, « Detection of Heavy Metal Ions in Water by High-Resolution Surface Plasmon Resonance Spectroscopy Combined with Anodic Stripping Voltammetry », *Anal. Chem.*, vol. 79, n° 12, p. 4427-4432, juin 2007, doi: 10.1021/ac0621773.
- [32] M. C. Estevez, M. Alvarez, et L. M. Lechuga, « Integrated optical devices for lab-on-a-chip biosensing applications: Integrated optical biosensors », *Laser Photonics Rev.*, vol. 6, n° 4, p. 463-487, juill. 2012, doi: 10.1002/lpor.201100025.
- [33] P. Girault, « Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs », Université de Rennes 1, Université de Rennes 1, 2016. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02384939v2>
- [34] S. E. Miller, « Integrated optics : an introduction », *Bell Syst. Tech. J.*, vol. 48, n° 7, p. 2059-2069, sept. 1969.
- [35] D. A. Miller, « Silicon photonics: Meshing optics with applications », *Nat. Photonics*, vol. 11, n° 7, p. 403-404, 2017.
- [36] D. Fleisch, *A Student's Guide to Maxwell's Equations*, 1 édition. Cambridge, UK ; New York: Cambridge University Press, 2008.
- [37] K. Kawano et T. Kitoh, *Introduction to Optical Waveguide Analysis: Solving Maxwell's Equation and the Schroedinger Equation*, 1^{re} éd. Wiley-Interscience, 2001.
- [38] R. G. Hunsperger, *Integrated Optics: Theory and Technology*, 6th ed. 2009 édition. New York ; London: Springer, 2009.
- [39] X. Fan, I. M. White, S. I. Shopova, H. Zhu, J. D. Suter, et Y. Sun, « Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review », *Anal. Chim. Acta*, vol. 620, n° 1-2, p. 8-26, juill. 2008, doi: 10.1016/j.aca.2008.05.022.
- [40] A. Schimpf, « Réalisation d'un capteur intégré optique et microfluidique pour la mesure de concentration par effet photothermique ».
- [41] P. Neutens *et al.*, « Waveguide-based absorption measurement system for visible wavelength applications », *Biomed. Opt. Express*, vol. 12, n° 4, p. 2041, avr. 2021, doi: 10.1364/BOE.418264.
- [42] A. Nitkowski, A. Baeumner, et M. Lipson, « On-chip spectrophotometry for bioanalysis using microring resonators », *Biomed. Opt. Express*, vol. 2, n° 2, p. 271, févr. 2011, doi: 10.1364/BOE.2.000271.
- [43] N. Koumpai, P. Limswan, X. Le Roux, L. Vivien, D. Marris-Morini, et P. Chaisakul, « Analysis of Si3N4 waveguides for on-chip gas sensing by optical absorption within the mid-infrared region

- between 2.7 and 3.4 μm », *Results Phys.*, vol. 16, p. 102957, mars 2020, doi: 10.1016/j.rinp.2020.102957.
- [44] N. Daldosso *et al.*, « Fabrication and optical characterization of thin two-dimensional Si₃N₄ waveguides », *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 7, n° 4-6, p. 453-458, janv. 2004, doi: 10.1016/j.mssp.2004.09.023.
- [45] C. A. Barrios, « Optical Slot-Waveguide Based Biochemical Sensors », *Sensors*, vol. 9, n° 6, p. 4751-4765, juin 2009, doi: 10.3390/s90604751.
- [46] J. T. Robinson, L. Chen, et M. Lipson, « On-chip gas detection in silicon optical microcavities », p. 6, 2008.
- [47] X. Wang *et al.*, « A silicon photonic biosensor using phase-shifted Bragg gratings in slot waveguide », *J. Biophotonics*, p. n/a-n/a, avr. 2013, doi: 10.1002/jbio.201300012.
- [48] C. A. Barrios *et al.*, « Slot-waveguide biochemical sensor », p. 3.
- [49] G. Testa et R. Bernini, « Slot and Layer-Slot Waveguide in the Visible Spectrum », *J. Light. Technol.*, vol. 29, n° 19, p. 2979-2984, oct. 2011, doi: 10.1109/JLT.2011.2165203.
- [50] S. Campopiano, R. Bernini, L. Zeni, et P. M. Sarro, « Microfluidic sensor based on integrated optical hollow waveguides », *Opt. Lett.*, vol. 29, n° 16, p. 1894, août 2004, doi: 10.1364/OL.29.001894.
- [51] G. Testa, C. Collini, L. Lorenzelli, et R. Bernini, « Planar Silicon-Polydimethylsiloxane Optofluidic Ring Resonator Sensors », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 28, n° 2, p. 155-158, janv. 2016, doi: 10.1109/LPT.2015.2487680.
- [52] G. Testa, G. Persichetti, et R. Bernini, « Liquid Core ARROW Waveguides: A Promising Photonic Structure for Integrated Optofluidic Microsensors », *Micromachines*, vol. 7, n° 3, mars 2016, doi: 10.3390/mi7030047.
- [53] D. Yin, H. Schmidt, J. P. Barber, E. J. Lunt, et A. R. Hawkins, « Optical characterization of arch-shaped ARROW waveguides with liquid cores », *Opt. Express*, vol. 13, n° 26, p. 10564, 2005, doi: 10.1364/OPEX.13.010564.
- [54] J. Flueckiger *et al.*, « Sub-wavelength grating for enhanced ring resonator biosensor », *Opt. Express*, vol. 24, n° 14, p. 15672-15686, juill. 2016, doi: 10.1364/OE.24.015672.
- [55] E. Luan *et al.*, « Enhanced Sensitivity of Subwavelength Multibox Waveguide Microring Resonator Label-Free Biosensors », *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 25, n° 3, p. 1-11, mai 2019, doi: 10.1109/JSTQE.2018.2821842.
- [56] N. A. Mortensen et S. Xiao, « Slow-light enhancement of Beer-Lambert-Bouguer absorption », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, n° 14, p. 141108, avr. 2007, doi: 10.1063/1.2720270.
- [57] Z. Ruan *et al.*, « Releasing the light field in subwavelength grating slot microring resonators for athermal and sensing applications », *Nanoscale*, vol. 12, n° 29, p. 15620-15630, 2020, doi: 10.1039/D0NR00833H.
- [58] S. M. Lo, S. Hu, G. Gaur, Y. Kostoulas, S. M. Weiss, et P. M. Fauchet, « Photonic crystal microring resonator for label-free biosensing », *Opt. Express*, vol. 25, n° 6, p. 7046, mars 2017, doi: 10.1364/OE.25.007046.
- [59] J. S. Penades *et al.*, « Suspended silicon mid-infrared waveguide devices with subwavelength grating metamaterial cladding », *Opt. Express*, vol. 24, n° 20, p. 22908, oct. 2016, doi: 10.1364/OE.24.022908.
- [60] Q. Cao, J. Feng, H. Lu, H. Zhang, F. Zhang, et H. Zeng, « Surface-enhanced Raman scattering using nanoporous gold on suspended silicon nitride waveguides », *Opt. Express*, vol. 26, n° 19, p. 24614, sept. 2018, doi: 10.1364/OE.26.024614.
- [61] R. S. E. Shamy, M. A. Swillam, et D. A. Khalil, « Suspended Silicon Waveguide for Mid-Infrared Gas Sensing », p. 8.
- [62] Y. Zhao, H. Zhao, R. Lv, et J. Zhao, « Review of optical fiber Mach-Zehnder interferometers with micro-cavity fabricated by femtosecond laser and sensing applications », *Opt. Lasers Eng.*, vol. 117, p. 7-20, juin 2019, doi: 10.1016/j.optlaseng.2018.12.013.
- [63] R. G. Heideman et P. V. Lambeck, « Remote opto-chemical sensing with extreme sensitivity: design, fabrication and performance of a pigtailed integrated optical phase-modulated Mach-

- Zehnder interferometer system », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 61, n° 1-3, p. 100-127, déc. 1999, doi: 10.1016/S0925-4005(99)00283-X.
- [64] Q. Liu *et al.*, « Highly sensitive Mach–Zehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 188, p. 681-688, nov. 2013, doi: 10.1016/j.snb.2013.07.053.
- [65] K. Qin, S. Hu, S. T. Retterer, I. I. Kravchenko, et S. M. Weiss, « Slow light Mach–Zehnder interferometer as label-free biosensor with scalable sensitivity », *Opt. Lett.*, vol. 41, n° 4, p. 753, févr. 2016, doi: 10.1364/OL.41.000753.
- [66] H. Guner *et al.*, « A smartphone based surface plasmon resonance imaging (SPRI) platform for on-site biodetection », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 239, p. 571-577, févr. 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.08.061.
- [67] M. Calvo *et al.*, « Ring Resonator Designed for Biosensing Applications Manufactured on 300 mm SOI in an Industrial Environment », p. 2.
- [68] P. Girault *et al.*, « Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application », *Opt. Mater.*, vol. 72, p. 596-601, oct. 2017, doi: 10.1016/j.optmat.2017.07.005.
- [69] T. Claes, W. Bogaerts, et P. Bienstman, « Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the Vernier-effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit », *Opt. Express*, vol. 18, n° 22, p. 22747, oct. 2010, doi: 10.1364/OE.18.022747.
- [70] Arthur Nitkowski, « Cavity-enhanced on-chip absorption spectroscopy using microring resonators ».
- [71] P. Girault *et al.*, « Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing applications », *J. Appl. Phys.*, vol. 117, n° 10, p. 104504, mars 2015, doi: 10.1063/1.4914308.
- [72] Chung-Yen Chao et L. J. Guo, « Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications », *J. Light. Technol.*, vol. 24, n° 3, p. 1395-1402, mars 2006, doi: 10.1109/JLT.2005.863333.
- [73] P. Girault *et al.*, « Integrated micro-ring resonators with reverse-symmetry waveguides for absorption spectroscopy - an analysis of the under-coupled regime », *J. Light. Technol.*.
- [74] M. Diez *et al.*, « An Analytical Approach to Predict Maximal Sensitivity of Microring Resonators for Absorption Spectroscopy », *J. Light. Technol.*, vol. 37, n° 21, p. 5500-5506, nov. 2019, doi: 10.1109/JLT.2019.2938040.
- [75] J. A. Benson *et al.*, « Multichannel optical aperture synthesis imaging of zeta1 URSAE majoris with the Navy prototype optical interferometer », *Astron. J.*, vol. 114, p. 1221-1226, 1997.
- [76] G. N. West *et al.*, « Low-loss integrated photonics for the blue and ultraviolet regime », *APL Photonics*, vol. 4, n° 2, p. 026101, févr. 2019, doi: 10.1063/1.5052502.
- [77] D. B. Keck et R. Bouillie, « Measurements on high-bandwidth optical waveguides », *Opt. Commun.*, vol. 25, n° 1, p. 43-48, avr. 1978, doi: 10.1016/0030-4018(78)90084-6.
- [78] I. Goykhman, B. Desiatov, et U. Levy, « Ultrathin silicon nitride microring resonator for biophotonic applications at 970 nm wavelength », *Appl Phys Lett*, 2014.
- [79] A. Z. Subramanian *et al.*, « Low-Loss Singlemode PECVD Silicon Nitride Photonic Wire Waveguides for 532-900 nm Wavelength Window Fabricated Within a CMOS Pilot Line », *IEEE Photonics J.*, vol. 5, n° 6, p. 2202809-2202809, 2013, doi: 10.1109/JPHOT.2013.2292698.
- [80] T. Tsuchizawa *et al.*, « Low-loss Silicon Oxynitride Waveguides and Branches for the 850-nm-Wavelength Region », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 47, n° 8, p. 6739-6743, 2008, doi: 10.1143/JJAP.47.6739.
- [81] Y. Shi, L. He, F. Guang, L. Li, Z. Xin, et R. Liu, « A Review: Preparation, Performance, and Applications of Silicon Oxynitride Film », *Micromachines*, vol. 10, n° 8, p. 552, août 2019, doi: 10.3390/mi10080552.
- [82] F. Rebib, E. Tomasella, J. P. Gaston, C. Eypert, J. Cellier, et M. Jacquet, « Determination of optical properties of a-SiOxNy thin films by ellipsometric and UV-visible spectroscopies », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 100, n° 8, p. 082033, 2008, doi: 10.1088/1742-6596/100/8/082033.

- [83] S. J. Choo, J. Kim, K. W. Lee, D. H. Lee, H.-J. Shin, et J. H. Park, « An integrated Mach–Zehnder interferometric biosensor with a silicon oxynitride waveguide by plasma-enhanced chemical vapor deposition », *Curr. Appl. Phys.*, vol. 14, n° 7, p. 954-959, juill. 2014, doi: 10.1016/j.cap.2014.04.016.
- [84] A. Samusenko *et al.*, « A SiON Microring Resonator-Based Platform for Biosensing at 850 nm », *J. Light. Technol.*, vol. 34, n° 3, p. 969-977, févr. 2016, doi: 10.1109/JLT.2016.2516758.
- [85] H. W. M. Salemink et F. Horst, « Silicon-Oxynitride (SiON) for Photonic Integrated Circuits », *Mater. Res. Soc.*, vol. 574, p. 255-259, 1999.
- [86] L. Chrostowski et M. E. Hochberg, *Silicon photonics design*. Cambridge ; New York: Cambridge University Press, 2015.
- [87] A. Yariv et P. Yeh, *Photonics: Optical Electronics in Modern Communications*, 6 édition. New York: Oxford University Press, 2006.
- [88] S. L. Chuang, *Physics of photonic devices*. 2012.
- [89] S. Bédard, *Étude du couplage adiabatique entre deux guides d'ondes ayant une forte différence d'indice de réfraction*. Ottawa: Library and Archives Canada = Bibliothèque et Archives Canada, 2010.
- [90] I. Stallcup, « Finite Element and Finite Difference Methods for Maxwell's Equations in Metamaterials ».
- [91] J. N. Reddy, *Introduction to the finite element method*, Fourth edition. New York, NY: McGraw Hill Education, 2019.
- [92] Z. Xiong, « Computation homogenization of heterogeneous materials' thermal conductivity by the Finite Difference Method ».
- [93] A. S. Sudbo, « Improved formulation of the film mode matching method for mode field calculations in dielectric waveguides », *Pure Appl. Opt. J. Eur. Opt. Soc. Part A*, vol. 3, n° 3, p. 381-388, mai 1994, doi: 10.1088/0963-9659/3/3/021.
- [94] P. Girault *et al.*, « Influence of Losses, Device Size, and Mode Confinement on Integrated Micro-Ring Resonator Performance for Absorption Spectroscopy Using Evanescent Field Sensing », *J. Light. Technol.*, p. 1-12, 2022, doi: 10.1109/JLT.2022.3220982.
- [95] F. Dortu *et al.*, « Composite polymeric-inorganic waveguide fabricated by injection molding for biosensing applications », in *2014 16th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*, Graz, Austria: IEEE, juill. 2014, p. 1-4. doi: 10.1109/ICTON.2014.6876325.
- [96] C. Delezoide *et al.*, « Vertically Coupled Polymer Microracetrack Resonators for Label-Free Biochemical Sensors », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 24, n° 4, p. 270-272, févr. 2012, doi: 10.1109/LPT.2011.2177518.
- [97] Horvath, Lindvold, et Larsen, « Reverse-symmetry waveguides: theory and fabrication », *Appl. Phys. B*, vol. 74, p. 383-393, mars 2002, doi: 10.1007/s003400200823.
- [98] F. A. Harraz, « Porous silicon chemical sensors and biosensors: A review », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 202, p. 897-912, oct. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2014.06.048.
- [99] C. Pickering, M. I. J. Beale, D. J. Robbins, P. J. Pearson, et R. Greef, « Optical properties of porous silicon films », *Thin Solid Films*, vol. 125, n° 1-2, p. 157-163, mars 1985, doi: 10.1016/0040-6090(85)90408-0.
- [100] A. P. Gadre *et al.*, « Fabrication of a fluid encapsulated dermal patch using multilayered SU-8 », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 114, n° 2-3, p. 478-485, sept. 2004, doi: 10.1016/j.sna.2004.01.049.
- [101] H. Albers, L. T. H. Hilderink, J. H. Berends, K. Wöhoff, N. F. van Hulst, et P. V. Lambeck, « A waveguide material for integrated optical sensors: silicon oxynitride », *Opt. Sci.*, vol. Proceedings of the 1996 National Dutch Sensor Conference, R. F. Wolffenbuttel, ed. (Delft U. Press, Delft, The Netherlands, 1996), p. 221-230, mars 1996.
- [102] T. Tsuchizawa *et al.*, « Low-loss Silicon Oxynitride Waveguides and Branches for the 850-nm-Wavelength Region », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 47, n° 8, p. 6739-6743, août 2008, doi: 10.1143/JJAP.47.6739.
- [103] I. H. Matlison, « Interspecimen Comparison of the Refractive Index of Fused Silica », *Opt. Soc. Am.*, 1965.

- [104] P.-J. Zermatten, A. Jaouad, S. Blais, A. Gorin, V. Aimez, et P. G. Charette, « Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition of Si-Rich Silicon Nitride Films Optimized for Waveguide-Based Sensing Applications in the Visible Range », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 51, p. 110205, oct. 2012, doi: 10.1143/JJAP.51.110205.
- [105] J. R. Hollahan et R. S. Rosier, « Low-loss optical waveguides using plasma deposited silicon nitride », p. 2.
- [106] A. Gorin, A. Jaouad, E. Grondin, V. Aimez, et P. Charette, « Fabrication of silicon nitride waveguides for visible-light using PECVD: a study of the effect of plasma frequency on optical properties », *Opt. Express*, vol. 16, n° 18, p. 13509, sept. 2008, doi: 10.1364/OE.16.013509.
- [107] W. Bogaerts *et al.*, « Silicon microring resonators », *Laser Photonics Rev.*, vol. 6, n° 1, p. 47-73, janv. 2012, doi: 10.1002/lpor.201100017.
- [108] C. K. Jung, S. H. Jeong, I. S. Bae, J. H. Boo, et W. S. Choi, « Properties of SiOxNy Thin Films Deposited with a Single Molecular Precursor by Using RF PECVD », *J. Korean Phys. Soc.*, vol. 51, n° 3, p. 1069-1072, 2007.
- [109] E. A. J. Marcatili, « Bends in Optical Dielectric Guides », *Bell Syst. Tech. J.*, vol. 48, n° 7, p. 2103-2132, sept. 1969, doi: 10.1002/j.1538-7305.1969.tb01167.x.
- [110] W. Li *et al.*, « Spiral Waveguides on Germanium-on-Silicon Nitride Platform for Mid-IR Sensing Applications », *IEEE Photonics J.*, vol. 10, n° 3, p. 1-7, juin 2018, doi: 10.1109/JPHOT.2018.2829988.
- [111] A. Gutierrez-Arroyo *et al.*, « Optical characterization at 77 μm of an integrated platform based on chalcogenide waveguides for sensing applications in the mid-infrared », *Opt. Express*, vol. 24, n° 20, p. 23109, oct. 2016, doi: 10.1364/OE.24.023109.
- [112] E. Ryckeboer, R. Bockstaele, M. Vanslebrouck, et R. Baets, « Glucose sensing by waveguide-based absorption spectroscopy on a silicon chip », *Biomed. Opt. Express*, vol. 5, n° 5, p. 1636, mai 2014, doi: 10.1364/BOE.5.001636.
- [113] S. Franssila, *Introduction to Microfabrication*, 2nd éd. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2010. doi: 10.1002/9781119990413.
- [114] A. E. Kaloyeros, Y. Pan, J. Goff, et B. Arkles, « Review—Silicon Nitride and Silicon Nitride-Rich Thin Film Technologies: State-of-the-Art Processing Technologies, Properties, and Applications », *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, vol. 9, n° 6, p. 063006, janv. 2020, doi: 10.1149/2162-8777/aba447.
- [115] L. T. Canham, T. I. Cox, A. Loni, et A. J. Simons, « Progress towards silicon optoelectronics using porous silicon technology », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 102, p. 436-441, août 1996, doi: 10.1016/0169-4332(96)00094-3.
- [116] M. Mancuso, J. M. Goddard, et D. Erickson, « Nanoporous polymer ring resonators for biosensing », *Opt. Express*, vol. 20, n° 1, p. 245, janv. 2012, doi: 10.1364/OE.20.000245.
- [117] V. Lehmann et U. Gösele, « Porous silicon formation: A quantum wire effect », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 58, n° 8, p. 856-858, févr. 1991, doi: 10.1063/1.104512.
- [118] A. Halimaoui, *Porous Silicon Science and Technology*, vol. LECTURE 3-Porous silicon: material processing, properties and applications. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, 1995.
- [119] J. Salonen et V.-P. Lehto, « Fabrication and chemical surface modification of mesoporous silicon for biomedical applications », *Chem. Eng. J.*, vol. 137, n° 1, p. 162-172, mars 2008, doi: 10.1016/j.cej.2007.09.001.
- [120] G. R. Suñé, « Electron beam lithography for Nanofabrication ».
- [121] K. Nojiri, *Dry Etching Technology for Semiconductors*. Cham: Springer International Publishing, 2015. doi: 10.1007/978-3-319-10295-5.
- [122] J. Cardenas, C. B. Poitras, K. Luke, L.-W. Luo, P. A. Morton, et M. Lipson, « High Coupling Efficiency Etched Facet Tapers in Silicon Waveguides », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 26, n° 23, p. 2380-2382, déc. 2014, doi: 10.1109/LPT.2014.2357177.
- [123] R. Bosch, « METHOD FOR ANISOTROPIC PLASMA ETCHING OF SUBSTRATES », 5,498,312
- [124] D. E. Aspnes, *Optical properties of thin films*, vol. 89, Issue 3. in Thin Solid Films, vol. 89, Issue 3. 1982.
- [125] K. Vedam, « Spectroscopic ellipsometry: a historical overview », *Thin Solid Films*, vol. 313-314, p. 1-9, 1998, doi: 10.1016/S0040-6090(97)00762-1.

- [126] H. G. Tompkins et W. A. McGahan, *Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry: A User's Guide*. Wiley-Interscience, 1999.
- [127] J. Galang, A. Restelli, C. W. Clark, et E. Hagley, « The dangerous dark companion of bright green lasers », *SPIE Newsroom*, janv. 2011, doi: 10.1117/2.1201012.003328.
- [128] W. Zeller, L. Naehle, P. Fuchs, F. Gerschuetz, L. Hildebrandt, et J. Koeth, « DFB Lasers Between 760 nm and 16 μ m for Sensing Applications », *Sensors*, vol. 10, n° 4, p. 2492-2510, mars 2010, doi: 10.3390/s100402492.
- [129] J.-M. Chartier *et al.*, « Intercomparison of Northern European ¹²⁷I₂ - Stabilized He-Ne Lasers at $\lambda = 633$ nm », *Metrologia*, vol. 29, n° 5, p. 331-339, janv. 1992, doi: 10.1088/0026-1394/29/5/003.
- [130] C. S. Edwards, G. P. Barwood, P. Gill, et W. R. C. Rowley, « A 633 nm iodine-stabilized diode-laser frequency standard », *Metrologia*, vol. 36, n° 1, p. 41-45, févr. 1999, doi: 10.1088/0026-1394/36/1/7.
- [131] H. R. Simonsen et A. Zarka, « Iodine-stabilized extended-cavity diode lasers at λ 633 nm: result of international comparison », 1998.
- [132] H. Tu et S. A. Boppart, « Coherent fiber supercontinuum for biophotonics: Coherent fiber supercontinuum for biophotonics », *Laser Photonics Rev.*, vol. 7, n° 5, p. 628-645, sept. 2013, doi: 10.1002/lpor.201200014.
- [133] Y.-L. Yeh, « Real-time measurement of glucose concentration and average refractive index using a laser interferometer », *Opt. Lasers Eng.*, vol. 46, n° 9, p. 666-670, sept. 2008, doi: 10.1016/j.optlaseng.2008.04.008.
- [134] X. Zhang *et al.*, « High Q-factor, ultrasensitivity slot microring resonator sensor based on chalcogenide glasses », *Opt. Express*, vol. 30, n° 3, p. 3866, janv. 2022, doi: 10.1364/OE.450092.
- [135] S. TalebiFard *et al.*, « Optimized sensitivity of Silicon-on-Insulator (SOI) strip waveguide resonator sensor », *Biomed. Opt. Express*, vol. 8, n° 2, p. 500, févr. 2017, doi: 10.1364/BOE.8.000500.
- [136] L. Hasanah *et al.*, « Enhanced Sensitivity of Microring Resonator-Based Sensors Using the Finite Difference Time Domain Method to Detect Glucose Levels for Diabetes Monitoring », *Appl. Sci.*, vol. 10, n° 12, p. 4191, juin 2020, doi: 10.3390/app10124191.
- [137] X. Tu, S.-L. Chen, C. Song, T. Huang, et L. J. Guo, « Ultrahigh Q Polymer Microring Resonators for Biosensing Applications », *IEEE Photonics J.*, vol. 11, n° 2, p. 1-10, avr. 2019, doi: 10.1109/JPHOT.2019.2899666.
- [138] W. Huang *et al.*, « High-sensitivity refractive index sensor based on Ge–Sb–Se chalcogenide microring resonator », *Infrared Phys. Technol.*, vol. 116, p. 103792, août 2021, doi: 10.1016/j.infrared.2021.103792.
- [139] A. Samusenko *et al.*, « A SiON Microring Resonator-Based Platform for Biosensing at 850 nm », *J. Light. Technol.*, vol. 34, n° 3, p. 969-977, févr. 2016, doi: 10.1109/JLT.2016.2516758.
- [140] S. M. Lo, S. Hu, G. Gaur, Y. Kostoulas, S. M. Weiss, et P. M. Fauchet, « Photonic crystal microring resonator for label-free biosensing », *Opt. Express*, vol. 25, n° 6, p. 7046, mars 2017, doi: 10.1364/OE.25.007046.
- [141] K. Larson *et al.*, « Post-fabrication tuning of microring resonators using 3D-printed microfluidics », *Opt. Lett.*, vol. 46, n° 18, p. 4650, sept. 2021, doi: 10.1364/OL.433987.
- [142] H. Frankis, D. Su, D. Bonneville, et J. Bradley, « A Tellurium Oxide Microcavity Resonator Sensor Integrated On-Chip with a Silicon Waveguide », *Sensors*, vol. 18, n° 11, p. 4061, nov. 2018, doi: 10.3390/s18114061.
- [143] M. de Goede *et al.*, « Al₂O₃ microring resonators for the detection of a cancer biomarker in undiluted urine », *Opt. Express*, vol. 27, n° 13, p. 18508, juin 2019, doi: 10.1364/OE.27.018508.
- [144] L. Wang *et al.*, « A low-cost photonic biosensor built on a polymer platform », présenté à SPIE/OSA/IEEE Asia Communications and Photonics, J. Popp, Éd., Shanghai, China, nov. 2011, p. 831122. doi: 10.1117/12.904188.
- [145] K. De Vos, I. Bartolozzi, E. Schacht, P. Bienstman, et R. Baets, « Silicon-on-Insulator microring resonator for sensitive and label-free biosensing », *Opt. Express*, vol. 15, n° 12, p. 7610, 2007, doi: 10.1364/OE.15.007610.

- [146] Y. Chen, Z. Li, H. Yi, Z. Zhou, et J. Yu, « Microring resonator for glucose sensing applications », *Front. Optoelectron. China*, vol. 2, n° 3, p. 304-307, sept. 2009, doi: 10.1007/s12200-009-0047-3.
- [147] Q. Liu, K. W. Kim, Z. Gu, J. S. Kee, et M. K. Park, « Single-channel Mach-Zehnder interferometric biochemical sensor based on two-lateral-mode spiral waveguide », *Opt. Express*, vol. 22, n° 23, p. 27910, nov. 2014, doi: 10.1364/OE.22.027910.
- [148] M. Iqbal *et al.*, « Label-Free Biosensor Arrays Based on Silicon Ring Resonators and High-Speed Optical Scanning Instrumentation », *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 16, n° 3, p. 654-661, 2010, doi: 10.1109/JSTQE.2009.2032510.
- [149] G.-D. Kim, G.-S. Son, H.-S. Lee, K.-D. Kim, et S.-S. Lee, « Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers », *Opt. Commun.*, vol. 281, n° 18, p. 4644-4647, sept. 2008, doi: 10.1016/j.optcom.2008.06.006.
- [150] J. Flueckiger *et al.*, « Sub-wavelength grating for enhanced ring resonator biosensor », *Opt. Express*, vol. 24, n° 14, p. 15672, juill. 2016, doi: 10.1364/OE.24.015672.
- [151] L. Huang *et al.*, « Improving the detection limit for on-chip photonic sensors based on subwavelength grating racetrack resonators », *Opt. Express*, vol. 25, n° 9, p. 10527, mai 2017, doi: 10.1364/OE.25.010527.
- [152] L. S. Puumala *et al.*, « An Optimization Framework for Silicon Photonic Evanescent-Field Biosensors Using Sub-Wavelength Gratings », *Biosensors*, vol. 12, n° 10, p. 840, oct. 2022, doi: 10.3390/bios12100840.
- [153] H. Yan *et al.*, « Unique surface sensing property and enhanced sensitivity in microring resonator biosensors based on subwavelength grating waveguides », *Opt. Express*, vol. 24, n° 26, p. 29724, déc. 2016, doi: 10.1364/OE.24.029724.
- [154] C. A. Barrios *et al.*, « Slot-waveguide biochemical sensor », *Opt. Lett.*, vol. 32, n° 21, p. 3080, nov. 2007, doi: 10.1364/OL.32.003080.
- [155] G. A. Rodriguez, S. Hu, et S. M. Weiss, « Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications », *Opt. Express*, vol. 23, n° 6, p. 7111, mars 2015, doi: 10.1364/OE.23.007111.
- [156] D. Chauvin, « Réalisation d'un capteur optofluidique à champ évanescent à base de microrésonateurs polymères pour la détection ultrasensible d'espèces (bio)chimiques à haute toxicité », 2017.
- [157] Y. A. Vlasov et S. J. McNab, « Losses in single-mode silicon-on-insulator strip waveguides and bends », *Opt. Express*, vol. 12, n° 8, p. 1622, 2004, doi: 10.1364/OPEX.12.001622.
- [158] X. Ji, « Methods to achieve ultra-high quality factor silicon nitride resonators », *APL Photonics*, p. 14, 2021.
- [159] G. Craciun, M. A. Blauw, E. van der Drift, P. M. Sarro, et P. J. French, « Temperature influence on etching deep holes with SF₆/O₂ cryogenic plasma », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 12, n° 4, p. 390-394, juill. 2002, doi: 10.1088/0960-1317/12/4/307.
- [160] R. Marchetti, C. Lacava, L. Carroll, K. Gradkowski, et P. Minzioni, « Coupling strategies for silicon photonics integrated chips [Invited] », *Photonics Res.*, vol. 7, n° 2, p. 201, févr. 2019, doi: 10.1364/PRJ.7.000201.