



**HAL**  
open science

# Contribution à l'étude des procédés de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères

Azar Maalouf

► **To cite this version:**

Azar Maalouf. Contribution à l'étude des procédés de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères. Physique [physics]. Université Rennes 1, 2007. Français. NNT: . tel-00456179

**HAL Id: tel-00456179**

**<https://theses.hal.science/tel-00456179>**

Submitted on 12 Feb 2010

**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.

N° Ordre : 2007REN1E002

THÈSE

Présentée devant

**L'UNIVERSITE DE RENNES I**

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE RENNES I

Mention : PHYSIQUE

Par

Azar MAALOUF

Equipe d'accueil : CCLO  
(Centre Commun Lannionnais d'Optique-LANNION)  
(UMR-CNRS 6082 "FOTON")

Ecole Doctorale Sciences De La Matière

**CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES PROCÉDÉS  
DE RÉALISATION DE CIRCUITS INTÉGRÉS  
OPTIQUES EN MATÉRIAUX POLYMÈRES.**

Date de soutenance : le 19 Avril 2007 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

Président du jury :	Yves JAOUEN	Professeur à l'ENST
Rapporteurs :	Pierre BENECH Maurizio FERRARI	Professeur à l'Université de Grenoble Directeur de Recherche au CNR-IFN, à Trento, Italie
Examineurs :	Bernard RATIER Hartmut GUNDEL Dominique BOSC	Professeur à l'Université de Limoges Professeur à l'Université de Nantes IGR-HDR à l'Université de Rennes I

Directeur de thèse : Dominique BOSC







N° Ordre : 2007REN1E002

THÈSE

Présentée devant

**L'UNIVERSITE DE RENNES I**

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE RENNES I

Mention : PHYSIQUE

Par

Azar MAALOUF

Equipe d'accueil : CCLO  
(Centre Commun Lannionnais d'Optique-LANNION)  
(UMR-CNRS 6082 "FOTON")

Ecole Doctorale Sciences De La Matière

**CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES PROCÉDÉS  
DE RÉALISATION DE CIRCUITS INTÉGRÉS  
OPTIQUES EN MATÉRIAUX POLYMÈRES.**

Date de soutenance : le 19 Avril 2007 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

Président du jury :	Yves JAOUEN	Professeur à l'ENST
Rapporteurs :	Pierre BENECH Maurizio FERRARI	Professeur à l'Université de Grenoble Directeur de Recherche au CNR-IFN, à Trento, Italie
Examineurs :	Bernard RATIER Hartmut GUNDEL Dominique BOSC	Professeur à l'Université de Limoges Professeur à l'Université de Nantes IGR-HDR à l'Université de Rennes I

Directeur de thèse : Dominique BOSC



A toi, Passé, toujours présent, tu fonde mon avenir.

A toi, Youssef MAALOUF, mon père, tu es mort le 27 septembre 2003, quelques jours avant le début de ma thèse. A ta grande confiance en moi et à ton grand sacrifice.

A toi, Eveline MRAD-MAALOUF, ma mère. Tu as versé des larmes à foison, ton cœur est déchiré depuis mon départ en France à l'âge de 12 ans. A ton grand sacrifice et à ton amour pur : merci d'avoir respecté ma décision.

A vous, Imad et Eid MAALOUF, mes deux frères, à notre fraternité que rien n'a pu altérer, ni la distance ni le temps ni les événements.

A vous, Jean-Luc BOURE et Dominique ESSELIN, ma famille d'accueil, à votre grand cœur qui n'a pas d'égal à mes yeux, à votre soutien permanent et à vos encouragements. A toi aussi Catherine BIDOIS, à ton soutien.

A toi, Antoine BOURE, à notre fraternité tacite mais néanmoins réelle et solide.

A vous, Carol et Miled DAOUD-BOURE, à notre Liban commun et aux bons souvenirs passés.

A vous, Jérôme GEORGELIN, Mickaël COAT, Laurent GUITIER et Jacques GUILLOU, mes amis les plus proches, à votre soutien spontané dans tous les moments difficiles. A notre grande amitié.

A toutes celles et tous ceux qui m'ont construit.

Aux bons moments.



# REMERCIEMENTS

Je tiens avant tout à exprimer un grand merci à Dominique Bosc, responsable du CCLLO pour la grande confiance et la liberté d'action qu'il m'a accordées tout en étant toujours disponible pour me conseiller, me soutenir et m'encourager et ce malgré un emploi de temps très chargé.

Merci aussi à Jean-Claude Simon directeur de l'UMR-CNRS 6082 « FOTON » et à Joël Crestel directeur de l'ENSSAT pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et de l'école.

Un très grand merci à Séverine Haesaert, Frédéric Henrio et Thomas Batté pour leur aide précieuse et indispensable, leur soutien et les différentes discussions et conseils techniques qui ont grandement participé à mener à bien la réalisation technologique des fonctions optiques.

Je tiens aussi à remercier Philippe Grosso pour ses conseils et son aide apportée pour la caractérisation des guides d'ondes et fonctions optiques, Michel Gadonna et Monique Thual pour leurs conseils et discussions menées sur les parties théoriques, Isabelle Hardy, Carol Arnaud et Patrice Roger pour leur collaboration à la conception des masques, Bruno Vinouze pour ses conseils techniques et pour son aide aux sciages de petits substrats de verre, Philippe Rochard pour sa patience et sa grande disponibilité d'écoute, Imane Assaid et Khalida Messaad pour nos discussions entre doctorants, Robert Madec pour les nombreux dépannages urgents.

Merci à tout le service technique et plus particulièrement à Michel Guillou, Henry l'Her et Stéphane Chehayed pour leur grande réactivité face aux problèmes notamment informatiques. Merci aussi à tout le service administratif et à la scolarité, en particulier à Orlane Kuligowski, Réjane le Roy, Danielle Graviou ainsi que Anne-Marie Quéré, Michelle Moizard et Catherine Delen sans oublier Christian Sauquet, responsable de la bibliothèque.

Un merci particulier à Noël le Berre qui m'a permis d'effectuer les essais de traction à l'IUT de Lannion.

De chaleureux remerciements à tous ceux des équipes du CCLLO, GMNP, PERSYST et au laboratoire d'optronique avec qui j'ai pu partager de bons moments.



Les travaux de cette thèse correspondent au projet régional TERCOP où le coût du doctorant a été entièrement financé par la Région Bretagne. Par ailleurs, les frais de fonctionnement du laboratoire et de l'étude ont bénéficié très largement des subventions des partenaires du GIS FOTON à savoir, la Région Bretagne, le Conseil Général des Côtes d'Armor, la Communauté d'Agglomération Lannion-Trégor, ainsi que l'Europe à travers le FEDER et l'Etat.

### ***PROJET TERCOP***



### ***Partenaires du GIS FOTON***





# TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : GUIDES D'ONDES ET FONCTIONS OPTIQUES : ETAT DE L'ART SUR LES METHODES DE REALISATION.....</b>	<b>3</b>
<b>1. RAPPEL SUR LES GUIDES D'ONDES.....</b>	<b>3</b>
1.1 LES GUIDES D'ONDES .....	4
1.2 RESOLUTIONS DES EQUATIONS DE MAXWELL .....	7
<b>2. FONCTIONS D'APPLICATION DANS LE CADRE DE LA THESE.....</b>	<b>11</b>
2.1 FILTRES EN LONGUEURS D'ONDES ET FONCTIONS DE MULTIPLEXAGE .....	11
2.1.1 Généralités sur les fonctions de filtrage dans le cadre de la thèse .....	11
2.1.2 Quelques données succinctes et bibliographiques sur les micro-résonateurs ...	16
2.2 LES ADAPTATEURS DE MODES.....	21
<b>3. PANORAMA DES MATERIAUX UTILISES EN OPTIQUE INTEGREE. ....</b>	<b>25</b>
3.1 LES MATERIAUX INORGANIQUES .....	26
3.2 LES MATERIAUX POLYMERES .....	31
3.2.1 Les propriétés optiques .....	32
3.2.2 Les tenues thermiques, mécaniques et thermomécaniques.....	38
3.2.3 Les nouveaux polymères.....	39
3.3 CONCLUSION.....	41
<b>4. METHODES DE REALISATION.....</b>	<b>42</b>
4.1 DEPOT DES MATERIAUX .....	44
4.2 LA LITHOGRAPHIE.....	44
4.3 LES DIFFERENTES TECHNIQUES DE REALISATION .....	47
4.3.1 Transfert de motifs à l'aide de techniques additives.....	48
4.3.2 Techniques de micro-moulage.....	49
4.3.3 La lithographie directe, la photo-inscription, les bombardements ioniques et électroniques et l'implantation ioniques.....	52
4.3.4 Transfert de motifs à l'aide de technique de gravure.....	52
4.4 CONCLUSION.....	61
<b>5. CONCLUSION DU CHAPITRE I.....</b>	<b>61</b>
<b>CHAPITRE II : TECHNOLOGIE DE REALISATION DE FONCTIONS OPTIQUES INTEGREEES POLYMERES.....</b>	<b>63</b>
<b>1. MISE AU POINT DE LA TECHNOLOGIE DE REALISATION.....</b>	<b>64</b>
<b>2. CHOIX DES MATERIAUX.....</b>	<b>66</b>

<b>3. DEPOT DES SOLUTIONS A LA TOURNETTE.....</b>	<b>66</b>
3.1    PARAMETRES DE SOLUBILITE ET CHOIX DES SOLVANTS. ....	67
3.2    LA MOUILLABILITE DE SURFACE .....	68
<b>4. ETUDE DU DEPOT .....</b>	<b>72</b>
<b>5. ADHERENCE POLYMERES SUBSTRATS .....</b>	<b>77</b>
<b>6. LA PHOTOLITHOGRAPHIE.....</b>	<b>82</b>
6.1    DEPOT DE LA RESINE.....	83
6.2    PROBLEME LIE A LA COUCHE BARRIERE D'OR .....	83
<b>7. ETUDE THERMIQUE .....</b>	<b>85</b>
7.1    LES METHODES DE CARACTERISATIONS UTILISEES .....	89
7.1.1    L'analyse enthalpique différentielle .....	89
7.1.2    Analyse Thermogravimétrique (ATG) .....	90
7.1.3    Analyse Thermomécanique (ATM).....	90
7.2    DIVERSES ETUDES MENEES SUR LA TG DANS LA LITTERATURE. ....	91
7.3    CARACTERISATIONS THERMOMECAIQUES.....	92
7.3.1    Evolution de la Tg en fonction des conditions de recuit.....	94
7.3.2    Evolution de la déformation à température et force constante en ATM.....	102
7.3.3    Conclusion sur l'étude thermique .....	104
7.4    ETUDES DES RIDES .....	105
7.5    AUTRES METHODES POUR ELIMINER LES RIDES .....	111
7.6    CONCLUSION SUR LES RIDES .....	113
<b>8. AMELIORATION DE LA RESOLUTION.....</b>	<b>114</b>
8.1    LA RESINE .....	116
8.2    UTILISATION DE DEUX COUCHES DE MASQUAGE .....	117
8.3    ETUDE DE LA DIFFRACTION.....	119
8.3.1    Application pratique.....	126
8.3.2    Estimation de la taille des motifs sur le masque .....	128
8.3.3    Nouvelle définition de la résolution.....	129
8.3.4    Conclusion .....	130
8.3.5    Généralisation .....	130
8.3.6    Limites .....	133
8.3.7    Comparaison avec la diffraction de Fresnel.....	134
<b>9. LA GRAVURE.....</b>	<b>135</b>
9.1    LA COUCHE NON ORGANIQUE.....	136
9.2    LA GRAVURE.....	138
9.2.1    Gravure de la silice .....	138
9.2.2    Gravure du polymère .....	139
9.3    CONCLUSION SUR LA GRAVURE .....	141
<b>10. DEPOT DE LA COUCHE DE CONFINEMENT SUPERIEURE .....</b>	<b>142</b>
<b>11. CONCLUSION SUR LA MISE AU POINT DE LA TECHNOLOGIE DE REALISATION AVEC LE PMMA .....</b>	<b>144</b>
<b>12. ETUDE DE MATERIAUX DIFFERENTS DU PMMA .....</b>	<b>145</b>
12.1    LE PMMI.....	145

12.1.1	Mise en solution du PMMI .....	146
12.1.2	Dépôt du PMMI .....	146
12.1.3	Etude thermique du PMMI .....	148
12.1.4	Problèmes liés au PMMI.....	152
12.1.5	Conclusion sur le PMMI.....	155
12.2	LE PMATRIFE.....	155
12.3	AUTRES POLYMERES .....	155
<b>13.</b>	<b>RESUME DES PROCEDES.....</b>	<b>157</b>
<b>14.</b>	<b>EVOLUTION DES DIFFERENTES ETAPES : ILLUSTRATION PAR DES PHOTOS.....</b>	<b>161</b>
<b>15.</b>	<b>CONCLUSION DU CHAPITRE II .....</b>	<b>163</b>
<b>CHAPITRE III : CARACTERISATIONS OPTIQUES ET MESURES DE PERTES ....</b>		
<b>.....165</b>		
<b>1.</b>	<b>BREF RESUME SUR LES MODELISATIONS ET CALCULS EFFECTUES EN AMONT .....</b>	<b>165</b>
1.1	CONCEPTION D'UN PREMIER MASQUE .....	168
1.2	LES DIFFERENTES FONCTIONS PREVUES A L'ETUDE.....	169
1.2.1	Les guides droits .....	169
1.2.2	Les tapers segmentés.....	169
1.2.3	Les micro-résonateurs simples.....	170
1.2.4	Les guides effilés .....	170
1.2.5	Les fonctions d'insertion/extraction .....	171
1.3	REALISATION D'UN SECOND MASQUE .....	171
<b>2.</b>	<b>LES METHODES DE CARACTERISATIONS OPTIQUES UTILISEES DANS CETTE ETUDE .....</b>	<b>172</b>
2.1	LES M-LINES.....	172
2.2	INJECTION PAR LE PRISME ET METHODE DU « CUT BACK » .....	173
2.3	LE CHAMP PROCHE.....	173
2.4	ANALYSEUR DE SPECTRE ET PUISSANCE-METRE.....	174
2.5	LA TECHNIQUE DE REFLECTOMETRIE OPTIQUE A FAIBLE COHERENCE .....	174
<b>3.</b>	<b>INTRODUCTION SUR LES CARACTERISATIONS OPTIQUES EFFECTUEES .</b>	<b>.....177</b>
<b>4.</b>	<b>MESURES DES PERTES.....</b>	<b>177</b>
4.1	MESURES DES PERTES DANS LES MATERIAUX.....	178
4.1.1	Pertes dues aux impuretés.....	178
4.1.2	Pertes dues aux vibrations de liaisons.....	180
4.1.3	La spectroscopie infra rouge sur pastilles .....	181
4.1.4	La spectroscopie infra rouge sur des solutions .....	183
4.1.5	Mesures des pertes sur les guides plans .....	192
4.1.6	Conclusion .....	194
4.2	MESURES EFFECTUEES SUR LES GUIDES DROITS .....	195
4.2.1	Mesures par champ proche .....	195
4.2.2	Mesures des pertes dans les guides .....	199

4.2.3	Mesures de pertes par OLCR .....	201
4.2.4	Conclusion .....	202
<b>5.</b>	<b>LES MICRO-RESONATEURS .....</b>	<b>203</b>
5.1	CHOIX DES DIFFERENTS PARAMETRES .....	204
5.2	NOTATIONS ET EQUATIONS UTILISES .....	205
5.3	RESULTATS DES MESURES .....	208
5.3.1	Les premières caractérisations .....	208
5.3.2	Changement dans la méthode de caractérisation .....	210
5.4	COMPARAISON ENTRE LES SPECTRES MESURES ET LE CALCUL .....	215
<b>6.</b>	<b>MESURES EFFECTUEES PAR REFLECTOMETRIE OPTIQUE A FAIBLE COHERENCE.....</b>	<b>217</b>
6.1	LES SPECTRES DE REFLECTIVITES .....	217
6.2	LA DISPERSION DE VITESSE DE GROUPE .....	218
6.3	LA BIREFRINGENCE .....	219
6.4	ETUDE OLCR REALISE SUR UN MICRO-RESONATEUR .....	221
6.5	CONCLUSION SUR L'ETUDE OLCR .....	223
<b>7.</b>	<b>CONCLUSION DU CHAPITRE III.....</b>	<b>224</b>
	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>225</b>
	<b>ANNEXES .....</b>	<b>227</b>
	ANNEXE I.1: Tableau récapitulatif de différentes études bibliographiques présentant une technologie de réalisation. ....	228
	ANNEXE II.1: Formules chimiques des polymères utilisés. ....	238
	ANNEXE II.2 : Mécanisme de dissolution d'un polymère amorphe .....	239
	ANNEXE II.3 : Evolution de l'épaisseur en fonction de la vitesse de rotation de la tournette et de la concentration du PMMA dans le TCE .....	241
	ANNEXE II.4 : Etude de l'adhérence – Test d'adhérence .....	242
	ANNEXE II.5 : Evolution de la diffraction en fonction de la largeur de la fente et de la distance e du plan d'observation par rapport aux fentes (=épaisseurs de la résine) .....	253
	ANNEXE II.6 : Evolution de la diffraction en fonction de la largeur de la fente et pour un gap=0,13µm. Les traits pointillés représentent la taille de la fente .....	255
	ANNEXE II.7 : Outils utilisés pour estimer les écarts entre les points issus du calcul exact et les courbes approchées (Calcul de diffraction) .....	257
	ANNEXE III.1 : Quelques éléments de l'approximation de Marcatali.....	258
	ANNEXE III.2 : Résumé des différents indices de réfraction utilisés dans cette étude .....	259
	ANNEXE III.3 : Représentation schématique des deux masques conçus durant cette thèse .....	260
	ANNEXE III.4 : Résumé des différentes valeurs des gaps nécessaires pour des largeurs $a_{réduit}$ des guides effilés à l'endroit du couplage avec l'anneau.....	263

## Table des matières

ANNEXE III.5 : Divers calculs réalisés dans une étude interne au CCLO.....	264
ANNEXE III.6 : Réponses spectrales normalisées et simulées de différents micro-résonateurs .....	266
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>271</b>
<b>PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS ISSUES DE CETTE THESE .....</b>	<b>282</b>

# TABLE DES FIGURES

## Chapitre I :

Figure I.1	: Représentations schématiques du trajet optique d'un faisceau incident au passage d'un dioptre plan ( $n_2 < n_1$ ). .....	5
Figure I.2	: Différents types de guides d'onde optiques selon leur utilisation. a) guide plan, b) guide canal, c) fibre optique. ....	6
Figure I.3	: Représentation de différentes structures de guide canal vues en coupe. $n_r$ , $n_c$ , $n_s$ et $n_l$ correspondent respectivement à l'indice du revêtement, du cœur, du substrat et latéral.....	7
Figure I.4	: Schéma représentatif des étapes de la méthode de l'indice effectif. ....	8
Figure I.5	: Schéma représentatif des étapes de la méthode de l'indice effectif (2 <sup>ème</sup> méthode de décomposition). ....	8
Figure I.6	: Représentation d'un guide plan dissymétrique .....	10
Figure I.7	: Courbes de dispersion d'un guide plan symétrique en fonction de l'épaisseur ou de la largeur de ce guide. (a) $\Delta n = 0,2$ , (b) $\Delta n = 2$ . ....	10
Figure I.8	: Représentation de la fenêtre de longueurs d'ondes utilisée dans le réseau WDM et appellation des différentes bandes utilisées dans les télécoms : O = Original (1260-1360)nm, E = Extended (1360-1460)nm, S = Short (1460-1530)nm, C = Conventional (1530-1565)nm, L = Long (1565-1625)nm et U = Ultra-long (1625-1675)nm. Le tableau récapitule les différences en nombre de longueurs d'ondes multiplexées et en espacement dans les différents types de WDM.....	12
Figure I.9	: Représentation schématique des formes usuelles de cavité résonantes. a) anneau, b) disque, c) sphère, d) «hippodrome ».....	13
Figure I.10	: Représentation du trajet optique d'un rayon lumineux à l'intérieur d'une surface circulaire. ....	13
Figure I.11	: Représentation du schéma d'un filtre en longueur d'ondes à d'un micro-résonateur en anneau.....	14
Figure I.12	: Représentations schématiques de deux configurations utilisées pour réaliser des micro-multiplexeurs. ....	16
Figure I.13	: Représentation d'un micro-résonateur dont les guides sont coudés sur l'anneau [10]. ....	17
Figure I.14	: Réponse spectrale du filtre en fonction du nombre d'anneaux mis en cascade [18]. ....	18
Figure I.15	: Schéma représentant l'interféromètre Mach-Zehnder à base de micro-résonateurs [19]. ....	18

## Table des figures

Figure I.16	: Représentation schématique des doubles anneaux et de l'endroit de l'insolation [26].	20
Figure I.17	: Représentation schématique d'un micro-résonateur à angle droit [27].	20
Figure I.18	: Représentation schématique de l'injection entre une fibre TEC et un petit guide à travers un grand guide (30x30 $\mu$ m) [34].	24
Figure I.19	: Evolution des pertes en fonction d'un défaut de positionnement latéral entre la fibre TEC et le grand guide de 30x30 $\mu$ m comparé à l'évolution des pertes entre deux fibres SMF [34].	25
Figure I.20	: Représentation par ordre décroissant des intensités relatives des principales harmoniques dans le domaine des télécoms.	34
Figure I.21	: Représentation schématique des étapes principales des différentes méthodes de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères.	43
Figure I.22	: Schéma montrant l'obtention d'un motif : (a) en utilisant une résine positive, (b) en utilisant une résine négative.	45
Figure I.23	: Représentation schématique du procédé de réalisation de S. Brunner et al. de guides d'ondes	48
Figure I.24	: Représentation schématique des trois méthodes de remplissage des moules.	50
Figure I.25	: Représentation des deux procédés de lithographie par nanoimpression.	51
Figure I.26	: Diverses structures obtenues par nanoimpression par K. D. LEE et al. [103] a) polariseurs à grille de nanofils, b) filtres à base de réseau de Bragg et c) micro-résonateurs.	52
Figure I.27	: Représentation schématique d'un système de gravure à configuration diode (décharge incandescente).	54
Figure I.28	: Représentation schématique d'un système de gravure à configuration triode (faisceau d'ion).	54
Figure I.29	: Représentation schématique de chacun des mécanismes de gravure.	56
Figure I.30	: Evolution de la rugosité en fonction de la puissance RF (a) et du débit d'oxygène (b) [109].	58
Figure I.31	: Photos MEB de PMMA gravé à 30 mTorr et 30 W: (a) et (c) O <sub>2</sub> pure (50 sccm); (b) et (d) O <sub>2</sub> (25 sccm)/CHF <sub>3</sub> (25 sccm)	60
Figure I.32	: Photos MEB de l'état de gravure à différentes puissances ICP : (a) 500W ICP, (b) 1000W ICP	60

## Chapitre II :

Figure II.1	: Représentation schématique d'une goutte de liquide déposée sur une surface solide.	68
Figure II.2	: Représentation schématique des deux cas de mouillabilité de surface selon l'angle de mouillabilité $\theta$ .	69
Figure II.3	: Représentation schématique du montage servant à regarder les angles de mouillabilité.	70

## Table des figures

<b>Figure II.4</b>	<b>: Photo d'une goutte d'un mélange PMMA/TCE (300g.L<sup>-1</sup>).....</b>	<b>70</b>
<b>Figure II.5</b>	<b>: Photo d'une goutte d'un mélange PMMA/acétone (300g.L<sup>-1</sup>). ....</b>	<b>71</b>
<b>Figure II.6</b>	<b>: Représentation schématique du montage d'interférométrie. ....</b>	<b>73</b>
<b>Figure II.7</b>	<b>: Représentation d'un substrat de silicium sur lequel est déposé le polymère et de l'axe le long duquel est effectuée la mesure (trait pointillé).....</b>	<b>73</b>
<b>Figure II.8</b>	<b>: Courbes représentant la cartographie de dépôts de PMMA (200g.L<sup>-1</sup>) à différentes vitesses de rotation de la tournette. ....</b>	<b>74</b>
<b>Figure II.9</b>	<b>: Courbes représentant la cartographie de dépôts de PMMA (250g.L<sup>-1</sup>) à différentes vitesses de rotation de la tournette. ....</b>	<b>74</b>
<b>Figure II.10</b>	<b>: Représentation schématique du système de nettoyage du bord des dépôts. ....</b>	<b>75</b>
<b>Figure II.11</b>	<b>: Photo au microscope optique représentant le décollement des guides PMMA en bord d'échantillon. ....</b>	<b>77</b>
<b>Figure II.12</b>	<b>: A gauche, coupe du corps de tête attaché au piston collé au polymère. A droite, représentation du système de collage du piston avec la bague. ....</b>	<b>78</b>
<b>Figure II.13</b>	<b>: Répartition des différentes séries de mesure effectuées en fonction de la valeur en % de l'écart type d'une série par rapport à la moyenne de cette même série.....</b>	<b>78</b>
<b>Figure II.14</b>	<b>: Schéma du montage correspondant à la configuration n°1.....</b>	<b>79</b>
<b>Figure II.15</b>	<b>: Schéma du montage utilisé pour les essais d'adhérence (configuration n°2). ....</b>	<b>80</b>
<b>Figure II.16</b>	<b>: Schéma des accessoires de maintien de l'échantillon à la machine de traction. ....</b>	<b>81</b>
<b>Figure II.17</b>	<b>: Représentation schématique des différentes couches déposées avant l'étape de photolithographie.....</b>	<b>83</b>
<b>Figure II.18</b>	<b>: Représentation schématique des étapes nécessaires pour la réalisation de motifs avec la résine photosensible (SPR 700-0.8) préconisées par les fournisseurs.....</b>	<b>84</b>
<b>Figure II.19</b>	<b>: Photo AFM des rides apparaissant à la surface de la bicouche PMMA/Or après recuit à 115°C.....</b>	<b>84</b>
<b>Figure II.20</b>	<b>: Différentes sondes de mesure utilisée en ATM. ....</b>	<b>90</b>
<b>Figure II.21</b>	<b>: Exemple de représentation de la température fictive sur le diagramme d'enthalpie en fonction de la température mesuré en DSC [117].....</b>	<b>91</b>
<b>Figure II.22</b>	<b>: Représentation schématique du montage d'analyse thermomécanique (ATM) ....</b>	<b>93</b>
<b>Figure II.23</b>	<b>: Courbes ATM montrant l'évolution de la transition vitreuse en fonction de la température de recuit. Le temps de recuit est de 15 minutes. ....</b>	<b>95</b>
<b>Figure II.24</b>	<b>: Courbe ATG du PMMA réalisées au CCLO avec une vitesse de montée en température de 10°C.min<sup>-1</sup>. (a) Courbes ATG mesurée. (b) sa dérivée... ..</b>	<b>96</b>

<b>Figure II.25</b>	<b>: Courbes ATM montrant l'évolution de la transition vitreuse en fonction de temps de recuit. La température de recuit est de 150°C. ....</b>	<b>97</b>
<b>Figure II.26</b>	<b>: Représentation des différents <math>Tg_i</math>.....</b>	<b>98</b>
<b>Figure II.27</b>	<b>: Evolution des trois points particuliers (<math>Tg_1</math>, <math>Tg_2</math> et <math>Tg_3</math>) en fonction du temps de recuit. a) <math>Tg_1</math>, b) <math>Tg_2</math> et c) <math>Tg_3</math>.....</b>	<b>99</b>
<b>Figure II.28</b>	<b>: Comparaison de l'évolution de <math>Tg_1</math> (température de début de déformation) en fonction du temps de recuit à 150°C et à 200°C.....</b>	<b>100</b>
<b>Figure II.29</b>	<b>: Evolution de la <math>Tg</math> en fonction de la température de recuit et de la pression pour un temps de recuit de 15 minutes.....</b>	<b>101</b>
<b>Figure II.30</b>	<b>: Evolution de la <math>Tg</math> en fonction du temps de recuit à 150°C et de la pression. ....</b>	<b>101</b>
<b>Figure II.31</b>	<b>: Evolution de la déformation en fonction du temps à température constante (115,5°C) et à force constante (100mN) pour différents temps de recuit à 150°C. ....</b>	<b>103</b>
<b>Figure II.32</b>	<b>: Schéma du montage de visualisation de l'apparition des rides à la surface des bicouches polymères/or.....</b>	<b>106</b>
<b>Figure II.33</b>	<b>: Photos AFM de l'évolution des rides d'un système (Au/PMMA) en fonction de la température de recuit de la couche de PMMA.....</b>	<b>109</b>
<b>Figure II.34</b>	<b>: Evolution de la déformation mesurée en ATM et du module d'Young calculée précédemment en fonction de la Température. ....</b>	<b>111</b>
<b>Figure II.35</b>	<b>: Représentation schématique des systèmes traditionnels de photo-répétition. ....</b>	<b>114</b>
<b>Figure II.36</b>	<b>: Représentation des différents paramètres utilisés dans les équations II.23 et II.24. ....</b>	<b>115</b>
<b>Figure II.37</b>	<b>: Photo au microscope optique (x500) d'un gap d'environ 0,8<math>\mu</math>m. (a) plaquage du masque sous un poids de 900g. (b) plaquage sous vide.....</b>	<b>116</b>
<b>Figure II.38</b>	<b>: Evolution de la résolution en fonction de l'épaisseur de la résine.....</b>	<b>118</b>
<b>Figure II.39</b>	<b>: Représentation schématique des différentes notations utilisées dans cette étude. (a) représentation de la surface S formée par les sections (A, B et C). (b) représentation des angles (n,s) et (n,r).....</b>	<b>119</b>
<b>Figure II.40</b>	<b>: Représentation de la distance <math>r'</math> (source – plan de la fente) .....</b>	<b>120</b>
<b>Figure II.41</b>	<b>: Evolution des minima et des maxima du rapport <math>I/I_0</math> en fonction de la largeur des fentes.....</b>	<b>122</b>
<b>Figure II.42</b>	<b>: Evolution de la partie non insolée en fonction de la largeur de la fente pour <math>I/I_0=0,830</math>.....</b>	<b>123</b>
<b>Figure II.43</b>	<b>: Evolution de la partie non-insolée en fonction de la largeur de la fente.. ..</b>	<b>123</b>
<b>Figure II.44</b>	<b>: Evolution de <math>a_1</math> et <math>a_3</math> en fonction de <math>a</math>. En bleu pointillé : valeurs trouvées empiriquement. En rouge : courbes approchés des points en bleus. ....</b>	<b>125</b>

## Table des figures

<b>Figure II.45</b>	<b>: Evolution des parties non-insolées en fonctions de la largeur des fentes pour <math>a=1 ; 1,5 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 ; 8</math> et <math>10</math> .....</b>	<b>125</b>
<b>Figure II.46</b>	<b>: Evolution typique de la partie insolée de la résine en fonction de la dose d'énergie d'exposition. ....</b>	<b>127</b>
<b>Figure II.47</b>	<b>: Evolution des dimensions des gaps et des guides en fonctions du temps d'insolation (2s, 4s, 8s). En haut photo en microscopie optique (x2500). En bas, image AFM sur des surfaces de <math>5,1 \times 5,1 \mu\text{m}^2</math>. L'espacement entre guide et anneau est d'environ <math>0,8 \mu\text{m}</math> et la largeur du guide est de <math>1,2 \mu\text{m}</math> sur le masque. ....</b>	<b>128</b>
<b>Figure II.48</b>	<b>: Evolution de <math>a_1</math> en fonction de <math>a</math>, de <math>n</math> et de <math>e</math>. ....</b>	<b>132</b>
<b>Figure II.49</b>	<b>: Représentation du faisceau transmis après diffraction par une fente. (a) <math>f=\lambda/2</math>. (b) <math>f&lt;\lambda/2</math>. [133].....</b>	<b>133</b>
<b>Figure II.50</b>	<b>:Evolutions de <math>a_1</math> en fonction de <math>a</math> obtenues par la méthode présentée dans ce paragraphe (en noir) et par l'approximation de Fresnel (en rouge). ....</b>	<b>134</b>
<b>Figure II.51</b>	<b>: Représentation schématique des différentes étapes réalisées avant la gravure. ....</b>	<b>135</b>
<b>Figure II.52</b>	<b>: Photo MEB des motifs PMMA gravés avec la méthode gravure non optimisée. (a) Photo MEB(x17000) d'un guide droit. (b) Photo MEB (x8000) d'un adaptateur de mode segmenté.....</b>	<b>139</b>
<b>Figure II.53</b>	<b>: Photo MEB (x7000) d'un guide PMMA gravé sous une pression d'enceinte de 10mTorr.....</b>	<b>140</b>
<b>Figure II.54</b>	<b>: Photo MEB de motifs PMMI gravés avec une puissance de 150W. (a) guide vu en coupe. (b) guide vu de dessus.....</b>	<b>140</b>
<b>Figure II.55</b>	<b>: Photo MEB de guides droits. (a) guide PMMI (x7000) (<math>1,3 \times 1,5 \mu\text{m}^2</math>). (b) guide PMMA (x8000) (<math>4 \times 2,3 \mu\text{m}^2</math>). ....</b>	<b>141</b>
<b>Figure II.56</b>	<b>: Photo MEB illustrant la rugosité des flancs d'un motif PMMI gravé dans les dernières conditions retenues .....</b>	<b>142</b>
<b>Figure II.57</b>	<b>: Photo au microscope optique (x50) de motifs cassés après dépôt du PMATRIFE .....</b>	<b>143</b>
<b>Figure II.58</b>	<b>: Caractéristique de dépôt du PMMI. (a) : Evolution de l'épaisseur du PMMI en fonction de la concentration pour une vitesse de rotation de la tournette de <math>3500 \text{tr} \cdot \text{min}^{-1}</math>. (b) : Cartographie d'un dépôt de PMMI (<math>190 \text{g} \cdot \text{L}^{-1}</math> dans le TCE). ....</b>	<b>147</b>
<b>Figure II.59</b>	<b>: Courbes ATG du PMMI brut et en solution.....</b>	<b>148</b>
<b>Figure II.60</b>	<b>: Courbes ATG de trois solutions (PMMI/TCE : <math>200 \text{g} \cdot \text{L}^{-1}</math>) de poids initiaux différents. ....</b>	<b>149</b>
<b>Figure II.61</b>	<b>: Evolution de la Tg du PMMI en fonction de la température de recuit. ..</b>	<b>150</b>
<b>Figure II.62</b>	<b>: Evolution de la Tg du PMMI en fonction de temps de recuit à <math>150^\circ\text{C}</math>. ...</b>	<b>150</b>
<b>Figure II.63</b>	<b>: Evolution de la déformation en fonction du temps à température constante (<math>115,5^\circ\text{C}</math>) et à force constante (100mN) du PMMI (<math>120^\circ\text{C}/15\text{min}</math>) et le PMMA (<math>150^\circ\text{C}/15\text{min}</math> et 4h).....</b>	<b>151</b>

Figure II.64	: Photos (x50) au microscope optique des défauts apparus après dépôt du PMMI sur la silice.....	152
Figure II.65	: Photo au microscope optique (x50) des craquelures après dépôt du PMATRIFE sur les guides en PMMI.....	154
Figure II.66	: Représentation schématique des différentes couches déposées. (a) sans la couche de silice. (b) avec la couche de silice.....	154
Figure II.67	: Evolution des $Tg_3$ (point d'inflexion) du PMMA et du PVCi en fonction du temps de recuit à 150°C.....	156
Figure II.68	: Exemple de défaut qui peut être présent après le clivage d'un échantillon (guide PMMI). .....	164

### Chapitre III :

Figure III.1	: Représentation des guides utilisés dans cette étude. a) guide en relief. b) guide enterré à partir d'un « ridge » .....	166
Figure III.2	: Représentation schématique d'un taper segmenté.....	169
Figure III.3	: Représentation schématique du fonctionnement de la méthode de caractérisations « m-lines ».....	172
Figure III.4	: Représentation schématique du banc de caractérisation par la méthode du champ proche.....	174
Figure III.5	: Schéma du montage OLCR utilisé à l'ENST de Paris. (Reproduit avec l'autorisation des auteurs).....	175
Figure III.6	: (a) Représentation de différents réflectogrammes en entrée et sortie d'une fibre. (b) Représentation du temps de groupe en fonction de $\lambda$ . (c). Différents spectres de réflectivité [140]. .....	176
Figure III.7	: A gauche, évolution des intensités relatives en fonction des diamètres des pores des filtres (en $\mu\text{m}$ ). A droite, évolution des pertes totales (moins les pertes par réflexion Fresnel) en fonction des diamètres des pores des filtres, ces évolutions sont montrées à $\lambda=1300\text{nm}$ et à $\lambda=1550\text{nm}$ . .....	179
Figure III.8	: Spectre d'absorption sur le PMMA en pastille. Bandes d'absorption dues aux harmoniques de vibration de liaisons C-H dans le plan. Massif 1 = 2 <sup>ème</sup> harmonique. Massif 2 = bande de combinaison. Massif 3 = 3 <sup>ème</sup> harmonique .....	181
Figure III.9	: Evolution des pertes totales en fonction de l'épaisseur des pastilles de PMMA. En rouge traitement thermique à 200°C et en noir à 150°C. ....	182
Figure III.10	: Evolution des pertes totales en fonction de l'épaisseur des pastilles de PMMI. ....	183
Figure III.11	: Représentation schématique des différentes notations des intensités lumineuses prises en compte dans cette étude. ....	184
Figure III.12	: Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMA à $\lambda=1300\text{nm}$ et à $\lambda=1550\text{nm}$ .....	188

## Table des figures

<b>Figure III.13</b>	<b>: Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMA à <math>\lambda=1300\text{nm}</math> et à <math>\lambda=1550\text{nm}</math> (deuxième série).....</b>	<b>190</b>
<b>Figure III.14</b>	<b>: Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMI à <math>\lambda=1300\text{nm}</math> et à <math>\lambda=1550\text{nm}</math>. ....</b>	<b>191</b>
<b>Figure III.15</b>	<b>: Evolution des pertes en fonction de la distance entre le prisme et la sortie du guide pour un guide plan PMMA/SiO<sub>2</sub> (recuit à 100°C/15min) à <math>\lambda=1550\text{nm}</math> (trois séries de mesures).....</b>	<b>193</b>
<b>Figure III.16</b>	<b>: Evolution des pertes en fonction de la distance entre le prisme et la sortie du guide pour un guide plan PMMA/SiO<sub>2</sub> (150°C/4h) à <math>\lambda=1550\text{nm}</math> (deux série de mesures). ....</b>	<b>194</b>
<b>Figure III.17</b>	<b>: En haut : photos de la lumière en sortie de guide en PMMA de différentes largeurs (w) et d'épaisseurs 2,2<math>\mu\text{m}</math>. En bas, allures des modes en bleu, courbe gaussienne approchée en rose.....</b>	<b>196</b>
<b>Figure III.18</b>	<b>: En haut : photos de la lumière en sortie de guide en PMMI de différentes largeurs (w) et d'épaisseurs 1,4<math>\mu\text{m}</math>. En bas, allures des modes en bleu, courbe gaussienne approchée en rose.....</b>	<b>197</b>
<b>Figure III.19</b>	<b>: Photo MEB de guides mal clivés. (a) et (b) en PMMA. (c) en PMMI. ....</b>	<b>200</b>
<b>Figure III.20</b>	<b>: Réflectogramme d'un guide PMMA (2x2,4<math>\mu\text{m}^2</math>) mesuré au CCLO. La figure à l'intérieur correspond à un ajustement linéaire de la partie central du spectre. ....</b>	<b>201</b>
<b>Figure III.21</b>	<b>: Evolution de la finesse et de l'efficacité d'extraction en fonction du taux de couplage [4] .....</b>	<b>204</b>
<b>Figure III.22</b>	<b>: Schéma représentatif des différentes notations employées par la suite pour un filtre à base de micro-anneau. ....</b>	<b>206</b>
<b>Figure III.23</b>	<b>: Représentation schématique des différentes notations exposées précédemment. ....</b>	<b>206</b>
<b>Figure III.24</b>	<b>: Evolution de la finesse en fonction du taux de couplage, de l'indice effectif et du rayon de courbure de l'anneau.....</b>	<b>207</b>
<b>Figure III.25</b>	<b>: Photo au microscope optique d'un gap entre guide et anneau obtenue lors des premières réalisations. ....</b>	<b>208</b>
<b>Figure III.26</b>	<b>: Réponse spectrale d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE mesurée à la sortie "OUT". ....</b>	<b>208</b>
<b>Figure III.27</b>	<b>: Réponse spectrale d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE mesurée à la sortie "DROP" d'un double anneaux. ....</b>	<b>209</b>
<b>Figure III.28</b>	<b>: Représentation schématique de la conséquence d'un faible décalage entre les longueur d'onde de résonance entre le petit et le grand anneau.....</b>	<b>210</b>
<b>Figure III.29</b>	<b>: Réponses spectrales simulées en puissance d'un micro-résonateur à base d'anneau dont le rayon R=170<math>\mu\text{m}</math> et l'indice effectif est d'environ 1,446 (PMMA/PMATRIFE). (a) en échelle linéaire. (b) en échelle logarithmique.....</b>	<b>211</b>
<b>Figure III.30</b>	<b>: Réponses spectrales à la sortie OUT d'un filtre à base de micro-anneaux réalisé en PMMI/PMATRIFE (w=1,4<math>\mu\text{m}</math>, e=2,2<math>\mu\text{m}</math> et R=90<math>\mu\text{m}</math>). ....</b>	<b>212</b>

## Table des figures

<b>Figure III.31</b>	<b>: Représentation des différentes réponses spectrales de filtres à base de micro-anneau. En bleu : le signal OUT ou transmis. En rose : le signal DROP.</b>	<b>213</b>
<b>Figure III.32</b>	<b>: Multiplexeur/démultiplexeur à 4 longueurs d'ondes. (a) : Schéma représentatif. (b) Photo MEB (x60).</b>	<b>214</b>
<b>Figure III.33</b>	<b>: Réponse spectrale à la sortie 1 du DEMUX.</b>	<b>215</b>
<b>Figure III.34</b>	<b>: Spectres de réflectivités de guide PMMA. (a) : <math>w=4\mu\text{m}</math>. (b) : <math>w=10\mu\text{m}</math>.</b>	<b>217</b>
<b>Figure III.35</b>	<b>: Spectres de réflectivités d'un guide PMMI de largeur <math>4\mu\text{m}</math>.</b>	<b>218</b>
<b>Figure III.36</b>	<b>: Evolution des temps de groupe en fonction de <math>\lambda</math>. (a) : guide PMMA, <math>w=4\mu\text{m}</math>. (b) : guide PMMI, <math>w=4\mu\text{m}</math>.</b>	<b>219</b>
<b>Figure III.37</b>	<b>: Evolution de la biréfringence en fonction de la polarisation du signal en entrée du guide d'onde en PMMI (<math>w=4\mu\text{m}</math>). (a) Spectres de réflectivités. (b) différents Réflectogrammes. (Entrée) = mesure en entrée du guide d'onde. (<math>0^\circ</math>), (<math>45^\circ</math>) et (<math>90^\circ</math>) = mesures en sortie de guide d'onde avec des polarisations relatives en entrée à <math>0^\circ</math>, <math>45^\circ</math> <math>90^\circ</math> respectivement.</b>	<b>220</b>
<b>Figure III.38</b>	<b>: Spectres de réflectivités en sortie de guides PMMI pour une polarisation à <math>45^\circ</math>.</b>	<b>221</b>
<b>Figure III.39</b>	<b>: (a) : différents résultats obtenus sur un micro-résonateur en PMMA (<math>r=170\mu\text{m}</math>). (a) réflectogramme entier. (b) : représentation du temps de groupe en fonction de <math>\lambda</math>. (c) : Spectres de réflectivité.</b>	<b>222</b>

# LISTE DES TABLEAUX

## Chapitre I :

Tableau I.1	: Evolution des pertes à l'injection en fonction des rayons des modes de la fibre et du guide .....	22
Tableau I.2	: Classement des tapers en neuf catégories selon des critères optiques ou opto-géométriques.....	23
Tableau I.3	: Récapitulatif des longueurs d'ondes et intensités relatives des harmoniques des différentes vibrations de liaisons [] existant dans le domaine (1260-1675) nm des télécoms.....	33
Tableau I.4	: Equation des droites représentant l'évolution de $\log(\epsilon^{(n)})$ en fonction de n. ....	35
Tableau I.5	: Récapitulatifs des nouveaux matériaux polymères ayant le moins de pertes par propagation présentés par Ma. Et al [83].....	40
Tableau I.6	: Indices de réfraction en fonction du taux de dopage dans le PVA. ...	53
Tableau I.7	: Résumé de différentes méthodes de gravure sèche et de leur domaine de pression, de leurs mécanismes et sélectivité de gravure. ....	55
Tableau I.8	: Phénomènes présents suivant l'énergie cinétique des particules. ....	57

## Chapitre II :

Tableau II.1	: Résumés des difficultés rencontrées au cours des différentes étapes de la technologie de réalisation choisie au CCLO.....	65
Tableau II.2	: Valeurs des paramètres de solubilité du PMMA pour différentes forces de liaisons hydrogènes du solvant [116].....	67
Tableau II.3	: Les paramètres de solubilité pour quelques solvants à liaisons faibles et moyennes [116]. ....	67
Tableau II.4	: Valeurs de $\theta$ mesurée avec différentes solutions.....	70
Tableau II.5	: Diverses données thermodynamiques concernant quelques solvants..	71
Tableau II.6	: Moyennes et écarts types des mesures effectuées à diverses concentrations et vitesses de rotation. ....	75
Tableau II.7	: Contraintes obtenues sur les échantillons de PMMA avec la nouvelle configuration $n^{\circ}2$ .....	81

## Liste des tableaux

Tableau II.8	: Résumé de différentes résines commerciales ainsi que les temps et températures de recuits préconisées.....	85
Tableau II.9	: Evolution de la température de transition vitreuse du PMMA en fonction de sa tacticité [116].....	88
Tableau II.10	: Valeurs des Tg en fonction du solvant utilisé.....	94
Tableau II.11	: Valeurs des différents paramètres a, d et k pour les courbes de la Figure II.27 dont l'équation est de la forme $a \cdot (1 - \exp(-(k \cdot t)^d))$ .....	98
Tableau II.12	: Tableau récapitulatif des différentes conditions de traitement thermique. Par soucis de clarté, seules les valeurs de Tg <sub>2</sub> (entre parenthèse) et Tg <sub>3</sub> sont données ainsi que des différences de Tg <sub>i</sub> existant entre Patm et PV. ....	102
Tableau II.13	: Tableau récapitulatif des valeurs de déformation pour les échantillons recuits à 150°C à des temps différents. ....	103
Tableau II.14	: Récapitulatifs des températures d'apparition des rides en fonction des conditions de recuit. ....	106
Tableau II.15	: Récapitulatif des rugosités de surface obtenues à diverses températures de recuit ainsi que les longueurs d'onde des rides associées et une estimation des modules d'Young. ....	110
Tableau II.16	: Evolution du développement de la résine en fonction du temps de recuit après insolation à 85°C. ....	112
Tableau II.17	: Evolution de l'épaisseur de la résine en fonction de la dilution dans l'acétone. ....	118
Tableau II.18	: Valeur de a <sub>4</sub> en fonction de a. ....	124
Tableau II.19	: Valeurs de a <sub>1</sub> en fonction de la méthode utilisée.....	134
Tableau II.20	: Indice de réfraction de divers matériaux. ....	136
Tableau II.21	: Récapitulatifs des épaisseurs et des écarts types obtenus à l'interféromètre et au spectromètre pour différentes concentrations de PMMI/TCE.....	147
Tableau II.22	: Résumé des valeurs des angles de mouillabilité mesurés de solution de PMMI/TCE sur PMATRIFE et su silicium.....	153
Tableau II.23	: Pertes d'épaisseur en fonction de la durée d'exposition de couche de PMATRIFE au TCE et en fonction du traitement thermique de la couche de PMATRIFE au préalable. ....	153

### Chapitre III :

Tableau III.1	: Récapitulatif des différents paramètres concernant les micro-résonateurs.....	167
Tableau III.2	: Résumé des différentes fonctions prévues sur le masque RAM.....	168
Tableau III.3	: Récapitulatif des constantes a, d et k utilisées dans l'équation $a(1 - e^{-(k \cdot x)^d})$ .....	180

<b>Tableau III.4</b>	<b>: Récapitulatifs des différentes valeurs de <math>\alpha</math> et <math>n_v</math> en fonction de A. ....</b>	<b>186</b>
<b>Tableau III.5</b>	<b>: Récapitulatifs des différentes valeurs de <math>\beta</math> et <math>n_p</math> en fonction A'. .....</b>	<b>187</b>
<b>Tableau III.6</b>	<b>: Récapitulatif des différents calculs réalisés pour obtenir les pertes en <math>\text{dB.cm}^{-1}</math> pour une solution donnée (ici PMMA/TCE <math>100\text{g.L}^{-1}</math>).....</b>	<b>187</b>
<b>Tableau III.7</b>	<b>: Résumé des différentes grandeurs retenues pour l'estimation des pertes dans les solutions (PMMA/TCE) à différentes concentrations.....</b>	<b>188</b>
<b>Tableau III.8</b>	<b>: Récapitulatifs des pertes obtenues à <math>\lambda=1300\text{nm}</math> et à <math>\lambda=1550\text{nm}</math> en fonction de la longueur de la cuve utilisée. ....</b>	<b>189</b>
<b>Tableau III.9</b>	<b>: Valeurs des pertes mesurées sur des cuves remplies de TCE seul à <math>\lambda=1300\text{nm}</math> et à <math>\lambda=1550\text{nm}</math>.....</b>	<b>190</b>
<b>Tableau III.10</b>	<b>: Récapitulatif des différents diamètres de modes mesurés (<math>\Phi_{\text{mode}}</math>), obtenus à l'aide d'une gaussienne (<math>\Phi_{\text{mode Gaussienne}}</math>) et calculés (<math>\Phi_{\text{calculé TE}}</math>).....</b>	<b>198</b>
<b>Tableau III.11</b>	<b>: Récapitulatif des pertes mesurées sur des guides en PMMA et en PMMI. ....</b>	<b>199</b>
<b>Tableau III.12</b>	<b>: Récapitulatif des différentes mesures de pertes linéiques obtenues par la méthode OLCR sur des guides PMMA et PMMI.....</b>	<b>202</b>
<b>Tableau III.13</b>	<b>: Valeur des rayons de courbure minimaux choisis pour les anneaux afin d'avoir des pertes inférieures à <math>0,01\text{dB.cm}^{-1}</math>.....</b>	<b>205</b>
<b>Tableau III.14</b>	<b>: valeurs des gaps retenus en fonctions des <math>\Delta n</math> et des rayons de courbure des anneaux.....</b>	<b>205</b>
<b>Tableau III.15</b>	<b>: Tableau récapitulatif des différentes grandeurs mesurées caractérisant les filtres à base de micro-anneaux.....</b>	<b>216</b>

# INTRODUCTION

Actuellement, le réseau optique est le seul réseau câblé à assurer des transmissions de données longues distances pour les télécommunications. Aujourd'hui, les réseaux de télécommunications optiques vont s'étendre au plus près des particuliers. Ce développement implique la disponibilité de systèmes de plus en plus variés et complexes, incitant la recherche sur les composants de base à progresser vers des solutions de plus en plus intégrées. Dans ce contexte général, les circuits optiques planaires sont une voie qui, pour certaines fonctionnalités, s'avère très intéressante. Pour cela, il faut effectivement imaginer des fonctions plus miniaturisées et maîtriser les technologies qui permettront de les atteindre. La réduction des coûts par l'intégration, la méthode de mise en œuvre et les matériaux utilisés, est de ce fait un objectif important dans ce type de recherche.

Dans le domaine de l'optique intégrée, les polymères ont été employés parfois. Cependant, les travaux relevés utilisent la plupart du temps des polymères souvent standards sans mettre en avant les problèmes rencontrés et les solutions apportées lors de la réalisation.

Sur le plan optique, on peut trouver des familles de polymères qui présentent un choix relativement large d'indice de réfraction (entre 1,4 et 1,6 pour les plus courants). Ceci offre la possibilité de contrastes d'indice de réfraction (entre le cœur et la gaine du guide) de l'ordre de 0,1 à 0,2, qui sont nécessaires pour envisager la miniaturisation de certaines fonctions passives ou actives. L'adaptation et la maîtrise de la technologie pour des couples de matériaux permettant ces contrastes d'indice sont donc indispensables pour espérer améliorer l'intégration des circuits.

Dans ce cadre, une première technologie de réalisation a été étudiée auparavant au laboratoire avec un polymère spécifique. Il s'agit de la photo-inscription de guides d'ondes à base du polymère PVCi. Son avantage principal réside dans la simplification du procédé de fabrication des circuits intégrés optiques, évitant les étapes de gravure. Or, malgré l'obtention d'un record de contraste d'indice de 0,025 à 1550nm, la miniaturisation reste insuffisante pour les applications visées ici.

Ainsi, les objectifs de cette thèse sont d'étudier et de mettre au point une technologie légère et générique permettant la réalisation de guides d'ondes gravés. De cette manière, un champ d'application plus large devient accessible mais aussi, la possibilité de produire des guides suffisamment petits et confinés pour faire en particulier des micro-résonateurs intégrés en vue de réaliser des micro-filtres en longueurs d'ondes.

Le déroulement de cette thèse s'est effectué au CCLO (Centre Commun Lannionnais d'Optique) rattaché au Laboratoire FOTON-ENSSAT et FOTON-ENST Bretagne (UMR-CNRS 6082). Cette étude sera présentée dans ce manuscrit en trois chapitres :

Pour commencer, un bref rappel sur les guides d'ondes est effectué pour s'attarder sur les fonctions utilisées dans cette étude à savoir les micro-résonateurs à base d'anneaux. Ensuite, une étude bibliographique permet de mettre l'accent sur les limitations rencontrées pendant la réalisation technologique de ces fonctions. Puis, une seconde recherche bibliographique est résumée pour, d'une part montrer la grande diversité des matériaux utilisés en optique intégrée en mettant l'accent sur les méthodes de réalisation et d'autre part, cette étude a pour objectif de mettre en avant différentes propriétés des polymères et de préciser certaines limitations qui leur sont liées. Enfin, en exemple, différentes méthodes de réalisation de fonctions optiques en polymères seront présentées succinctement.

Le deuxième chapitre est consacré à l'étude, la compréhension et la résolution de plusieurs problèmes rencontrés pendant la réalisation technologique. Dans ce chapitre, l'étude de chaque étape sera faite avec le PMMA (Poly Méthacrylate de Méthyle) qui est un polymère très répandu. Celui-ci nous a permis d'effectuer diverses mises au point pendant le procédé de fabrication. En premier lieu, l'amélioration des dépôts a abouti à une grande homogénéité des épaisseurs des couches déposées. Par ailleurs, pour quantifier l'adhérence qui est au départ un paramètre important dans le procédé, un protocole de test sur couches minces a été conçu afin d'estimer la force d'adhérence de ces couches sur le substrat. Ensuite, l'on verra que l'optimisation des différentes étapes de la photolithographie standard utilisée pendant notre étude permet de repousser la limite de résolution de cette technique d'une part, et, d'adapter certaines étapes de recuits aux matériaux polymères, d'autre part. Par ailleurs, la tenue thermomécanique du PMMA étant insuffisante pour passer toutes les étapes de réalisation notamment certains recuits indispensables, une étude thermomécanique sera développée grâce à laquelle les guides et filtres optiques en longueurs d'onde pourront être réalisés avec ce polymère. Enfin, l'étape de gravure sera aussi à optimiser et permettra l'obtention des profils désirés (anisotropie de gravure entre autre). Par la suite, ces différentes mises au point seront appliquées sur un autre polymère.

Dans le dernier chapitre seront exposés les divers résultats issus des caractérisations optiques. Une première partie sera consacrée à la contribution apportée pour l'estimation des différents facteurs de pertes dans les matériaux et dans les guides d'ondes. Ensuite, les réponses spectrales de divers micro-résonateurs seront exploitées et comparées aux valeurs attendues pour l'application visée. Enfin, une dernière étude permettra de mettre en avant l'intérêt dans l'utilisation de la réflectométrie optique pour caractériser des guides d'ondes.

## **CHAPITRE I : GUIDES D'ONDES ET FONCTIONS OPTIQUES : ETAT DE L'ART SUR LES METHODES DE REALISATION.**

Ce chapitre présente l'état de l'art concernant les différentes technologies de réalisations de fonctions optiques intégrées passives en polymère. L'optique intégrée est une solution attrayante, notamment dans les télécommunications car elle permet une miniaturisation des circuits et offre ainsi la possibilité de réaliser des fonctions complexes sur un même support plan. Par ailleurs, les polymères sont des matériaux particulièrement intéressants en raison de la relative facilité de mise en œuvre ainsi que de leur coût. De plus, ces matériaux permettent de réaliser des circuits optiques compacts [1] grâce à des contrastes d'indices de réfraction relativement élevés (différence d'indice entre le cœur et la gaine). La gamme de leur indice de réfraction s'étend de 1,4 à 1,6 pour les polymères les plus courants.

Dans la première partie de ce chapitre, les grandes familles de fonctions optiques seront présentées d'une manière succincte pour s'attarder sur le principe de fonctionnement des guides d'ondes puis des fonctions passives de filtrage, principalement les micro-résonateurs. Une partie sera également consacrée aux fonctions de multiplexage. Ensuite, une étude bibliographique sera consacrée aux différents types de guides réalisés avec divers matériaux organiques ou non. Ce chapitre se terminera par une synthèse bibliographique sur les matériaux et les procédés de fabrication. Elle sera plus détaillée car elle correspond à l'état de l'art du cœur du sujet de cette thèse.

Les différentes présentations exposées dans ce chapitre se veulent être générales tout en mettant l'accent sur des résultats marquants dans la littérature. Les démonstrations et autres formules seront détaillées plus amplement dans les chapitres concernés.

### **1. Rappel sur les guides d'ondes**

D'une manière générale, l'expression « optique intégrée » désigne le fait de pouvoir intégrer sur un faible volume plusieurs fonctions optiques élémentaires. Aussi, usuellement cette expression désigne « l'optique intégrée planaire monomode ». Cette dernière permet de réaliser sur un même support plan plusieurs fonctions optiques à l'instar des circuits intégrés en électronique.

Par exemple dans le domaine des télécommunications optiques, il est possible de distinguer quatre technologies [2] :

- Les composants à base de fibre où ces derniers sont fabriqués à partir de la fibre comme les coupleurs, les polariseurs, les filtres ou les multiplexeurs.

- Les dispositifs d'optique intégrée où la lumière est guidée dans des guides d'ondes plans comme les lasers, les modulateurs optiques en semi-conducteurs, les modulateurs de phases et les circuits intégrés photoniques.
- La micro-optique où de simples composants ou une combinaison de composants fonctionnent sur des techniques où la lumière n'est pas guidée, mais qui se fondent sur les éléments diffractifs ou réfléchissants tels que des objectifs, des miroirs, des réseaux de diffraction ou des filtres dichroïques.
- Les modules qui sont des assemblages des autres catégories.

Il existe une grande variété de fonctions optiques intégrées (amplificateurs, détecteurs, coupleurs, contrôleurs de polarisations, filtres, multiplexeurs, ...). Dans le futur, ces différentes fonctions devront être miniaturisées au mieux afin d'en intégrer de plus en plus sur une même surface.

Dans une étude réalisée en 2004, Meint Smit et al. [3] ont essayé de montrer que la loi de Moore pourrait être appliquée à la technologie d'intégration de la micro-photonique. Toutefois, cette étude réalisée sur les AWG\* n'a pu être vérifiée pour le moment que sur quatre niveaux de densités d'intégration différentes. Par ailleurs, ils ont mis en relief le fait qu'en moyenne ces composants ont été commercialisés cinq ans après les premières démonstrations de faisabilité en laboratoire.

Les premiers AWG simples ont été commercialisés en 1994. Les AWG servent pour le multiplexage/démultiplexage des longueurs d'ondes permettant ainsi le traitement d'un signal optique.

Dans notre cas, les fonctions étudiées et réalisées sont des filtres et des multiplexeurs en longueurs d'ondes à base de micro-anneaux. Nous profitons du fait qu'en amont, une thèse sur la modélisation des micro-résonateurs a été soutenue au laboratoire par Carole Arnaud en 2004 [4] dans le cadre d'un contrat d'étude avec France Télécoms R&D Lannion. De ce fait, les dimensions des fonctions choisies ici pour la réalisation des guides ont été obtenues en grande partie grâce aux travaux de cette thèse.

Avant d'examiner la réalisation de ces fonctions, une petite introduction sera faite sur les guides d'ondes.

## 1.1 Les guides d'ondes

D'une manière générale, la propagation d'un phénomène dans un système donné se fait le long de directions particulières en satisfaisant à des conditions propres à ce système. Le guidage de la lumière a été mis en évidence pour la première fois dans une expérience réalisée

---

\* AWG : Arrayed Waveguide Grating = multiplexeur à réseau de guides d'ondes (réseau de phases).

en 1841. A cette date, Daniel Colladon injecta de la lumière dans un jet d'eau à partir d'une simple lampe démontrant ainsi la forme parabolique du jet d'eau et illustrant par la même occasion le phénomène de réflexion interne totale. Un guide d'onde est basé sur ce principe de réflexion totale.

La relation de Snell-Descartes :  $n_1 \cdot \sin(\theta_1) = n_2 \cdot \sin(\theta_2)$ , lie la direction de propagation d'un faisceau incident avec celle du faisceau réfracté pour un dioptre plan. Les différents paramètres sont représentés sur la Figure I.1.

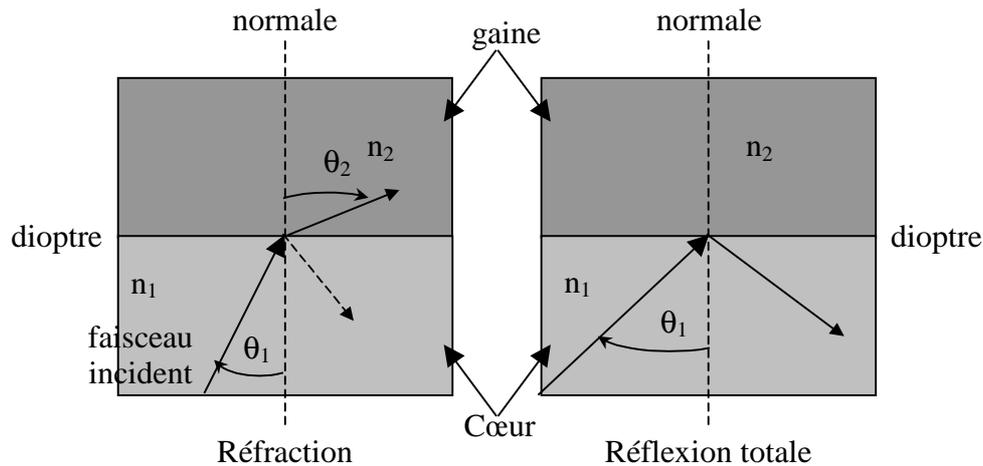


Figure I.1 : Représentations schématiques du trajet optique d'un faisceau incident au passage d'un dioptre plan ( $n_2 < n_1$ ).

→ Dans le cas où  $n_2 > n_1$ , la réflexion totale ne pourra jamais avoir lieu.

→ Dans le cas où  $n_2 < n_1$ , nous notons  $\theta_c = \text{Arcsin}(n_2/n_1)$ .

Au passage du dioptre et pour des angles  $\theta_1 < \theta_c$ , le faisceau incident sera en partie réfracté dans le milieu d'indice  $n_2$  selon la relation de Snell-Descartes. L'autre partie est réfléchi. Le coefficient de réflexion dépend de l'angle d'incidence et de la polarisation de la lumière (Transverse Electrique TE<sup>1</sup> ou Transverse Magnétique TM<sup>2</sup>). Il est donné par les formules de Fresnel suivantes :

$$R_{TE} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_1}}{n_1 \cos \theta_1 + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_1}} \quad \text{I. 1}$$

<sup>1</sup> Transverse Electrique TE : Champ électrique perpendiculaire au plan d'incidence, champ magnétique dans le plan.

<sup>2</sup> Transverse Magnétique TM : Champ magnétique perpendiculaire au plan d'incidence, champ électrique dans le plan.

$$R_{TM} = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} = \frac{n_2^2 \cos \theta_1 - n_1 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_1}}{n_2^2 \cos \theta_1 + n_1 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_1}} \quad I. 2$$

Lorsque  $\theta_1 > \theta_c$  ( $\theta_2 > \pi/2$ ),  $|R| = 1$  ; R est devenu un complexe et un phénomène de réflexion totale apparaît,  $R = \exp(2j\Phi)$ . Les expressions de  $\Phi$  sont données par les formules de Fresnel suivantes :

$$\tan \Phi_{TE} = \frac{\sqrt{n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_2^2}}{n_1 \cos \theta_1} \quad I. 3$$

$$\text{Et } \tan \Phi_{TM} = \frac{n_1^2}{n_2^2} \frac{\sqrt{n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_2^2}}{n_1 \cos \theta_1} \quad I. 4$$

Pour résumer, il est nécessaire d'avoir l'indice de la zone de propagation (appelée cœur) supérieur à celui de la zone de recouvrement (appelée gaine) d'une part et d'injecter la lumière sous un angle tel que  $\theta > \theta_c$  d'autre part.

En pratique, les guides d'onde optiques sont réalisés avec des matériaux diélectriques et peuvent avoir diverses formes selon leurs applications comme le montre la Figure I.2.

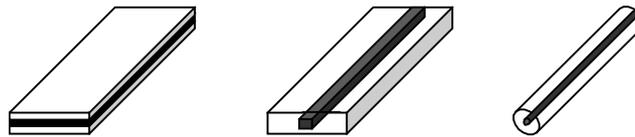


Figure I.2 : Différents types de guides d'onde optiques selon leur utilisation. a) guide plan, b) guide canal, c) fibre optique.

Les deux premiers types de guides peuvent avoir des applications en optique intégrée ou de capteurs tandis que le dernier servira préférentiellement à transmettre l'information sur de longues distances. Dans notre cas, seul le guide « canal » sera réalisé et étudié. Il est possible de distinguer plusieurs structures pour ce type de guide selon la technologie de réalisation utilisée. Les vues en coupe [5] de ces structures sont montrées en Figure I.3.

Pour tous les cas :  $n_c$  est l'indice le plus élevé

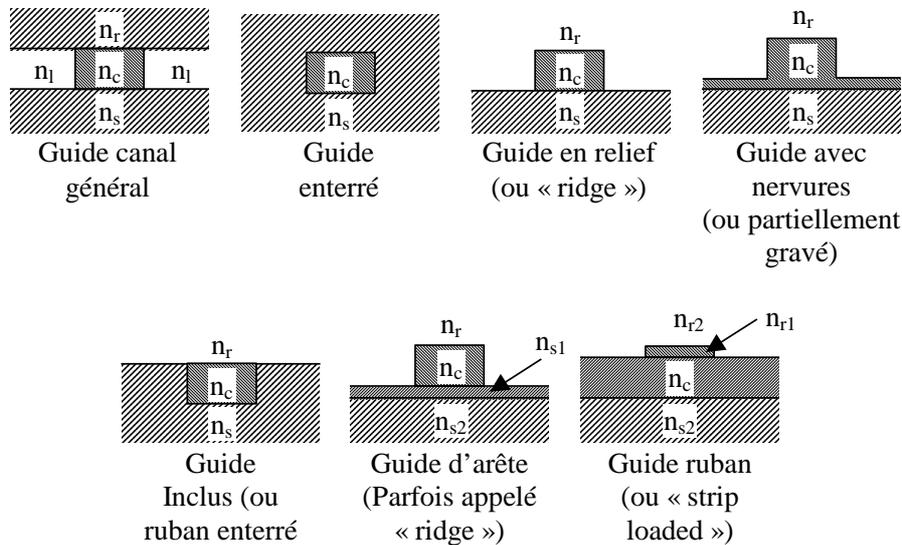


Figure 1.3 : Représentation de différentes structures de guide canal vues en coupe.  $n_r$ ,  $n_c$ ,  $n_s$  et  $n_l$  correspondent respectivement à l'indice du revêtement, du cœur, du substrat et latéral.

Lors de ce travail de thèse, la structure principalement utilisée est celle du guide enterré à partir d'un « ridge ». Ces structures sont réalisées principalement sur des supports en silicium.

## 1.2 Résolutions des équations de Maxwell

Pour tous types ou structures de guides, il est important de pouvoir prédire le comportement des ondes électromagnétiques dans l'espace et le temps avant la réalisation technologique. Issues de la résolution des équations de Maxwell et de l'application des conditions aux limites, des solutions analytiques existent pour les guides plans ou à symétrie circulaire ou elliptique comme les fibres optiques. Toutefois, lorsqu'il s'agit de guide canal l'analyse devient plus complexe puisque l'on se retrouve avec des équations à résoudre faisant intervenir deux variables d'espace ( $x$  et  $y$  si  $z$  est choisie comme direction de propagation).

Il existe des méthodes semi-analytiques et numériques capables de donner des solutions approximatives relativement correctes en fonction de la marge d'erreur que l'on puisse leur octroyer. La méthode semi-analytique la plus simple d'utilisation est celle de l'indice effectif. Cette méthode donne généralement des résultats très proches des résultats expérimentaux et peut être applicable aussi bien aux guides en relief, aux guides enterrés qu'aux guides diffusés.

Dans cette méthode, la conversion du mode est négligeable lors de la réflexion sur les jonctions. Autrement dit, il n'y a pas de couplage TE/TM entre les interfaces lors de la propagation ; seulement les modes TE, et non les modes TM, peuvent être à l'origine des modes  $E_y$ . De même, seulement les modes TM peuvent mener à avoir les modes  $E_x$ . Ainsi, cette méthode est bâtie autour d'un outil mathématique simplificateur ; la séparation des variables (x et y dans notre cas). En pratique, une décomposition de la structure est opérée selon la Figure I.4.

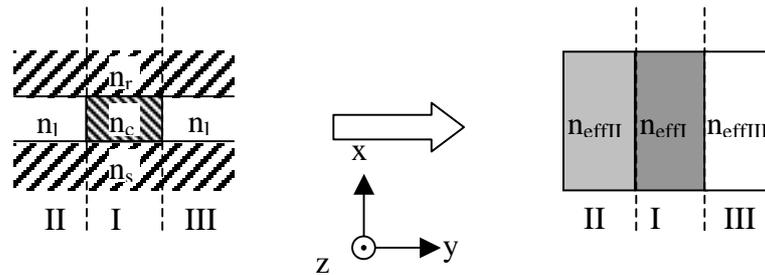


Figure I.4 : Schéma représentatif des étapes de la méthode de l'indice effectif.

Les zones I, II et III sont considérées comme des guides d'ondes pour lesquels des indices effectifs sont calculés. Notons que généralement les zones II et III sont identiques. Cette manipulation ramène par conséquent un problème à deux dimensions à la résolution de deux problèmes à une dimension (guide plan). Une autre forme de décomposition existe et est montrée en Figure I.5.

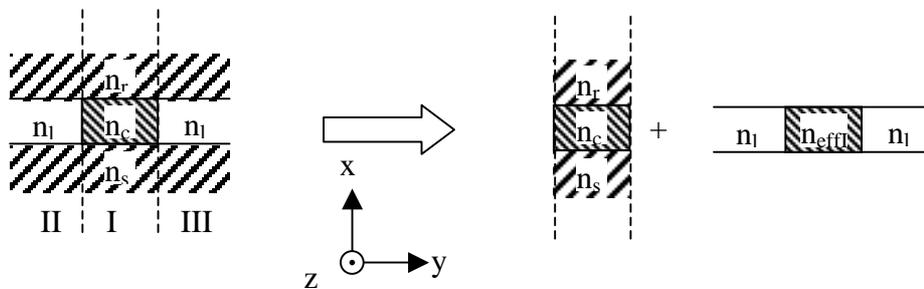


Figure I.5 : Schéma représentatif des étapes de la méthode de l'indice effectif (2<sup>ème</sup> méthode de décomposition).

Grâce à cette méthode, un indice effectif ou apparent pour le cœur guidant peut être calculé. Cet indice est celui que « voit » le mode guidé.

Il existe d'autres méthodes comme celle de Marcanti ou encore la méthode de l'indice effectif avec des champs vectoriels qui permet une approche plus fine et moins d'erreurs sur les résultats.

De nos jours, les méthodes numériques sont très utilisées, elles sont basées sur la discrétisation des équations de Maxwell. Certaines permettent de résoudre numériquement des systèmes de guides d'onde avec des formes quelconques. Citons la méthode des éléments finis (FEM : Finite Element Methode), la méthode aux différences finies (FDM : Finite Difference Method), la méthode du faisceau propagé (BPM : Beam Propagation Method) et la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD : Finite Difference Time Domain). La FDTD, utilisée par Carol Arnaud durant sa thèse [4] nous a permis d'avoir des modélisations notamment sur la fonction « micro-résonateur ». Cette méthode a été présentée par Yee en 1966 [6] et permet la résolution des équations de Maxwell grâce à une discrétisation spatio-temporelle.

Par ailleurs, Les formes des champs électrique et magnétique dans les guides d'onde sont issues de celles des solutions de l'équation d'Helmholtz (équations I. 5 et I. 6) et de l'application des conditions aux limites :

$$\vec{\Delta}_T \vec{E}(x, y) + (k_0^2 n^2 - \beta^2) \vec{E}(x, y) = \vec{\text{Grad}}_T (n^2 \vec{E}(x, y) \cdot \vec{\text{Grad}}_T (n^{-2})) \quad \text{I. 5}$$

$$\vec{\Delta}_T \vec{H}(x, y) + (k_0^2 n^2 - \beta^2) \vec{H}(x, y) = -\frac{1}{n^2} \vec{\text{Grad}}_T (n^2) \wedge \vec{\text{Rot}}_T (\vec{H}(x, y)) \quad \text{I. 6}$$

En prenant le cas d'un guide d'onde caractérisé par son profil d'indice  $n(x,y)$  invariant le long de l'axe de propagation  $z$ . Le champ électromagnétique obéit aux équations de Maxwell et, à une pulsation donnée  $\omega_p$ , les modes sont des solutions sous la forme :

$$\vec{E}(x, y, z, t) = \sum_{p \in \mathbb{N}} A_p e^{i(\omega_p t - \beta_p z)} \vec{e}_p(x, y) + A_{-p} e^{-i(\omega_p t - \beta_p z)} \vec{e}_{-p}(x, y) \quad \text{I. 7}$$

$$\vec{H}(x, y, z, t) = \sum_{p \in \mathbb{N}} B_p e^{i(\omega_p t - \beta_p z)} \vec{e}_p(x, y) + B_{-p} e^{-i(\omega_p t - \beta_p z)} \vec{e}_{-p}(x, y) \quad \text{I. 8}$$

Les termes  $A_p$ ,  $B_p$  correspondent à l'amplitude des ondes progressives (vers les  $z$  positifs),  $A_{-p}$ ,  $B_{-p}$  à celles des ondes contra-progressives. Notons que les solutions sont toutes orthogonales entre elles.

En considérant le cas de matériaux homogènes, l'indice est constant dans l'espace ( $n(x, y, z) = n; \forall x, y, z$ ) et les équations d'Helmholtz deviennent :

$$\vec{\Delta}_T \vec{E}(x, y) + (k_0^2 n^2 - \beta^2) \vec{E}(x, y) = 0 \quad \text{I. 9}$$

$$\vec{\Delta}_T \vec{H}(x, y) + (k_0^2 n^2 - \beta^2) \vec{H}(x, y) = 0 \quad \text{I. 10}$$

Sachant maintenant qu'il est possible de ramener un problème complexe à un problème à une dimension dans le cadre des résolutions semi-analytiques, la relation permettant d'avoir le caractère de guidage d'un guide en fonction de divers paramètres est la relation de dispersion. Cette relation est donnée ci-dessous dans le cas d'une structure planaire guidante, dissymétrique (cas général).

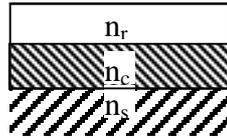


Figure I.6 : Représentation d'un guide plan dissymétrique

Relation de dispersion :

$$V\sqrt{1-b} = m\pi + \arctan\left(\sqrt{\frac{b}{1-b}}\right) + \arctan\left(\sqrt{\frac{b+a}{1-b}}\right) \quad \text{I. 11}$$

avec

$$\text{Indice apparent (indice que voit le mode) : } n_a = \frac{\beta}{k_0} \quad \text{I. 12}$$

L'indice apparent est aussi appelé indice effectif  $n_{\text{eff}}$ .

$$\text{Fréquence réduite : } V = k_0 d \sqrt{n_c^2 - n_s^2} \quad \text{I. 13}$$

$$\text{Indice normalisé : } b = \frac{n_a^2 - n_s^2}{n_c^2 - n_s^2} \quad \text{I. 14}$$

$$\text{Coefficient d'asymétrie : } a = \frac{n_s^2 - n_r^2}{n_c^2 - n_s^2} \quad \text{I. 15}$$

En Figure I.7 sont ainsi tracées des courbes de dispersion de guides plans symétriques en fonction de l'épaisseur. La Figure I.7a représente les courbes de dispersion d'un guide plan ayant des contrastes d'indice de 2 ; typiquement Si/SiO<sub>2</sub>. La Figure I.7b représente les courbes de dispersion d'un guide plan ayant des contrastes d'indice de 0,2 typiquement un guide polymère/polymère.

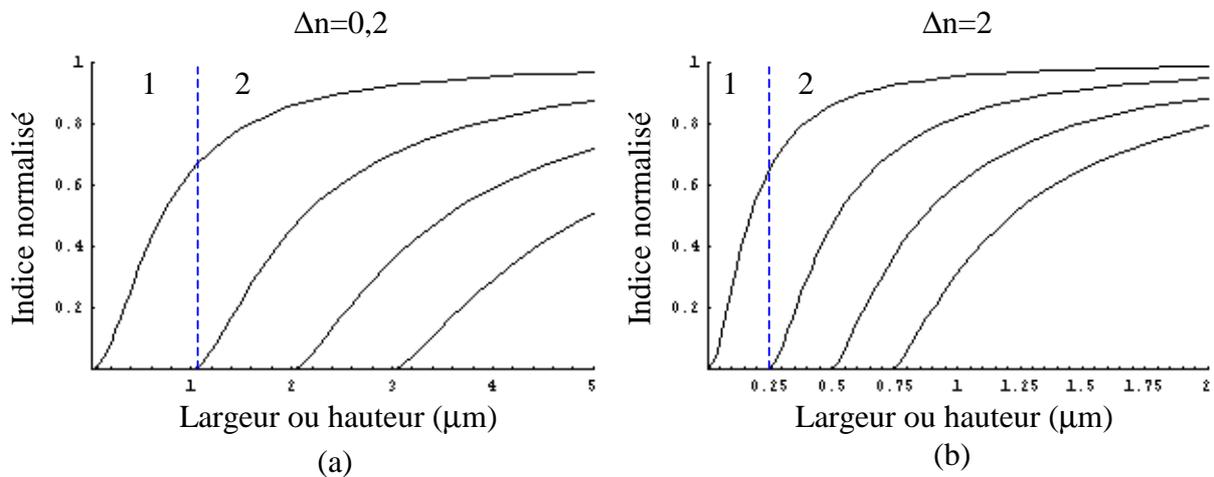


Figure I.7 : Courbes de dispersion d'un guide plan symétrique en fonction de l'épaisseur ou de la largeur de ce guide. (a)  $\Delta n=0,2$ , (b)  $\Delta n=2$ .

$\Delta n$  est le contraste d'indice (ou la différence d'indice entre celui du cœur et celui de la gaine).

Sur ces courbes, il est possible de distinguer deux zones particulièrement intéressantes pour un guide symétrique (Figure I.7). La zone 1 où le guidage est monomode et la zone 2 où le guidage est multimode.

Par conséquent, le contraste d'indice est un paramètre primordial, avec la résolution de la taille des guides, pour la réalisation de fonctions optiques intégrées. Les paragraphes qui suivent décriront l'état de l'art au vu de ces paramètres.

## **2. Fonctions d'application dans le cadre de la thèse**

### **2.1 Filtres en longueurs d'ondes et fonctions de multiplexage**

Dans un premier temps, quelques généralités sur les fonctions de filtrage et de multiplexage seront présentées ainsi que les paramètres principaux caractérisant les micro-résonateurs à base d'anneaux. Dans un second paragraphe, seront précisées les propriétés visées pour les micro-résonateurs et, un résumé bibliographique succinct sera donné.

#### ***2.1.1 Généralités sur les fonctions de filtrage dans le cadre de la thèse***

Le multiplexage est une technique qui permet de faire passer simultanément plusieurs informations à travers un seul support de transmission. Dans le cadre de l'optique guidée, la fonction de filtrage, représentée dans notre étude par le micro-résonateur est l'élément de base des multiplexeurs. Il existe différents types de multiplexage :

- Spatial
- Fréquentiel : FDM (Frequency Division Multiplexing)
- En longueur d'onde : WDM (Wavelength Division Multiplexing) ; cette dénomination est particulièrement utilisée en optique guidée
- Temporel : TDM (Time Division Multiplexing)
- Par code : CDM (Code Division Multiplexing)

Seuls les réseaux optiques WDM concernent cette étude. Il existe plusieurs terminologies pour ce type de multiplexage, CWDM (Coarse Wavelength Division Multiplexing), DWDM (Dense Wavelength Division Multiplexing) et U-DWDM (Ultra-Dense Wavelength Division Multiplexing). La différence se situe sur le nombre de longueurs d'onde multiplexées et sur l'espacement entre ces longueurs d'onde. Les différentes normes sont imposées par l'Union Internationale des Télécommunications (ITU).

La fenêtre des longueurs d'ondes utilisées correspond à 1260-1675 nm. Le choix de cette fenêtre coïncide avec l'utilisation de la silice pour réaliser les fibres optiques. Ce choix tient compte de l'absorption due aux vibrations de liaison Si-O à fortes longueurs d'ondes et de la diffusion Rayleigh à faibles longueurs d'ondes ; illustration faite en Figure I.8.

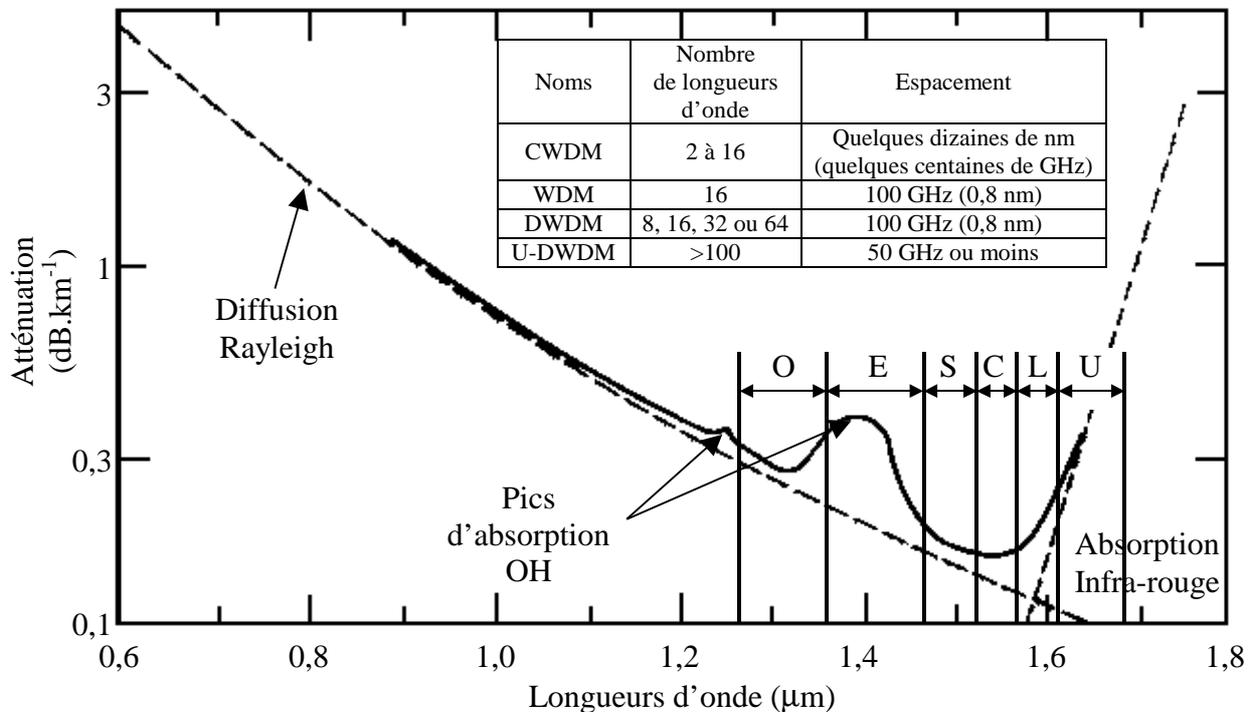


Figure I.8 : Représentation de la fenêtre de longueurs d'ondes utilisée dans le réseau WDM et appellation des différentes bandes utilisées dans les télécoms : O = Original (1260-1360)nm, E = Extended (1360-1460)nm, S = Short (1460-1530)nm, C = Conventional (1530-1565)nm, L = Long (1565-1625)nm et U = Ultra-long (1625-1675)nm. Le tableau récapitule les différences en nombre de longueurs d'ondes multiplexées et en espacement dans les différents types de WDM.

Les bandes C et L sont les plus utilisées dans les télécommunications optiques. L'apparition de nouveaux procédés permettent aujourd'hui d'éliminer les molécules d'eau résiduelles dans le cœur de la fibre qui absorbent vers 1400nm. Par conséquent, la bande E devient de plus en plus utilisée, permettant ainsi l'augmentation du nombre de longueurs d'ondes multiplexées et par la même occasion la vitesse de transmission des données.

Les trois principaux dispositifs pour réaliser les fonctions de multiplexage/démultiplexage (OADM = Optical Add/Drop Multiplexer) ou plus généralement de filtrage ou de routage de longueur d'onde en optique intégrée :

- AWG (Arrayed Waveguide Grating)
- Coupleurs directionnels et/ou de réseaux de Bragg
- Résonateurs en micro-anneaux ou micro-disques

Dans le cadre de cette thèse, les fonctions réalisées sont principalement les filtres en longueurs d'ondes à base de micro-résonateurs. Ces derniers font partie de la famille des « micro-cavités » dans laquelle sont incluses aussi les fonctions du type « Fabry Perrot ». Ces fonctions ont la capacité de filtrer certaines longueurs d'ondes et d'en piéger certaines autres qui entrent alors en résonance. Dans un cadre plus hypothétique où aucune perte de quelque sorte que ce soit, n'existe, ces micro-cavités pourraient servir pour le stockage de l'énergie. Dans les cavités du type Fabry-Perrot, des ondes stationnaires (interférences entre ondes aller et retour) s'établissent. Dans le cas des résonateurs, c'est la même onde qui après avoir parcouru une surface fermée interfère avec elle-même ; on parlera dans ce cas de mode de galerie ou Whispering Gallery Modes : WGM.

D'une manière générale, les surfaces fermées considérées sont cylindriques (disque, anneau), voire sphériques (sphère). Cependant, la forme « hippodrome », Figure I.9d, a été également étudiée.

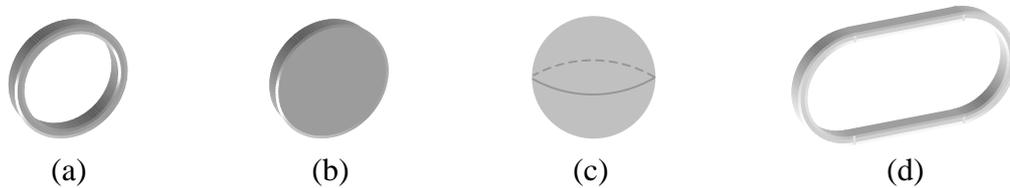


Figure I.9 : Représentation schématique des formes usuelles de cavité résonantes. a) anneau, b) disque, c) sphère, d) «hippodrome».

Dans le cadre de l'optique géométrique pour un périmètre  $P$ , où  $P=2\pi a \gg \lambda$ , il est possible d'expliquer la propagation dans ces surfaces fermées par des réflexions totales internes ( $\theta > \theta_c$ ). Dans ce cas, la résonance pourra avoir lieu seulement si le rayon lumineux effectue un nombre entier  $N$  de longueur d'onde avant de revenir à son point initial (Figure I.10). Cette condition ne sera vérifiée que pour certaines longueurs d'ondes ; les autres subiront des interférences destructives puis s'annihileront.

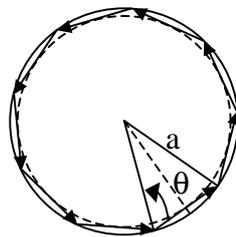


Figure I.10 : Représentation du trajet optique d'un rayon lumineux à l'intérieur d'une surface circulaire.

Sur la Figure I.11 est représenté le schéma d'un OADM à base d'anneau ainsi que les différentes notations utilisées par la suite.

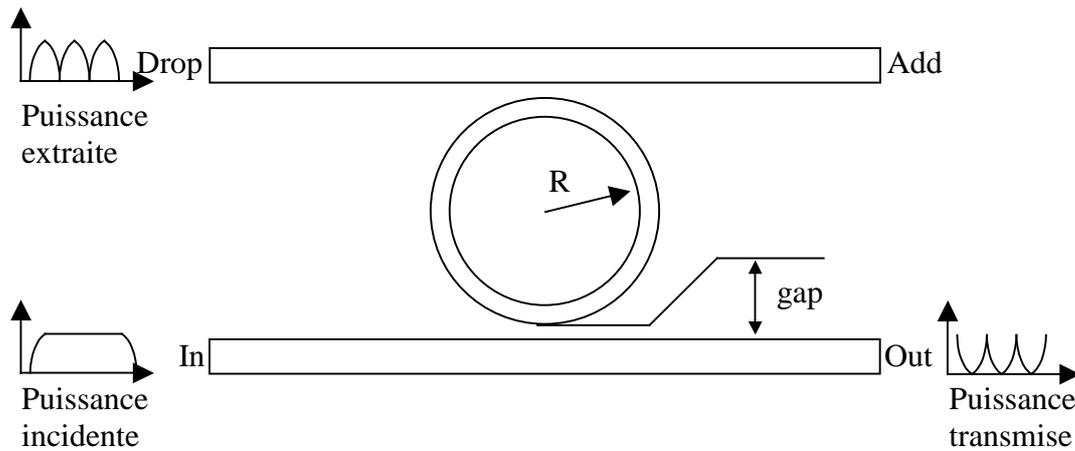


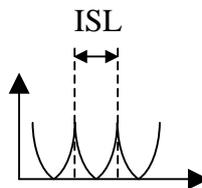
Figure I.11 : Représentation du schéma d'un filtre en longueur d'ondes à d'un micro-résonateur en anneau.

Ainsi, si les pertes dans la structure sont négligeables et si le signal Add est nul, le signal Out doit être le complémentaire du signal Drop.

Ces structures seront traitées plus amplement dans le chapitre III en se basant sur des études de modélisations antérieures issues de la résolution des équations de Maxwell.

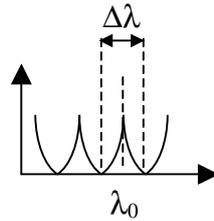
Sur le plan de l'évaluation d'une telle structure, certains paramètres optiques sont indispensables. Ces paramètres sont :

- L'ISL : Intervalle Spectral Libre. Celui-ci correspond à la distance entre deux résonances (exprimé en nm ou en GHz : 100GHz correspondant environ à un ISL de 0,8nm).



Aussi, l'ISL peut être estimé par  $ISL \approx \lambda^2 / (2 \cdot \pi \cdot N \cdot R)$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde, N l'indice du matériau constituant le cœur de la structure et R le rayon de l'anneau.

- La finesse : elle est définie comme le rapport de l'ISL sur la largeur des raies extraites à mi-hauteur (efficacité de filtrage).
- Le facteur Q : le facteur de qualité qui détermine aussi la largeur des raies extraites.  $Q = \lambda_0 / \Delta\lambda = \nu / \Delta\nu$  ( $\lambda$  en nm et  $\nu$  en GHz).



Le facteur  $Q$  et la durée de vie du mode  $\tau$  à l'intérieur de l'anneau sont liés. Plus  $Q$  est grand et plus  $\tau$  est élevé et plus la durée nécessaire pour le couplage de l'énergie est grande. Or pour les télécoms, l'augmentation du débit d'information va de pair avec celle du nombre d'impulsions envoyées ; ces impulsions doivent être les plus courtes possible. Pour résumer, dans les fonctions de traitement de l'information comme les filtres ou les multiplexeurs, le facteur  $Q$  doit être suffisamment faible pour que d'une part le débit de données reste élevé et d'autre part, le taux de couplage soit suffisant.

- Le Cross-talk ou taux d'extinction est le rapport de l'intensité lumineuse transmise (OUT) à  $\lambda_0$  sur la puissance incidente (IN). Il correspond à l'efficacité de transmission. Ce terme est aussi utilisé pour le rapport des intensités lumineuses au port ADD sur celle du port IN. Ce paramètre est généralement exprimé en dB.
- L'efficacité d'extraction est le rapport de la puissance extraite (DROP) sur la puissance incidente à  $\lambda_0$ . Elle est souvent exprimée en %.
- Return loss est la partie de l'intensité qui revient vers l'entrée (IN). Cette dernière est très rarement déclarée dans la littérature.

Dans le cadre de notre étude, l'ISL peut être comprise entre un et quelques dizaines de nanomètres. Ceci permettra d'extraire, dans le domaine du proche infrarouge, une longueur d'onde sur deux, une longueur d'onde sur trois, etc... suivant l'ISL choisi.

Par contre, le taux de couplage entre guide et anneau doit être autour de 20% qui permet d'assurer simultanément une bonne efficacité d'extraction (~80%) et une finesse autour de 10 [4]. Cette dernière est suffisante pour extraire une longueur d'onde sans toucher à ces voisines dans le cadre d'un filtrage ou d'un démultiplexage en longueurs d'onde ; une présentation plus détaillée sur ces valeurs sera donnée en chapitre III.

Sur le plan géométrique, la taille des structures est un paramètre d'autant plus important que la volonté de miniaturisation est forte. Ce paramètre dépend principalement du contraste d'indice entre le cœur et la gaine. A un contraste d'indice fixé, plus le rayon de courbure des anneaux diminue, plus les pertes aux courbures augmentent. Ainsi, un compromis entre miniaturisation et perte est souvent envisagé.

Dans notre cas, les rayons de courbures minimaux  $R_{\min}$  ont été choisis de manière à avoir des pertes aux courbures inférieures à  $0,01\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ . De ce fait, les  $R_{\min}$  sont compris entre  $40\mu\text{m}$  et  $170\mu\text{m}$  suivant le contraste d'indice (chapitre III). De plus, étant donné les contrastes d'indices utilisés dans notre étude, les gaps sont de l'ordre du micromètre voir légèrement submicroniques.

Notons par ailleurs, que dans le cadre d'un multiplexage à base de micro-résonateurs en anneaux, deux configurations semblent s'imposer et sont schématisées sur la Figure I.12.

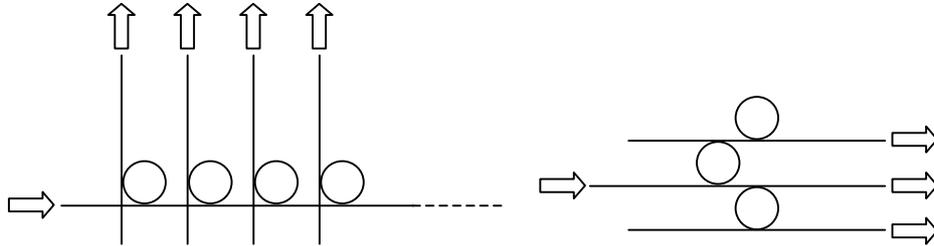


Figure I.12 : Représentations schématiques de deux configurations utilisées pour réaliser des micro-multiplexeurs.

### 2.1.2 Quelques données succinctes et bibliographiques sur les micro-résonateurs

Les paramètres cités précédemment concernant l'ISL, la finesse, l'efficacité d'extraction,...sont propres aux applications désirées. C'est pourquoi, il est difficile de les comparer aux résultats obtenus dans la littérature.

Le but ici est alors de faire ressortir les paramètres importants pour la réalisation technologique (contraste d'indice, taille des motifs, résolution...) au vu de la bibliographie et des performances souhaitées.

Concernant la conception des filtres en longueurs d'ondes à base de micro-anneaux, le choix d'un design est souvent motivé par les limites imposées par la technologie de réalisation utilisées d'une part, et par l'utilisation ultérieure d'autre part (filtre, source laser,...).

Le paramètre principal et limitant dans la plupart des cas est le taux de couplage entre le guide et la cavité résonante. Ce dernier est néanmoins une conséquence directe d'un gap mal défini ou d'une distance de couplage trop faible. En effet, pour des structures ayant des contrastes d'indice élevés, il est nécessaire d'avoir des gaps petits ( $\ll 1\mu\text{m}$ ) pour assurer un couplage de mode par onde évanescente d'autant que plus le rayon de l'anneau est petit plus la zone de couplage sera réduite. L'on voit ici que la taille minimale des motifs devient un paramètre limitant et sera importante dans le choix de la technologie de réalisation.

Afin d'augmenter cette zone de couplage, quelques équipes ont choisi des cavités résonantes en forme d'hippodrome [7] [8] [9]. Peter Dumon et al. [10] ont même choisi une structure où le guide est en partie enrobée sur l'anneau (Figure I.13). La technologie utilisée dans ce dernier cas, la photolithographie en UV profond (248nm) ne permet pas de descendre en dessous de 200nm. Or, dans la configuration standard des micro-résonateurs, le taux de couplage entre guide et anneau est très faible ( $< 1\%$ ) avec cette valeur de gap et un contraste d'indice de réfraction élevé ( $\sim 2$ ). Ceci ne permet pas d'avoir une efficacité d'extraction suffisante sur la sortie DROP. Ainsi, en réalisant un guide en partie enrobée sur l'anneau le

taux de couplage a augmenté et le taux d'extinction de ce type de structure est compris entre -10dB et -15dB. L'anneau réalisé avec un SOI\* (Silicon On Insulator) a un rayon de 5 $\mu$ m.

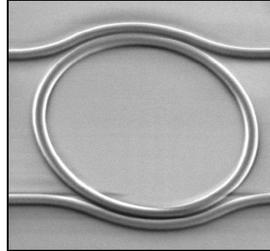


Figure I.13 : Représentation d'un micro-résonateur dont les guides sont coulés sur l'anneau [10].

Par ailleurs, Cette équipe a aussi réalisé un micro-résonateur en forme d'hippodrome pour laquelle l'efficacité d'extraction est comprise entre 50% et 70% et le taux d'extinction est à -20dB. Ces différentes valeurs sont dans la moyenne des valeurs obtenues par ailleurs lorsqu'elles sont communiquées.

D'autres encore ont optés pour un couplage vertical entre le guide et l'anneau [11] [12] [13] [14]. Dans ces études, les gaps ont des valeurs inférieures à 0,5 $\mu$ m.

D'une part, le couplage vertical permet d'augmenter la surface de couplage comparativement au couplage latéral. D'autre part, la taille des gaps est plus facile à maîtriser car ces derniers sont réalisés avec des couches minces de diélectriques déposées en plein champ. Cette technique nécessite toutefois un plus grand nombre d'étapes que celle utilisées pour la réalisation de structures à couplage latéral. De plus, il est important d'avoir des alignements très précis entre les couches pour les tout petits gaps.

Le couplage latéral reste approprié comme nous le verrons pour maîtriser le couplage notamment avec l'utilisation des matériaux polymères recouverts d'une gaine en polymère et, où le contraste d'indice reste inférieur à 0,2 permettant d'élargir le gap jusqu'à environ 1 $\mu$ m dans la plupart des cas.

Aussi, ce type de structure a été tout de même étudié avec des matériaux non organiques Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> [15], Si/SiO<sub>2</sub> [16] et organique ; polyimide [17]. Le micro-résonateur réalisé avec ce dernier matériau possède un gap d'environ 1 $\mu$ m. Pour le couple Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> ( $\Delta n \sim 0,54$ ), le gap est de 0,75 $\mu$ m et pour le couple Si/SiO<sub>2</sub> ( $\Delta n > 2$ ) il est entre 0,1 $\mu$ m et 0,3 $\mu$ m. Pour cette dernière structure, la technologie de réalisation utilisée est la lithographie optique (longueur d'onde non précisée) et les gaps obtenus sont nuls, autrement dit l'anneau est collé au guide d'onde.

Les différents résultats concernant ces différentes structures relevées dans la littérature seront résumés dans un tableau en annexe I.1.

---

\* SOI= Silicon On Insulator = silicium sur isolant (voir § « 3.1 Les matériaux inorganiques »

Par ailleurs, de nombreuses études et modélisations sont aujourd'hui menés sur les conséquences de plusieurs micro-résonateurs montés en cascade. Certaines de ces études ont donné lieu à des réalisations. En 2003, B. E. Little [18] a annoncé à la conférence « Integrated photonics Research » la réalisation de plusieurs micro-résonateurs en série (de 1 à 6). Le but de ces montages en cascade est l'augmentation de l'ordre du filtre. Ceci a pour conséquence l'abaissement du cross-talk de 20dB à chaque ajout d'anneau. Aussi, ces montages permettent la réalisation de filtre large bande comme le montre la Figure I.14.

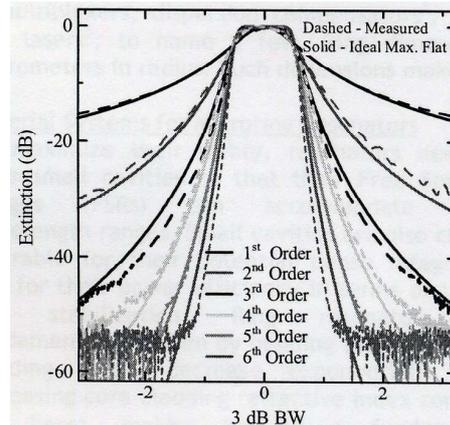


Figure I.14 : Réponse spectrale du filtre en fonction du nombre d'anneaux mis en cascade [18].

Ces structures ont été réalisées avec un matériau appelé Hydex<sup>TM</sup> dont le contraste d'indice peut être ajustable entre 0 et 20%.

Le montage en série de micro-résonateurs a été utilisé aussi par G. T. Polaczi et al. [19] pour réaliser un interféromètre Mach Zehnder à base de micro-résonateur (Figure I.15).

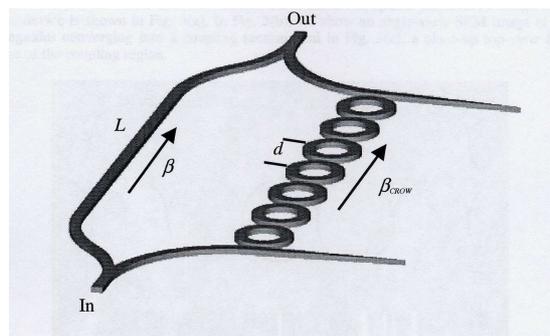


Figure I.15 : Schéma représentant l'interféromètre Mach-Zehnder à base de micro-résonateurs [19].

Par ailleurs, des équipes comme O. Schwelb et I. Frigyes [20], J. K. Poon et al. [21] ont déjà modélisé des structures complexes sur un très grand nombre de micro-résonateurs en cascade.

Notons que ces micro-résonateurs montés en cascade possèdent de grandes potentialités notamment pour l'amélioration et la modulation des réponses spectrales des

filtres. Toutefois, ces montages nécessitent une très grande précision au niveau de la réalisation technologique et requièrent la possibilité de pouvoir être ajusté au final. Différents ajustements sont à l'étude. Seulement ces derniers ne concernent généralement que des micro-résonateurs seuls et non en cascade.

Il découle alors naturellement un intérêt pour des travaux que l'on peut relever dans la littérature, permettant de rendre ces filtres accordables et/ou ajustables notamment avec la température.

Dans toutes les études réalisées, ces variations passent inévitablement par la modification de l'indice de réfraction. Ce dernier, étant le paramètre le plus simple à modifier. En jouant sur cet indice, un décalage est ainsi créé dans le domaine de résonance.

Concernant l'ajustabilité, ordinairement, lorsque des structures comme les filtres ont été réalisés, la géométrie ainsi obtenue fige les propriétés optiques. Ainsi, étant donné les imperfections que peuvent engendrer les différentes technologies de réalisation et la finesse des motifs nécessaires, la géométrie obtenue n'est jamais exactement la même que celle modélisée. Un ajustement post-fabrication en fonction de la température ou d'une irradiation UV peut être alors réalisé. Cet ajustement est d'autant plus nécessaire que la taille des motifs est petite car la moindre variation dans la géométrie peut engendrer des variations notables dans les réponses spectrales.

Un exemple d'ajustabilité, hormis celle utilisant la température est celle de changer l'indice de réfraction par photo-blanchiment de chromophore inclus dans un polymère [22] par exemple. Dans ce dernier cas le décalage peut être de 9,8 nm au bout de 1,75h d'exposition et le changement d'indice de  $6,3 \cdot 10^{-3}$ .

Une autre solution serait d'utiliser des polymères réticulables sous UV (qui change leur indice) comme le PVCi étudié par ailleurs au laboratoire. Signalons cependant que le CCLO prévoit de tirer avantage des guides photoinscrits dont il a l'expertise pour réaliser des structures mixtes technologiquement (anneaux gravés/guides photoinscrits) dès que leur maîtrise sera acquise.

Dans certains cas, il est aussi nécessaire de pouvoir modifier temporairement les domaines de fonctionnement (domaine de résonance pour les micro-résonateurs). On parlera alors d'accordabilité.

Dans ce dernier cas, le changement de l'indice de réfraction semble être exclusivement réalisé à l'aide de la température. Etant donné un coefficient thermo-optique ( $dn/dT$ ) pour les polymères au moins 10 fois plus élevé en valeur absolue que celui de la plupart des matériaux non organiques, il n'est pas étonnant que l'accordabilité en longueurs d'ondes soit seulement de  $12\text{pm}/^\circ\text{C}$  pour un système  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$  [23], tandis qu'elle est de  $140\text{ pm}/^\circ\text{C}$  pour le système  $\text{SiO}_2/\text{polyimide}$  [24] et de  $4000\text{pm}/^\circ\text{C}$  pour un système tout polymère : UV15/SU-8/NOA72 [25].

Au-delà de l'ajustement en longueur d'onde par un changement de l'indice, en 2005, T. Naganawa et al. [26] ont utilisé une irradiation UV post-fabrication pour améliorer la

réponse spectrale des filtres. Après insolation, le niveau de transmission sur le port Out du double micro-résonateur (Figure I.16) a été rehaussé de 9,3dB et le cross-talk diminué de 8dB. La réalisation a été effectuée avec un système de matériau  $\text{SiO}_2/\text{SiON}/\text{SiO}_2$  et l'insolation a été opérée sur les courbures des micro-anneaux.

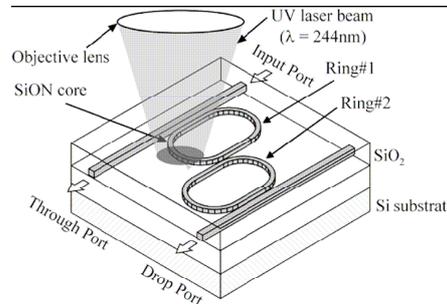


Figure I.16 : Représentation schématique des doubles anneaux et de l'endroit de l'insolation [26].

Dans une toute autre catégorie plutôt inhabituelle, une nouvelle méthode de réalisation de résonateurs (Figure I.17) a été proposée par S. Kim et al. en 2004 [27] combinant un cristal photonique et une structure à base de guide d'onde. Par cette méthode, un grand ISL de 14,1nm et une grande efficacité d'extraction ont été notés et ce, malgré un contraste d'indice relativement bas : 0,035 dans la partie guide d'onde. Cette étude semble être simplement de la modélisation et aucune réalisation n'est effectuée. Cependant, si les différentes pertes sont très faibles après une réalisation technologique, notamment les pertes dues aux réflexions dans le cristal photonique, cette configuration ouvre la voie à la réalisation de petits micro-résonateurs sans l'utilisation de contraste d'indice aussi élevé que dans la technologie des semi-conducteurs.

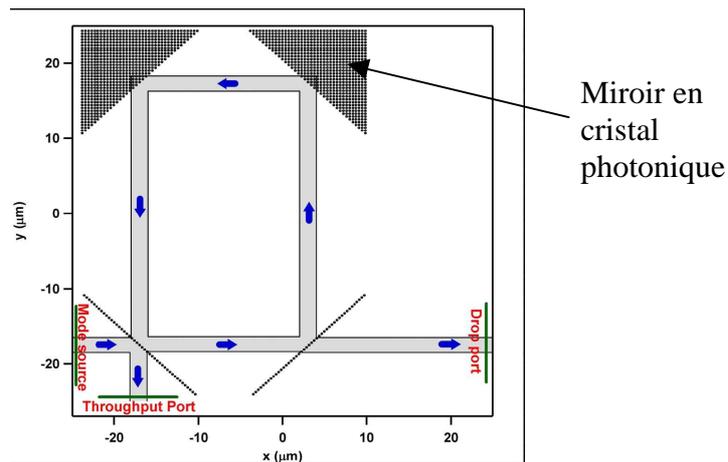


Figure I.17 : Représentation schématique d'un micro-résonateur à angle droit [27].

Ainsi, avec des contrastes d'indice très petits, cette dernière méthode permettrait de réaliser des guides monomodes plus larges et plus épais (quelques micromètres) permettant d'injecter la lumière à partir d'une fibre plus aisément.

Toutefois, dans les configurations actuellement utilisées, il est nécessaire de choisir des contrastes d'indices entre le cœur et la gaine ( $\Delta n$ ) très élevés afin de pouvoir miniaturiser des fonctions comme les micro-résonateurs avec le moins de pertes aux courbures possibles. Ces pertes seront discutées dans le chapitre III. Ce fort  $\Delta n$  implique aussi une réduction de la taille des guides d'onde pour que ces derniers demeurent en guidage monomode.

Etant donné les contrastes d'indices que peuvent atteindre les polymères, les largeurs et les épaisseurs des guides réalisés avec ces matériaux sont de l'ordre de  $1\mu\text{m}$  à  $3\mu\text{m}$  et parfois légèrement submicroniques. Tandis que ces grandeurs sont largement submicroniques pour les technologies SOI ou nitrure.

Cette obligation de la réduction de la taille des guides d'ondes engendre beaucoup de difficultés et de pertes optiques lors de l'injection de la lumière à partir par exemple d'une fibre monomode (SMF<sup>\*</sup>).

Afin de minimiser ces pertes des systèmes facilitant l'injection comme les « tapers » ou les fibres microlentillées sont utilisés. Ces derniers sont regroupés sous l'appellation « adaptateurs de modes » par la suite.

Par ailleurs, cette miniaturisation aura aussi des conséquences sur la technologie de réalisation utilisée et le fort contraste d'indice sur le choix des matériaux. Ce qui suit pourra être à la lumière de ces exigences.

## 2.2 Les adaptateurs de modes

Si la miniaturisation de l'optique planaire offre de nombreux avantages elle engendre aussi des difficultés de couplage du signal optique dans les guides et notamment avec les fibres optiques. Celles-ci entraînent des pertes non négligeables pouvant atteindre plusieurs décibels. Afin de minimiser ces pertes dues à l'injection, plusieurs dispositifs connus sous le nom d'adaptateurs de modes ont été proposés.

Dans notre cas, les diamètres de modes des guides utilisés pour les micro-résonateurs sont compris entre  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$ . Ainsi, l'injection de la lumière dans ces guides à partir d'une fibre monomode de diamètre  $10\mu\text{m}$  engendre des pertes à l'injection supérieures à 8dB. De ce fait, il est absolument nécessaire d'adapter les modes entre la fibre et le guide afin de réduire ces pertes.

---

\* SMF : Single Mode Fibre = fibre monomode

Il est alors possible d'adapter la lumière en :

- réalisant des modifications sur l'extrémité des fibres optiques : cas des fibres microlentillées,
- réalisant des modifications sur l'extrémité des guides intégrés : cas des « tapers » ou des réseaux de couplage,
- intercalant un système tiers : cas de l'injection par le prisme,
- réalisant un mixage de ces dispositifs.

Tout d'abord, l'idée d'utiliser des fibres microlentillées date de 1972 lorsque L. G. Cohen [28] propose ce système pour augmenter le rendement de couplage entre une diode laser et une fibre optique. En 1973, D. Kato [29] a été le premier à réaliser une fibre microlentillée. Ces dispositifs sont aujourd'hui très couramment utilisés pour réduire la taille des modes issus des fibres. Le diamètre des modes dans une fibre monomode est généralement de dix micromètres. Par le biais de la microlentille en bout de fibre, le mode de la fibre monomode est fortement rétréci en sortie de fibre et engendrera moins de pertes lors de l'injection dans un guide d'onde ayant des dimensions plus petites (quelques micromètres voire submicroniques). Le Tableau I.1 montre qu'il est possible de réduire considérablement les pertes dues à l'injection en utilisant les fibres microlentillées dont le diamètre du mode en sortie est très proche de celui du guide d'ondes dans lequel l'injection est réalisée. Les diamètres des modes utilisés dans ce tableau pour les guides sont dans l'ordre de grandeur des diamètres de notre étude.

Diamètre du mode de la fibre (μm)	Diamètre du mode du guide (μm)	Pertes dues à l'injection (dB)
10	2	8,3
6	2	4,4
3	2	0,7

Tableau I.1 : Evolution des pertes à l'injection en fonction des rayons des modes de la fibre et du guide

Théoriquement, les pertes dues à l'injection entre deux systèmes guidants et plus particulièrement entre une fibre et un guide canal carré, sont déduites de la formule suivante :

$$P(\text{dB}) = -10 \log \left( \frac{4 \omega_1^2 \omega_2^2}{(\omega_1 + \omega_2)^2} \right) \quad [30] \quad \text{I. 16}$$

Avec  $\omega_1$ ,  $\omega_2$  les rayons des modes de la fibre et du guide respectivement.

M. Thual et al. [31] ont pu réaliser en 2003 au CCLO des fibres microlentillées avec des rayons de modes en sortie de 0,7μm pour les plus petits et des distances de travail (point focal) pouvant atteindre 125μm. Les fibres microlentillées les plus couramment et aisément

réalisée au CCLO ont des diamètres de mode de l'ordre de  $2\mu\text{m}$  et des distances de travail de quelques  $60\mu\text{m}$  à  $100\mu\text{m}$ .

Avec l'utilisation de cette méthode d'adaptation des modes, il est aussi nécessaire d'avoir des réglages extrêmement fins lors de l'injection de la lumière dans un guide d'onde. Les tolérances de positionnement avec ces dispositifs sont de l'ordre de  $\pm 1,5\mu\text{m}$ . dans notre cas, des positionnements très fins ont pu être réalisés avec l'utilisation de réglages piézo-électriques.

D'autres dispositifs permettent l'adaptation du mode optique non pas de la fibre mais du guide. Ces dispositifs sont les « tapers » et les réseaux de Bragg en entrée des guides.

Tout d'abord, « les tapers » dont la traduction exacte en français est « cône » permettent la diminution ou l'augmentation progressive des diamètres des modes. Kurt et al. [32] ont pu les classer en neuf catégories selon un critère optique pour la propagation et un critère opto-géométrique pour la réalisation avec toujours un cas intermédiaire ou hybride.

	Monomode « adiabatique » (A)	Hybride (A+I)	Multimode interferential (I)
Latérale (L)	A / L	(A+I) / L	I / L
Hybride (L+T)	A / (L+T)	(A+I) / (L+T)	I / (L+T)
Transversal (T)	A / T	(A+I) / T	I / T

Tableau I.2 : Classement des tapers en neuf catégories selon des critères optiques ou opto-géométriques.

Le critère optique est composé de deux classes principales :

- Monomode « adiabatique » (A) qui représente la plus grande majorité des tapers. Dans ce cas, le terme adiabatique indique que toute l'énergie guidée est conservée sur le mode fondamental. La modification du mode peut engendrer des pertes même si le guidage reste monomode.
- Multimode interférentiel (I), classe dans laquelle sont regroupés les tapers utilisant une transformation multimode ou interférentielle. Ces adaptateurs ne sont pas adiabatiques et présentent plus de pertes. Cependant, ils ont l'avantage d'être en général plus courts que les autres. Les tapers segmentés font partie de cette classe.

La classe Hybride (A+I) regroupe des tapers présentant ces deux caractéristiques.

Selon le critère technologique, les adaptateurs peuvent présenter des variations opto-géométriques dans l'une des deux directions principales : latérale (L) ou transversale (T) ou

bien latérale et transversale (L+T). Les termes latéral et transversal se reportent uniquement à la géométrie du taper et non au changement de dimension du champ optique. Ainsi, un mode peut-être élargi transversalement et latéralement avec un adaptateur latéral uniquement. Les composants à structure latérale comprennent aussi les tapers indiciels si ceux-ci sont réalisés sur une seule couche. Ces derniers types de tapers ont été réalisés pour cette étude et seront présentés en chapitre III.

Les autres dispositifs comme l'injection par des réseaux de Bragg n'ont pas été réalisés au CCLO. Ces procédés sont utilisés notamment pour l'injection dans des guides submicroniques comme ceux obtenus avec les technologies des semi-conducteurs dans lesquels l'on constate énormément de pertes à l'injection à partir d'une fibre monomode. Ainsi à l'aide de ce type de réseaux en entrée des guides d'ondes, l'équipe de F. V. Laere et al. [33] a annoncé en 2006 un coefficient de couplage de 69% entre la fibre et le guide réalisé par la technologie SOI. L'épaisseur de la couche guidante en silicium étant de  $0,22\mu\text{m}$ .

Une autre méthode d'adaptation de modes a été proposée en 2005 par M-C. Oh et al. [34] et est présentée en Figure I.18. Cette configuration permet principalement une plus grande tolérance à l'alignement entre la fibre et le guide d'onde. La fibre utilisée pour l'injection est une fibre TEC (Thermally Expanded Core). Cette fibre dont le cœur est dopé avec des terres rares permet d'avoir des diamètres de mode en sortie de  $40\mu\text{m}$  sans altérer le diamètre du revêtement. Le grand guide carré possède des côtés de  $30\mu\text{m}$  et a été réalisé par moulage. L'idée est donc d'injecter la lumière dans un guide large ( $30\mu\text{m}$ ) à partir de la fibre et ensuite d'adapter le mode pour l'injecter dans un guide moins large tel que présenté sur la Figure I.18.

Les mesures avec la structure entière fibre/grand guide/petit guide n'a pas été présentée dans cette étude et est promise pour le futur. Toutefois, une comparaison des pertes en fonction d'un défaut de positionnement latéral entre deux fibres SMF d'une part et une fibre TEC et un large guide d'autre part (Figure I.19).

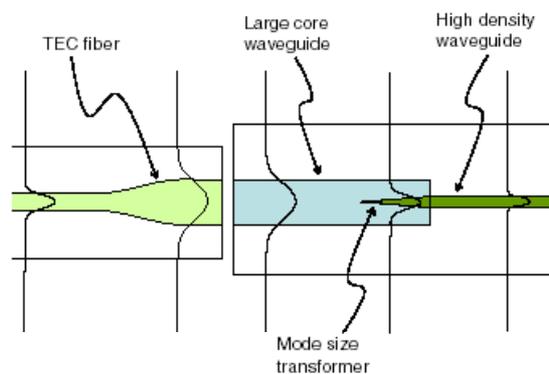


Figure I.18 : Représentation schématique de l'injection entre une fibre TEC et un petit guide à travers un grand guide ( $30 \times 30 \mu\text{m}$ ) [34].

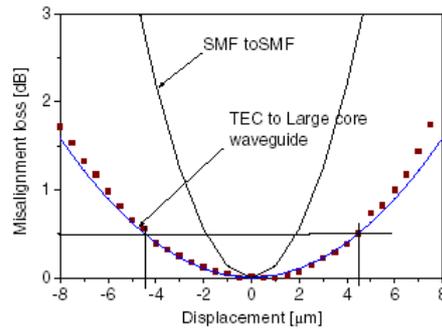


Figure I.19 : Evolution des pertes en fonction d'un défaut de positionnement latéral entre la fibre TEC et le grand guide de  $30 \times 30 \mu\text{m}$  comparé à l'évolution des pertes entre deux fibres SMF [34].

Si la suite de l'étude révèle une bonne injection entre le grand et le petit guide, ce procédé peut s'avérer intéressant.

Pour conclure, l'utilisation des fibres microlentillées est suffisante pour l'adaptation de modes de quelques micromètres diamètres ( $1 \mu\text{m}$  à  $10 \mu\text{m}$ ). Dans ces conditions, les pertes par couplage deviennent très faibles voir quasi nulles.

Les tapers, permettent quant à eux d'adapter le mode en réalisant des modifications à l'extrémité des guides. De cette manière, il est aussi possible par la suite d'assembler la fibre et le guide par collage. Cette opération est très difficile à réaliser pour le moment avec des fibres microlentillées de part l'existence d'une distance de travail ou distance focale.

Notons qu'au CCLO, une étude est en cours afin de permettre cet assemblage par ajout de silice en bout de fibres microlentillées.

Par ailleurs, étant donné les diamètres de mode des guides dans notre étude, l'utilisation de réseaux de bragg, ne sera pas nécessaire. Cette méthode d'adaptation sera préférée pour les petits modes de l'ordre du micromètre ou moins.

### **3. Panorama des matériaux utilisés en optique intégrée.**

L'optique intégrée apparaît vers la fin des années 1960. En 1969, S.E. Miller est le premier à proposer le terme « Integrated optics » [35]. Les matériaux inorganiques, verres, cristaux ou semi-conducteurs ont été les premiers utilisés dans la technologie de l'optique intégrée

Au milieu des années 1970, des guides d'ondes « canal » ont été réalisés avec des matériaux inorganiques, puis depuis les années 1990, les matériaux polymères ont été de plus en plus étudiés en raison de leurs relatifs bas coûts de mise en œuvre et surtout pour la grande diversité d'indices de réfraction que peut offrir ce type de matériaux.

Les matériaux sont choisis principalement en fonction de la différence d'indice de réfraction qui peut exister entre le cœur guidant et la gaine de confinement, de leur niveau de transparence aux domaines de longueurs d'onde d'utilisation et de la biréfringence. De plus, selon l'utilisation, les coefficients thermo-optique, acousto-optique ou électro-optique ainsi que les fréquences de modulation maximale ou bien la conductivité seront pris en compte. Dans certains cas, les matériaux sont aussi choisis en fonction de leur susceptibilité électrique et ce pour la réalisation de fonctions optiques actives.

Dans ce paragraphe, l'accent est mis sur la très grande diversité de matériaux utilisés pour la réalisation de fonctions optiques intégrées.

Concernant les matériaux inorganiques, il s'agit ici simplement de résumer à titre comparatif, les différentes technologies utilisées et de mettre l'accent sur les méthodes de réalisation prépondérantes ainsi que sur les différences existantes entre ces technologies.

Quant aux matériaux organiques et plus particulièrement les polymères, il s'agira dans ce paragraphe de présenter leurs propriétés optiques et les paramètres influençant ces propriétés sans entrer dans les détails de la mise en œuvre technologique qui fera l'objet du paragraphe nommé « 4. Méthodes de réalisation ».

### 3.1 Les matériaux inorganiques

Dans les années 1970, le Niobate de Lithium est le premier matériau à s'imposer pour la réalisation de guides « canal » en raison de ses propriétés optoélectronique, photo-électrique, piézoélectrique et non linéaire. En 1974, l'essor du guide d'onde « canal » a débuté après que Bell laboratories ait pu démontrer une possibilité de réalisation en grande quantité et à bas coût grâce à la diffusion de titane dans le niobate de lithium. Après les années 1980 une grande variété de matériaux a été étudiée et, de ce fait plusieurs technologies se sont développées en parallèle. Un résumé des différentes publications présentées dans ce chapitre est donné en annexe I.1 sous forme d'un tableau. Ce dernier introduit un complément d'information sur les différentes publications citées ; seules les publications présentant des technologies de réalisation y sont présentées.

#### Les verres

Parmi les verres, la silice a été toujours très utilisée pour la réalisation de fibres optiques. Pour cette raison, les nombreuses études qu'elle a générées sur sa purification ont permis de réduire le nombre de défauts et par conséquent diminuer considérablement les pertes optiques (0,15dB/km à 1550nm dans les fibres monomodes standards). Il est à noter que la silice n'est généralement pas considérée comme un verre ordinaire et beaucoup d'études font la distinction entre les termes « silice » et « verre ».

La silice est aussi très utilisée pour la réalisation de guides d'ondes et de fonctions pour l'optique intégrée. Avec un indice de réfraction relativement bas (1,447 à  $\lambda=1550\text{nm}$ ) la silice est très souvent employée en tant que gaine optique. En général, les guides ont pour cœur de la silice dopée à l'oxyde de germanium (quelques % à près de 20%) pour obtenir des

contrastes d'indice couramment de 0,007 voire jusqu'à 0,02 ; les matériaux de cœur peuvent aussi être des semi-conducteurs, des verres, des nitrures ou oxynitrures de silicium ou des polymères. Les différents motifs sont alors obtenus par gravure sèche ou humide dans la plupart des cas.

La photosensibilité de la silice dopée semble aussi, être exploitée. Il est possible de citer par exemple le dopage au germanium qui permet en 1978 à K. O. Hill et al [36] de mettre en évidence la photosensibilité dans le proche UV (488nm) de la silice ainsi modifiée. Cette particularité est imputée à la présence de défauts ponctuels dans cette dernière [37]. Notons que l'étain a été aussi utilisé et permet une plus grande photosensibilité que le germanium [38] mais le contraste d'indice reste faible ( $2 \cdot 10^{-4}$ ).

Le phénomène de l'augmentation de l'indice sous insolation UV est encore mal connu. Néanmoins, deux modèles ont été proposés afin d'estimer quantitativement l'évolution de l'indice. Le premier se base sur la création ou la destruction des centres colorés [39], le second postule que l'apparition de plissements après insolation résulte d'une densification permanente, et des contraintes élastiques du matériau [40]. La photosensibilité de la silice dopée s'est largement répandue depuis quelques années pour faire des composants optiques en ligne à base de réseaux de Bragg.

En 1997, K. Miura et al. [41] montrent la possibilité de photo-inscrire des guides d'ondes optiques dans divers verres tels que la silice synthétique, les verres borosilicatés, les verres fluorés ou bien les verres chalcogénures avec un laser (800nm) à impulsions ultra-courtes (120fs).

Quant au dopage de la silice, en 2004, R. A. Belleman et al. [42] avaient réussi à la doper à hauteur de 25% sans apparition de craquelures permettant l'obtention de contrastes d'indice avec la gaine en silice pouvant atteindre 4% ( $\sim 6 \cdot 10^{-2}$ ) alors que cette valeur ne dépasse guère les 1,5% habituellement. Les pertes linéiques sont d'environ  $0,1 \text{ dB} \cdot \text{cm}^{-1}$  pour des contrastes d'indice de 2% et 3,5%.

Notons qu'avec le niveau de contrastes d'indice relevé précédemment, les rayons de courbures des anneaux dans les micro-résonateurs sont généralement supérieurs à  $400 \mu\text{m}$  et pour le moment, aucune indication ne nous permet de croire que l'on pourra réaliser des circuits miniaturisés avec la silice.

Hormis la silice, d'autres verres d'oxyde sont utilisés en optique intégrée tel que l'oxyde de tantale ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ) qui est aussi photosensible. Ce dernier est dans la plupart des cas utilisés en système binaire avec la silice dans les proportions ( $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  :30/70% mol). Cette composition permet d'avoir un indice de réfraction d'environ 1,78 à  $\lambda=1550\text{nm}$  et un contraste d'indice avec une gaine en silice de l'ordre de 0,3 favorisant la miniaturisation. De plus, l'indice de réfraction de ce composé varie sous insolation UV ; il diminue au départ puis augmente après une longue exposition. Ceci est probablement dû à un phénomène de réduction puis d'oxydation du tantale [12]. Dans cette dernière étude menée par Y. Kokubun et al. la fonction réalisée est un filtre à base de micro-résonateur à couplage vertical et, l'insolation sous UV permet d'effectuer un décalage en longueurs d'ondes et d'ajuster le filtre.

A côté des verres d'oxydes et pour le reste, les verres de fluorures et de chalcogénures suscitent aussi beaucoup d'intérêt pour l'optique intégrée. En effet, ces derniers permettent une utilisation dans l'infrarouge moyen ; jusqu'à  $7\mu\text{m}$  pour les fluorures et jusqu'à  $13\mu\text{m}$  pour les chalcogénures [43] avec des pertes qui descendent maintenant aux alentours de  $1\text{dB}\cdot\text{m}^{-1}$  (sur fibres) à  $1550\text{nm}$ .

Parmi les fluorures les plus utilisés, le ZBLAN (fluorure de [zirconium, baryum, lanthane, aluminium et sodium]). Dans l'étude menée par Y. Zhao et al. [44] avec ce matériau, les guides d'ondes ont été obtenus par implantation ionique de  $\text{He}^+$  dans le verre et les pertes mesurées sont de  $1,8\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $632,8\text{nm}$ .

Aussi, par ailleurs, le verre de phosphate, initialement développé par l'ORNL\* pour isoler les déchets radioactifs trouve aussi des applications dans l'optique intégrée. En 1997, Y. C. Yan et al. [45] dopent ce matériau avec de l'Erbium qui leur permet d'obtenir une amplification avec un gain convenable de  $4,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ .

Dans ce qui précède, les couches minces de matériaux sont généralement déposées par des techniques semblables à la PECVD où à partir de sol-gel. Les guides d'ondes sont obtenus par insolation, par bombardement ionique ou par photolithographie suivie d'une gravure sèche.

Une autre manière de procéder est la technique de l'échange ionique qui permet la réalisation de guides d'ondes optiques dans des substrats de verres sans étapes de dépôt de matériaux en couches minces ou d'étape de gravure. Ces guides sont obtenus par échanges ioniques entre le verre et la solution contenant l'ion à incorporer puis par diffusion de ce dernier dans le verre grâce à l'application d'un champ électrique. De cette manière, en 2004, C. Martinez et al. [46] ont présenté la réalisation du premier filtre en longueurs d'onde nommé « ACG » (Artificial Cladding Grating = réseau à gaine artificielle). Contrairement aux réseaux de Bragg, les pas du réseau sont ici de  $30\mu\text{m}$  et de  $80\mu\text{m}$ . Aucune précision sur le contraste d'indice de réfraction n'est donnée.

Dans une autre étude, A. Morand et al. [47] ont réalisé un polariseur optique intégré par un échange ionique entre le substrat de verre et le sel  $\text{KNO}_3$  grâce à un traitement thermique à  $380^\circ\text{C}$  pendant 7heures. Dans ce cas, la variation de l'indice de réfraction à la surface du substrat est d'environ 0,01.

### Les semi-conducteurs

Le silicium reste dans la plupart des cas le substrat de base sur lequel sont déposées les différentes couches formant le circuit optique. Ceci est dû à un coût relativement bas d'obtention de substrats d'une grande planéité et de très faible rugosité des surfaces polies.

Cependant le silicium est aussi utilisé comme matériau de réalisation de guides d'ondes optiques. La technologie SOI ou Silicon On Insulator (silicium sur isolant) proposée par Kurdi et al. [48] en 1988, s'est développée considérablement lors des dernières années.

---

\* ORNL : Oak Ridge National Laboratory

Cette technologie permet d'avoir des guides très petits en largeur et hauteur grâce à un très grand contraste d'indice entre le cœur ( $n \sim 3,48$  à 1550nm) et la gaine ( $n \sim 1,45$  à 1550nm). Toutefois, ceci induit des difficultés d'injection de la lumière entre la fibre d'entrée et le guide occasionnant beaucoup de pertes.

Il existe deux principaux procédés de la technologie SOI : le SIMOX (Separation by Implantation of Oxygen) utilisé pour la première fois en 1978, par K. Izumi et al. [49] Chez NTT\*\*, et, le BESOI (Bonded Silicon-On-Insulator) appelé parfois BSOI proposé pour la première fois par J. B. Lasky et al. [50] en 1985 chez IBM\*\*\*. Utilisés initialement dans le domaine de la microélectronique, ces procédés ou des dérivés de ces derniers trouvent aussi une utilisation dans le domaine de l'optique intégrée et dans la réalisation de fonctions optiques [51], [52] et [53]. Les pertes linéiques dans le silicium peuvent être très faibles ( $4.10^{-3}$  dB.cm<sup>-1</sup> à 1523nm) [52]. Toutefois, les pertes de propagation dans les guides sont plus élevées et sont parfois annoncées supérieures à 1dB.cm<sup>-1</sup>.

En parallèle à la technologie SOI, s'est développée celle de la diffusion d'éléments chimiques dans le silicium et notamment la diffusion de germanium [54]. Dans ce dernier cas, le contraste d'indice entre le cœur et la gaine est amplement plus faible que celui des procédés SOI et est inférieur à 0,1. en faisant varier la concentration du germanium entre 5% et 11%, J. Schmidtchen et al. [55] ont pu avoir des contrastes d'indices compris entre 0,02 et 0,1 avec des pertes linéiques d'environ 0,3 dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=1300$ nm et à  $\lambda=1550$ nm.

D'autres semi-conducteurs sont aussi très employés, on pourra citer le phosphore d'indium (InP), l'arsenate de gallium (GaAs) [56] ou un mixage de ces derniers :  $In_xGa_{1-x}As_{1-y}P_y$  [57]. L'intérêt de ces technologies est l'intégration de fonctions passives et actives sur le même support. Toutefois, ces matériaux nécessitent une mise en œuvre difficile et un coût de réalisation élevé [58]. Notons, par ailleurs que le l'aluminium (Al) [59] et l'azote (N) [60] sont parfois substitué à l'Indium (In) et au phosphore (P) respectivement. Ces derniers matériaux sont utilisés entre autre pour la réalisation de diodes lasers. L'utilisation de l'aluminium comme substituant à l'indium permet d'avoir des systèmes moins sensibles à la température et donc ne nécessitant pas d'asservissement en température. Quant au matériau InGaAsN, son utilisation est motivée par la réalisation de diodes lasers performantes et à moindre coût que les systèmes à base d'InP traditionnels.

Malgré des technologies onéreuses, le développement de circuits à base de semi-conducteurs est très important du fait de la possibilité de réaliser de grandes intégrations de fonctions actives et passives sur un même support.

### Les nitrures

Dans cette catégorie sont regroupés les nitrures et les oxynitrures de silicium considérés tous deux comme des matériaux céramiques bien que dans la plupart des cas, la

---

\*\* NTT : Nippon Telegraph and Telephone Corporation (leader du marché des telecommunications au Japon)

\*\*\* IBM : International Business Machines Corporation. Elle est basée à New york (Etats Unis)

couche de confinement inférieure soit la silice. Ces matériaux ont été longtemps utilisés pour passiver ou isoler les semi-conducteurs en microélectronique.

En prenant le couple  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ , le contraste d'indice entre le cœur et la gaine est de l'ordre de 0,55 [61]. Ces couches sont généralement déposées en LPCVD (Low-Pressure Chemical Vapor Deposition) ou en PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Il est à noter que sous certaines conditions de pression et de composition chimique des gaz utilisés, le dépôt obtenu soit  $\text{SiN}$  [62]. Dans ce dernier cas, le contraste d'indice peut être supérieur à 1 permettant ainsi la réalisation de structures guidantes de très petites tailles mais rappelant le problème de pertes à l'injection nommé précédemment dans le cas des SOI.

Le cas intermédiaire,  $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ , s'avère être une solution pour le contrôle de l'indice de réfraction. Dans des conditions thermodynamiques particulières de dépôt, l'indice des couches peut être contrôlé et varie entre celui de la silice et celui du nitrure de silicium [63]. Les pertes par propagation dans ces matériaux peuvent être de l'ordre de  $0,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Néanmoins, certaines études avancent des pertes assez élevées. N. Daldosso et al. [61] Annoncent en 2004, des pertes par propagation comprises entre  $4,5\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  et  $6\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1544\text{nm}$ . Ces valeurs sont apparemment dues à des modes guidés mal confinés. W. Gleine et al. [63] mesurent des pertes entre  $0,5\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  et  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  sur des guides réalisés avec la technologie  $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ . Ces pertes semblent dépendre de la réaction d'oxydo-nituration du silicium adoptée.

### Les matériaux poreux

L'histoire des matériaux poreux a commencé avec celle du silicium poreux qui a servi au départ pour l'isolation des circuits intégrés. En 1990, T. Canham [64] mit en évidence la forte luminescence du silicium poreux à température ambiante. Suite à ceci, de grandes séries d'études ont débuté sur ce matériau. Au-delà de sa propriété de luminescence, ce matériau forme des couches diélectriques d'une très bonne qualité optique tout en offrant la possibilité de pouvoir moduler son indice de réfraction en jouant sur sa porosité [65]. D'autres matériaux comme le phosphore d'indium poreux [66] ou le mélange (silice-oxyde de titane) poreux [67] sont aussi étudiés. Le laboratoire FOTON étudie actuellement la mise en œuvre de guides à base de silicium poreux afin d'incorporer des chromophores ou des terres rares pour réaliser un certain nombre de fonctions.

### Autres configurations : structures hybrides et ferroélectriques

Il existe bien évidemment d'autres technologies ou combinaisons de technologie pour la réalisation de fonctions pour l'optique guidée comme les structures hybrides organique-inorganique. Il est possible de citer par exemple le couple silice/polymère avec lequel D. Bosc et al. [68] avaient réalisé en 1999 des structures en silice recouverte d'un copolymère à base de méthacrylate fluorée et pour lequel le contrôle de l'indice de réfraction

est obtenu pendant la copolymérisation par le contrôle de la concentration en fluor d'un comonomère. Pour la première fonction réalisée, un coupleur directionnel, le taux de couplage est devenu beaucoup plus sensible au changement de température qu'il ne l'est avec un système tout silice. De plus, il a été possible de réaliser un réseau de Bragg athermique par l'utilisation d'un simple et astucieux système hybride.

Par ailleurs, tirant profit de l'existence de composés organiques-inorganiques, l'équipe de E. J. Nassar et al. [69] ont pu réaliser des guides d'ondes en oxydes de silicium et de titane par le simple dépôt par immersion (dip-coating). De cette manière, l'indice de réfraction est contrôlé facilement lors du mélange des matériaux hybrides. Ainsi, les indices de réfraction des couches minces s'étendent de 1,7072 à 1,5855 à  $\lambda=1550\text{nm}$  avec la variation de la proportion du titane par rapport au silicium. Pour un mélange (Ti:Si=70:30), les pertes linéiques dans le guide d'onde sont d'environ  $1,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Hormis les systèmes hybrides, des matériaux comme la céramique ferroélectrique  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  (PZT) sont par ailleurs étudiés pour leur son coefficient électro-optiques [70].

La liste des matériaux présentés précédemment est non exhaustive. Toutefois, elle permet de mettre en avant leur très grand nombre ainsi que les caractéristiques des plus usités et étudiés.

### 3.2 Les matériaux polymères

Ces matériaux organiques sont particulièrement intéressants pour la réalisation de certaines fonctions comme les filtres accordables en température ou pour des applications en optique non linéaire par exemple.

D'une part, leur domaine d'indices s'étend de 1,3 à 1,7 (1,4 à 1,6 pour les plus courants) donnant accès à des contrastes d'indices suffisamment élevés entre le cœur et la gaine pour permettent une miniaturisation convenable de fonctions optiques ne nécessitant pas une très grande intégration. La rapidité et les coûts faibles relatifs de mise en œuvre ainsi que les très divers champs d'application (électro-optique, thermo-optique, fonctions passives et actives) sont autant d'atouts pour le choix de cette technologie.

L'introduction des polymères dans l'optique intégrée a été étudiée il y a une vingtaine d'année. Une grande variété de polymère existe déjà. Certains sont très connus du grand public comme le plexiglas (Poly Méthacrylate de Méthyle ou PMMA), le polycarbonate, le polystyrène ou le polyuréthane et ont été utilisés pour la réalisation de fonctions optiques intégrées et notamment des guides « canal ».

Généralement, les familles de polymères étudiées dans le cadre de l'optique intégrée sont les polyesters, les polyacrylates, les polyméthacrylates, les polyamides, les polyimides, les polycarbonates, les polystyrènes, les polyéthers, les silicones, et les résines époxydes. Parmi ces familles, les études les plus poussées utilisent essentiellement trois familles : les polyméthacrylates, les polysiloxanes et les polyimides. Toutefois, certaines propriétés font diriger le choix vers de nouveaux polymères dont les caractéristiques principales recherchées coïncident avec de bonnes propriétés optiques, une possibilité de miniaturisation des fonctions, de bonnes tenues thermiques et mécaniques et une bonne stabilité dans les environnements les plus courants (adsorption d'eau ou d'oxygène).

Aussi, la facilité de mise en œuvre et de réalisation de fonctions optiques peut parfois être un critère de choix. Ceci est le cas des polymères photosensibles comme le PVCi [71] : son dépôt se fait à la tournette et seule une étape d'insolation à travers un masque est nécessaire pour réaliser les fonctions optiques désirées. Cette méthode est la plus simple et la moins coûteuse, principalement en temps. Toutefois, le contraste d'indice reste insuffisant (allant jusqu'à  $3.10^{-2}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ ) limitant les possibilités de miniaturisation des fonctions. Afin de palier à cette limitation, la technique de gravure a été choisie et étudiée dans cette thèse. Cette dernière permet aisément d'obtenir des contrastes d'indices de 0,2 voire 0,4 avec l'utilisation de polymères particuliers. Un très grand nombre de polymères peut être utilisé avec cette technologie sous réserve que ces derniers soient très peu absorbants dans les fenêtres de longueurs d'ondes d'utilisation, aient une bonne compatibilité avec les couches contiguës, permettent l'obtention de couches homogènes et peu rugueuses et aient des propriétés thermiques adéquates.

### **3.2.1 Les propriétés optiques**

Sur le plan purement optique et dans le cadre de notre étude notamment, trois propriétés semblent suffisantes pour le choix des matériaux. Tout d'abord, la transparence des matériaux dans la gamme de longueurs d'onde utilisées. Ensuite, les indices de réfraction des matériaux de cœur et de gaine, et, plus précisément le contraste d'indice qui existe entre ces deux indices. Enfin, la biréfringence des matériaux utilisés.

#### La transparence des matériaux

Il existe plusieurs phénomènes responsables des pertes optiques dans les matériaux. Les différents phénomènes extrinsèques comme la diffusion due aux impuretés ou à l'état de surface des guides, etc... seront plus amplement détaillés dans la partie concernant les pertes optiques (chapitre III). Dans le présent cadre de choix des matériaux, seules les pertes intrinsèques à ces derniers sont prises en compte et sont l'absorption et la diffusion intrinsèques. Dans la suite de ce paragraphe, seuls les matériaux polymères seront concernés.

Tout d'abord, la diffusion intrinsèque autrement appelée la diffusion moléculaire de la lumière est la conséquence d'inhomogénéités locales de densité. En effet, les polymères amorphes possèdent un ordre statistique à petites distance des molécules et de ce fait ils se

trouvent dans un ordre intermédiaire entre le chaos moléculaire d'un gaz et la structure régulière d'un réseau cristallin parfait (en fait, une pelote statistique). Cette répartition aléatoire des macromolécules à laquelle s'ajoute l'agitation thermique produisent ces fluctuations responsables de la diffusion. Toutefois, la loi que suit cette diffusion diminue en  $1/\lambda^4$  et est négligeable comparée aux autres formes de pertes et au vue des faibles distances optiques parcourues en optiques intégrées (quelques centimètres). Les pertes dues à cette forme de diffusion sont de l'ordre de quelques  $10^{-4}$  dB.cm<sup>-1</sup> dans le visible ( $1,2 \cdot 10^{-4}$  dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=650$ nm pour le PMMA [71]) et deviennent insignifiantes à 1550nm. Ceci est à comparer à quelques  $10^{-1}$  dB.cm<sup>-1</sup> dus aux pertes par absorption intrinsèque hors des bandes d'absorption (et à la diffusion extrinsèque).

L'absorption est dans la plupart des cas, responsable de la plus grande partie des pertes optiques dans le domaine du proche infrarouge et il est possible de distinguer l'absorption électronique de celle due aux absorptions de multi-phonons.

Dans le cadre de cette étude, le domaine de longueur d'onde utilisé est celui des télécoms (1260-1675 nm). Or, les absorptions électroniques résultent des changements d'état d'électrons covalents qui passent à des niveaux d'énergies supérieurs et dans le cas général, ils ont lieu dans le domaine de l'ultraviolet et du visible. Ces absorptions deviennent négligeables dans le proche IR devant les autres types de pertes. Par exemple, pour le PMMA cette sorte d'absorption est inférieure à  $10^{-5}$  dB.cm<sup>-1</sup> à 500nm et devient insignifiante dans le domaine de l'infrarouge [72].

Incontestablement, la plus grande partie des pertes optiques dues à l'absorption intrinsèque dans le domaine du visible et de l'IR est imputée aux vibrations moléculaires. Dans le Tableau I.3 sont réunies les différentes harmoniques des liaisons courantes entrant en jeu dans l'absorption dans le domaine des télécoms. Dans ce tableau, les intensités relatives sont données par rapport à celle de la seconde harmonique de la vibration C – H.

liaisons	Numéros de l'harmonique	Longueurs d'ondes (nm)	Intensités relatives
C – H	2	1729	1
C – H	3	1176	$8,8 \cdot 10^{-2}$
O – H	2	1438	$1,9 \cdot 10^{-2}$
C – D	3	1541	$2,1 \cdot 10^{-2}$
C – D	4	1174	$1,7 \cdot 10^{-3}$
C = O	3	1830	$1,6 \cdot 10^{-1}$
C = O	4	1382	$5,6 \cdot 10^{-3}$
C = O	5	1113	$2,3 \cdot 10^{-4}$
C – F	5	1626	$8,3 \cdot 10^{-5}$
C – F	6	1361	$2,5 \cdot 10^{-6}$
C – F	7	1171	$8,3 \cdot 10^{-8}$
C – Cl	8	1694	$9,6 \cdot 10^{-9}$
C – Cl	9	1515	$6,0 \cdot 10^{-10}$
C – Cl	10	1372	$4,2 \cdot 10^{-11}$
C – Cl	11	1256	$3,1 \cdot 10^{-12}$
C – Cl	12	1158	$2,6 \cdot 10^{-13}$

Tableau I.3 : Récapitulatif des longueurs d'ondes et intensités relatives des harmoniques des différentes vibrations de liaisons [73] existant dans le domaine (1260-1675) nm des télécoms.

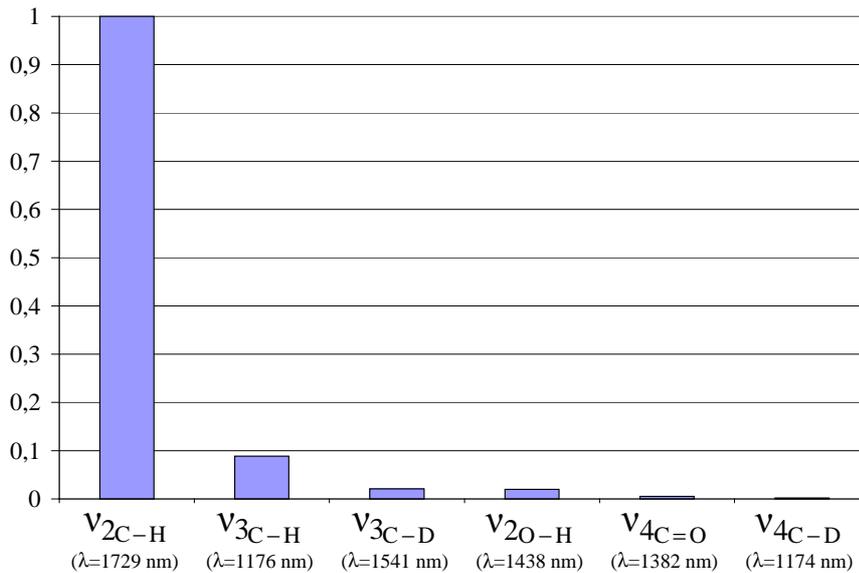


Figure I.20 : Représentation par ordre décroissant des intensités relatives des principales harmoniques dans le domaine des télécoms.

Les deux vibrations de liaison les plus gênantes dans le domaine 1260nm-1675nm des télécoms sont celles de la liaison C – H. La Figure I.20 montre plus clairement l'évolution des intensités relatives de différentes harmoniques de vibrations moléculaires à comparer aux intensités des harmoniques dues aux liaisons C – H.

Ainsi, s'il est possible de remplacer les liaisons C – H par des liaisons C – F ou C – Cl dans les polymères, les pertes optiques dues aux vibrations de liaisons seraient diminués de plusieurs ordre de grandeur.

W. Groh [73] avait avancé une relation permettant d'avoir une approximation des pertes optiques (en dB/km) dues aux vibrations moléculaires au niveau des sommets des pics d'absorption. En normalisant cette relation par rapport à l'intensité de la deuxième harmonique de vibration de la liaison C – H et en présentant les pertes en dB.cm<sup>-1</sup>, on obtient la relation I. 17 suivante :

$$\beta = 2,4 \cdot 10^7 \frac{\rho}{M} \cdot n_a \cdot \left( \frac{E_v}{E_2^{CH}} \right)_B \quad \text{I. 17}$$

avec  $\beta$  : les pertes en dB.km<sup>-1</sup> au sommet du pic d'absorption,  
 $\rho$  : la masse volumique du polymère (g.cm<sup>-3</sup>),  
 $M$  : la masse molaire du monomère (g.mol<sup>-1</sup>),  
 $n_a$  : le nombre de liaison XY dans un monomère avec XY=(C – H, C – D, C – F, C – Cl, C = O ou O – H),

et  $\left( \frac{E_v}{E_2^{CH}} \right)_B$  : l'intensité relative de la liaison XY.

Ici  $E_2^{CH} = 1$  : normalisation par rapport à la deuxième harmonique de vibration de la liaison C – H.

Ainsi, à partir de la relation I. 17 et du Tableau I.3, il devient possible d'effectuer des comparaisons sur l'ordre de grandeur des pertes liées aux liaisons C – H, C – F et C – Cl dans les plages de longueurs d'ondes [1150nm-1180nm] et [1620nm-1730nm] car ces trois liaisons possèdent des harmoniques liées à leurs vibrations moléculaires dans ces intervalles.

Par cette approche, les pertes estimées pour les vibrations des liaisons C – H pour le PMMA sont environ 22dB.cm<sup>-1</sup> et 2dB.cm<sup>-1</sup> pour la deuxième et la troisième harmonique respectivement. ( $\rho_{\text{PMMA}}=1,17\text{g.cm}^{-3}$  ;  $M_{\text{PMMA}}=100\text{g.mol}^{-1}$  ;  $n_{\text{PMMA}}=8$ )

Ces pertes deviennent inférieures à 10<sup>-2</sup>dB.cm<sup>-1</sup> en remplaçant les liaisons C – H par C – F ou C – Cl.

La liaison C – D a des pertes estimées à environ 0,5dB.cm<sup>-1</sup> pour la troisième harmonique qui se trouve dans la bande C très utilisée des télécoms. L'emploi des polymères deutérés n'est apparemment pas une réelle solution d'autant plus que ces matériaux sont dans l'ensemble peu stable vis à vis de l'atmosphère environnante.

Notons que par ailleurs, l'étude menée par D. Bosc et al. [72] a permis de mettre en avant une méthode simple et basée sur l'expérience pour l'estimation des pertes correspondant aux harmoniques des liaisons C – H, C – D et C – F.

Dans ce cas :

$$\beta^{(n)} = \epsilon^{(n)} \cdot N \quad \text{et} \quad N = \frac{\rho \cdot n_a}{M} \quad \text{I. 18 et I. 19}$$

avec  $\beta^{(n)}$  : les pertes en dB.km<sup>-1</sup>,  
 $\epsilon^{(n)}$  : le coefficient d'absorption en dB.km<sup>-1</sup>/nombre de CH molaire par cm<sup>3</sup>,  
 $\rho$  : la masse volumique du polymère (g.cm<sup>3</sup>),  
 $M$  : la masse molaire du monomère (g.mol<sup>-1</sup>),  
 $n_a$  : le nombre de liaison XY dans un monomère avec XY=(C – H, C – D ou C – F).

Pour les liaisons C – H, C – D et C – F, log( $\epsilon^{(n)}$ ) est donné en fonction du numéro de l'harmonique n (voir Tableau I.4)

liaison	log( $\epsilon^{(n)}$ ) = f(n)
C – H	-(n-1) + 8,8
C – D	-1,3.(n-1) + 9
C – F	-1,84.(n-1) + 10,2

Tableau I.4 : Equation des droites représentant l'évolution de log( $\epsilon^{(n)}$ ) en fonction de n.

Ces évolutions linéaires de log( $\epsilon^{(n)}$ ) en fonction de n avaient été trouvées expérimentalement pour les n≤4 et extrapolées aux n≥5.

Les estimations réalisées avec cette dernière méthode sont d'environ 59dB.cm<sup>-1</sup> et 5,9dB.cm<sup>-1</sup> pour la deuxième et la troisième harmonique des vibrations de la liaison C – H du PMMA. A environ un coefficient 3 près pour la liaison C – H, et avec cette méthode simple

ne nécessitant pas de valeurs tabulées, il est possible d'avoir une estimation de l'ordre de grandeur des pertes dues à l'absorption issu des vibrations moléculaires.

Notons que les études sur ce type de pertes sont réalisées aux pics d'absorption et ne concernent pas les intervalles inter-pics.

Or, lorsque les plages de longueurs d'ondes sont limitées aux bandes O (1260 – 1360)nm et C (1530 – 1565)nm des télécoms, aucune des liaisons présentées au préalable ne possède des harmoniques de vibration moléculaires dans ces intervalles. Toutefois, lorsqu'un fort pic d'absorption existe, les pieds du pic débordant sur les bandes O et C peuvent être encore à des niveaux élevés d'absorption. L'accumulation de ces harmoniques ( $v_{2C-H}$ ,  $v_{3C-H}$ ,  $v_{4C=O}$ ,  $v_{2O-H}$ , ...) peut conduire au final à des pertes non négligeables à des longueurs d'ondes où aucune harmonique de liaison n'existe comme 1550nm par exemple. Pour cette raison, en remplaçant les liaisons C – H par exemple par des liaisons C – F ou C – Cl, les pics d'absorption aux longueurs d'ondes des télécoms deviennent très faibles abaissant par la même occasion le niveau des pertes dans les zones inter-pics.

Certains laboratoires et industriels se sont intéressés à cette question et depuis quelques années plusieurs nouveaux matériaux ont été synthétisés [74] [75] et certains commercialisés.

Toutefois, l'ampleur des pertes entre les pics ne dépend pas uniquement de la présence de pics avec un haut niveau d'absorption pour peu que ces pics soient étroits ou bien suffisamment éloignés du domaine d'utilisation. Ces pertes peuvent être extrinsèques à cause de la présence d'impuretés par exemple et, dans ce cas la substitution des liaisons C – H par d'autres liaisons ne permettrait pas nécessairement d'avoir de faibles pertes.

Dans une étude menée par D. Bosc et C. Toinen en 1992 [76], des pertes linéiques de  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  sur la première fibre polymère monomode ont pu être mesurées à 1550nm. Cette fibre était réalisée avec le copolymère (méthacrylate de méthyle-co-méthacrylate d'éthyle) pour le cœur et le copolymère (méthacrylate de méthyle-co-méthacrylate de trifluoroéthyle) pour la gaine. Ces matériaux ont subi une très grande purification au préalable éliminant la grande majorité des centres diffusants. Néanmoins, ces valeurs d'atténuation obtenues expérimentalement comprennent encore d'après l'auteur des pertes optiques de diffusion de lumière non négligeables dues à la fabrication de la fibre elle-même.

Sachant que le nombre de C – H volumique pour le copolymère (méthacrylate de méthyle-co-méthacrylate d'éthyle) est équivalent à celui du PMMA pur, il serait possible d'obtenir des pertes dans le PMMA ultra purifié inférieures à  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à cette longueur d'onde. Autrement dit, si les pertes trouvées dans nos matériaux sont supérieures à  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ , les pertes par diffusion sont alors non négligeables. Dans ce cas, si la purification n'est pas optimisée, les pertes pourront être non négligeables même dans le cas des polymères fluorés ou chlorés.

Notons que les valeurs de pertes linéiques pour le PMMA sont rarement communiquées dans le domaine de l'infrarouge. Seulement des valeurs de pertes de  $0,94\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  [77] ont été trouvées à  $\lambda=1300\text{nm}$ .

### Les indices de réfraction

Le choix des matériaux est très dépendant de l'indice de réfraction de ces derniers. Dans le cadre de l'optique guidée, la lumière se propage dans le milieu ayant l'indice le plus élevé. De plus, une interdépendance existe entre le contraste des indices de réfraction (différence entre celui du cœur et celui de la gaine), la taille des guides d'onde et la propagation monomode ou multimode. En effet, plus ce contraste est élevé, plus il est nécessaire de réaliser de petits guides afin de rester dans le domaine monomode. Dans le cadre de la miniaturisation des fonctions optiques, la réciproque est souvent visée.

Toutefois, le choix d'un matériau ne se limite pas à la valeur de son indice de réfraction et peut aussi être lié à la biréfringence du matériau ou à la dépendance cet indice aux conditions extérieures (température, atmosphère environnante). Dans ces derniers cas, Cette dépendance peut être un atout recherché comme elle peut parfois devenir un inconvénient rédhibitoire.

**La biréfringence** : elle résulte de la structure des matériaux qui peut donner lieu à l'existence de deux ou trois indices de réfraction pour chaque matériau. Dans le cadre des matériaux polymères amorphes et non stressés, la biréfringence macroscopique est nulle.

Néanmoins, une biréfringence intrinsèque peut exister et résulte dans ce cas de l'anisotropie des différents segments de liaisons de la chaîne de polymère. Elle est représentée par le tenseur de polarisabilité  $\alpha$ . Si  $x$  est choisi le long de la liaison,  $\alpha$  peut s'écrire :

$$\alpha = \begin{bmatrix} \alpha_{//} & & \\ & \alpha_{\perp} & \\ & & \alpha_{\perp} \end{bmatrix}, \text{ on parle alors de direction de polarisabilité parallèle et}$$

perpendiculaire à la liaison. Pour la liaison C – H, par exemple,  $\Delta\alpha = \alpha_{//} - \alpha_{\perp}$  est de l'ordre de  $10 \cdot 10^{-25} \text{ cm}^3$  [78]. Cette valeur rapportée à une mole de liaison C – H peut paraître grande. Toutefois, la répartition aléatoire des chaînes de polymères amorphes conduit à l'annihilation de la biréfringence macroscopique.

**Dépendance à la température** : pour les polymères, cette dépendance décroissante de l'indice avec la température ( $dn/dT \sim -10^{-4}/\text{K}^{-1}$ ) est d'un ordre de grandeur supérieur à celles des matériaux non organiques comme les verres (par exemple pour la silice pure ( $dn/dT \sim +10^{-5}/\text{K}^{-1}$ )). Ceci ouvre la voie à des applications thermo-optiques consommant moins d'énergie qu'avec les matériaux non organiques. Parmi ces applications, il est possible de citer les commutateurs thermo-optiques [79] et les filtres accordables ou ajustables avec la température [80]. A contrario, étant donné la grande dépendance des matériaux polymères amorphes à la température, les fonctions optiques intégrées nécessiteront dans beaucoup de cas un asservissement en température.

**Dépendance à l'atmosphère environnante** : dans le cadre d'une utilisation ordinaire des fonctions optiques, seule l'humidité environnante est mise en jeu. Toutefois, pour la grande majorité des polymères, aucune dépendance à l'humidité notable n'a pu être relevée dans la littérature.

Certains polymères comme par exemple le PMMA deutéré ou d-PMMA dépendent de l'humidité relative (RH<sup>\*</sup>). Dans le cas du d-PMMA T. Watanabe et al. [81] ont pu mettre en évidence cette dépendance. En effet, le d-PMMA voit son indice de réfraction augmenter lorsque l'humidité augmente à température ambiante. Au contraire, cet indice diminue lorsque l'humidité augmente au-delà de 60°C. Cette dépendance est de  $1,3 \cdot 10^{-5} (\%RH)^{-1}$  à 20°C et elle est de  $-4,7 \cdot 10^{-5} (\%RH)^{-1}$  à 80°C.

Il est à noter aussi que dans la grande majorité des cas, les fonctions sont mises en boîtiers avant commercialisation et deviennent bien protégées vis à vis de l'extérieur.

**Dépendance à la longueur d'onde :** elle est décrite empiriquement par la loi de Cauchy :  $n(\lambda) = n_0 + \frac{A}{\lambda^2}$  (I. 20) où  $n_0$  et A sont deux constantes. Cette dépendance de l'indice à la longueur d'onde peut devenir gênante dans certains cas où la fonction optique doit fonctionner sur une large fenêtre de longueurs d'ondes.

### 3.2.2 Les tenues thermiques, mécaniques et thermomécaniques

Tel qu'il a été remarqué précédemment, la dépendance de l'indice de réfraction à la température peut être un atout. Cependant, dans beaucoup de cas, l'évolution de la température entraîne aussi des évolutions dans les propriétés thermomécaniques des polymères. Ce sont principalement les polymères amorphes qui sont les plus concernés car d'une part, les plus courants d'entre eux possèdent des coefficients de dilatation thermique relativement élevés faisant évoluer très rapidement certains paramètres tels que l'indice de réfraction ou bien le volume de ces matériaux. D'autre part, ils possèdent aussi des températures de transitions vitreuses relativement basses ; aux alentours de 100°C voire parfois proches de la température ambiante. Au passage de cette transition, toutes les propriétés mécaniques, thermiques ou bien optiques varient d'une manière brutale. Il n'est pas à exclure que cette propriété ne soit pas exploitée pour la réalisation de fonctions particulières nécessitant deux états distincts.

Toutefois, lors de la réalisation technologique de fonctions optiques en polymères, certaines étapes nécessitent des recuits à des températures proches ou au-dessus de la température de transition vitreuse. Dans certains cas, ces recuits engendrent la création de défauts. Ces derniers seront plus amplement détaillés dans le chapitre II.

De ce fait, les propriétés des composants risquent d'être fortement affectées en fonctionnement si les conditions thermiques évoluent. Afin de palier à ceci, nous recherchons aussi des polymères à plus haute température de transition vitreuse ; le projet « POSO » dans lequel le CCLO est impliqué vise, en amont de ces travaux à synthétiser de nouvelles familles de polymères beaucoup plus stables.

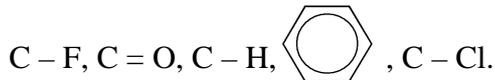
---

\* RH : Relative Humidity

### 3.2.3 Les nouveaux polymères

Pour les premières nouvelles familles de polymères développées, l'accent était surtout mis sur la réduction des pertes optiques principalement par absorption. Au vu des pertes engendrées par les vibrations moléculaires ayant des bandes d'absorption dans ou très proches de la fenêtre des longueurs d'onde d'utilisation, les premières synthèses de polymères visaient à éliminer les liaisons les plus gênantes (cas des O – H) ou à remplacer les liaisons C – H par d'autres liaisons (C – D, C – F ou C – Cl) dont les oscillations fondamentales se trouvent à des longueurs d'ondes plus élevées (4484nm, 8000nm, 12987nm respectivement). Il est à noter que l'oscillation fondamentale d'une vibration moléculaire possède l'absorption la plus élevée. Ensuite, cette absorption décroît au fur et à mesure que l'ordre de l'harmonique augmente. Néanmoins, ces changements de liaisons chimiques au cœur d'un matériau engendrent inévitablement des modifications de toutes ses propriétés. Dans le cadre de cette étude, les propriétés optiques et thermomécaniques sont les plus concernés.

Précédemment, il a été montré l'évolution des pertes dues aux absorptions par vibrations moléculaires selon le type de liaison chimique rentrant en jeu. Egalement, l'indice de réfraction évolue ; plus le polymère contient des liaisons chimiques dont la polarisabilité\* moyenne est élevée plus l'indice de réfraction est élevé. En même temps, le polymère doit être le plus dense possible ; il ne doit pas occuper un volume trop important. En général, l'indice de réfraction augmente avec les liaisons suivantes :



On sait récemment que la liaison C – S augmente aussi l'indice de réfraction si elle remplace une liaison C – H [82].

Toutefois, des différences dans la densité peuvent aussi affecter l'indice de réfraction. La relation entre le nombre  $N_i$  (nombre de liaisons par unité de volume), la polarisabilité moyenne  $\bar{\alpha}$  et l'indice de réfraction  $n$  est donnée par la formule de Lorentz-Lorenz :

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 1} = \frac{\sum N_i \bar{\alpha}_i}{3 \epsilon_0} \quad \text{I. 21}$$

où  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide ( $8,85 \cdot 10^{-12}$  F/m).

Afin de donner un exemple des nouveaux polymères utilisés pour l'optique intégrée, une étude présentée, en 2002, par H. Ma et al. [83] a été reprise. Dans cette étude se trouve un résumé de différents nouveaux polymères commerciaux parmi lesquels figurent beaucoup de polymères fluorés. Quelques polymères, les plus marquants ont été retenus et sont présentés dans le Tableau I.5 ci-après.

\* La polarisabilité : sous l'influence d'un champ électrique E, un dipôle induit P se crée au sein de la liaison, tel que  $P = \alpha \cdot E$ , où  $\alpha$  est la polarisabilité de la liaison. Cette polarisabilité est généralement anisotropique ; elle est plus grande le long de la liaison qu'à 90° de celle-ci. Néanmoins, la distribution d'orientation aléatoire des liaisons chimiques dans un polymère amorphe conduit à une isotropie de l'indice de réfraction.

Matériaux	Pertes par propagation en $\text{dB.cm}^{-1}$ ( $\lambda$ en nm)	Méthodes de réalisation	Divers
Acrylate halogéné	0,06-0,07 (1300) 0,2-1,7 (1550)	Photo-inscription, gravure humide, RIE, ablation laser	-
Polysiloxane deutéré	0,17 (1300) 0,43 (1550)	RIE	-
Polyimide fluoré	TE : 0,3-0,5 (1310) 0,6-0,7 (1310)	RIE, photo-inscription, gravure humide	PDL : 0,4dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1310\text{nm}$ Biréfringence : 0,009-0,025 Tg=310°C
Cyclobutane perfluoré	0,25 (1300) 0,25 (1550)	photo-inscription, gravure humide	Tg=400°C
Benzocyclobutène	0,8 (1300) 1,5 (1550)	RIE	Tg>350°C
Teflon AF	-	-	n=1,31 (AF1600) n=1,29 (AF2400) Gaine optique
Polymère cyclique Éther de perfluorovinyle	-	-	n=1,34 Tg=108°C
Polycarbonate Beam Box (OASIC)	0,03 (1300) 0,1-0,6 (1550)	RIE, photo-inscription, gravure humide, ablation laser	-
Poly(arylène ether sulfide)	TE : 0,42 (1550nm) TM : 0,4 (1550)	RIE	Biréfringence : 0,0003 (à $\lambda=1550\text{nm}$ ) PDL : 0,2dB.cm <sup>-1</sup> (à $\lambda=1550\text{nm}$ )

Tableau I.5 : Récapitulatifs des nouveaux matériaux polymères ayant le moins de pertes par propagation présentés par Ma. Et al [83].

L'utilisation de plus en plus fréquente de polymères pour la réalisation de fonctions optiques intégrées planaires a par ailleurs incité certains fournisseurs de produits chimiques comme Aldrich à publier un catalogue sur les nouveaux matériaux polymères dont une partie est consacrée à la photonique et aux matériaux pour l'optique.

Dans la littérature, parmi les polymères fluorés utilisés, il est possible de citer le ZPU [84], le polyimide hexa-fluoré (6FDA-ODA) [85], des polymères dendritiques fluorés [86], la famille des poly(éther éther cétone) fluorés [87] et le poly(arylène éther sulfone) [88].

Tous ces polymères ont un indice de réfraction bas et inférieur à 1,47 sauf le polymère dendritique dont l'indice est de 1,532. Les pertes par propagation dans les guides réalisés à l'aide de ces polymères sont comprises entre 0,1 et 0,6dB.

L'autre famille de polymère utilisée moins fréquemment est celle des deutérés. Ceci peut s'expliquer par une stabilité assez fragile de ce type de matériau et par leur coût. Parmi ces polymères, le PMMA deutéré [89] dont les pertes par propagation en guides multimode (40x40 $\mu\text{m}$ ) sont de 0,011 dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=680\text{nm}$ , de 0,018dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=830\text{nm}$  et de 0,073 dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=1310\text{nm}$ . Le silicone deutéré [90] est aussi employé, son indice de réfraction est

contrôlable durant la polymérisation et s'étend entre 1,472 et 1,532. Les pertes annoncées pour des guides réalisées avec ce polymère sont de  $0,23\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

### 3.3 Conclusion

Les matériaux organiques et inorganiques offrent une très grande diversité de possibilité pour réaliser des guides optiques et par la même des fonctions intégrées. Chaque type peut être exploité pour des avantages particuliers apportés par le matériau.

Concernant les verres, une très grande variété existe et d'autres peuvent être mis au point par des choix subtils d'éléments chimiques car presque tous peuvent être introduit dans les verres dont les matrices principales sont à base d'oxyde, de fluorure, de chalcogénure ou de phosphate.

De plus selon les verres utilisés, les domaines d'application en longueurs d'onde sont vastes et s'étendent du visible à l'infrarouge moyen. Par ailleurs, beaucoup de verres bénéficient d'une photosensibilité permettant des ajustements post production sur les fonctions telles que les filtres en longueurs d'ondes. Toutefois, la plupart de ces verres nécessitent des équipements plutôt onéreux pour les dépôts des couches (PECVD par exemple). L'utilisation des sols-gels déposés par la suite à la tournette ou par trempage s'avère être une solution.

D'un autre côté, la technique d'échanges ioniques ouvre la voie à la réalisation rapide et à bas coût, de fonctions optiques intégrées en verres ; cette technique pour les guides en verres permet d'obtenir des  $\Delta n$  de 0,1.

Toutefois, une partie des techniques utilisées pour réaliser des guides d'ondes avec les verres (photoinscription, dopage) offrent des contrastes d'indices bas ne permettant pas d'envisager la miniaturisation des fonctions optiques.

Quant à la technologie des semi-conducteurs, elle est la plus prometteuse pour l'obtention de fonctions optiques très petites permettant une grande intégration et donc une grande miniaturisation en particulier pour les fonctions actives. Cette technologie demande néanmoins des dispositifs de mise en œuvre très coûteux pour pouvoir atteindre des résolutions submicroniques. De plus, pour cette technologie se pose aussi la question du couplage entre la fibre et le guide d'onde optique dont la largeur ou l'épaisseur ne dépasse pas la centaine de nanomètres.

Les nitrures semblent offrir un compromis entre grande intégration des fonctions optiques et couplage avec l'extérieur d'autant plus qu'il est possible d'obtenir une grande plage d'indice de réfraction en faisant varier le taux d'oxygène et d'azote par rapport à celui du silicium. Mais là encore, ces matériaux nécessitent des techniques de mise en œuvre (dépôt : LPCVD, PECVD) assez lourds, bien que ces techniques soient connues et maîtrisées par ailleurs.

Au sujet des matériaux poreux, la mise en œuvre est relativement aisée (obtention des pores par méthodes électrochimiques). Toutefois, les études concernant ces matériaux sont peu nombreuses pour le moment.

Par ailleurs, l'utilisation de structures ou de matériaux hybrides organiques-non organiques semble se présenter comme méthode permettant de combiner principalement les avantages de chaque partie.

Enfin, les polymères peuvent aussi offrir un compromis entre grande miniaturisation et mise en œuvre aisée. En effet, le dépôt de ces matériaux se fait la plupart du temps à la tournette. De plus, avec des contrastes d'indice de réfraction pouvant atteindre 0,2 dans la majorité des cas, les motifs sont microniques et des techniques légères (comme la photolithographie standard ou la gravure RIE) peuvent être utilisées pour la réalisation des fonctions optiques. Les différentes méthodes de réalisations de fonctions optiques en polymères seront présentés dans le paragraphe suivant.

En outre, de part la très grande variété des polymères, des utilisations très diversifiées peuvent être envisagées. Cependant, les matériaux inorganiques avec une plus grande stabilité notamment thermique semblent être préférés pour beaucoup d'applications. Dans ce sens, certaines études menées visent à obtenir des polymères plus stables thermiquement et compatible avec une utilisation en optique intégrée. Notons, néanmoins, que lorsque la température est un inconvénient dans les dispositifs non asservis, elle devient un avantage lorsque les polymères sont utilisés par exemple pour réaliser des filtres accordables.

Les matériaux polymères peuvent aussi trouver une place dans le domaine de l'optique non linéaire mais aussi dans les domaines où la très grande miniaturisation des composants n'est pas nécessaire comme certains capteurs par exemple.

## **4. Méthodes de réalisation**

D'une manière générale, lorsqu'il s'agit de réaliser des motifs microniques voire submicroniques, il est nécessaire d'utiliser de moyens technologiques donnant accès à de très grandes résolutions. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéresserons exclusivement aux méthodes de réalisations de fonctions optiques en matériaux polymères. Pour cela, plusieurs technologies semblent se développer en parallèle.

Tout d'abord, le moulage qui peut correspondre à une compression à chaud à l'aide d'un moule ou au moulage par injection. Bien que marginale, cette méthode permet d'avoir de bonnes résolutions ; jusqu'à 200 nm pour les dimensions minimales obtenues [91], [92]. Toutefois, le démoulage reste difficile à contrôler.

L'implantation ionique généralement utilisée dans l'industrie électronique justifie timidement son utilisation avec des matériaux polymères [93].

Par ailleurs, les technologies de photo-inscription et de lithographie directe sont très proches : la photo-inscription permet d'obtenir les motifs désirés directement après une insolation sous rayonnement UV ; la lithographie directe nécessite aussi une étape de gravure humide. Ces deux méthodes ont l'avantage d'avoir peu d'étapes de réalisation mais nécessitent l'utilisation de matériaux polymères photosensibles.

Enfin, la « photolithographie indirecte » qui est la technologie utilisée dans cette étude et dont les différentes étapes seront développées par la suite.

Les différentes méthodes d'obtention des motifs pour l'optique intégrée polymère peuvent être réparties dans les quatre catégories suivantes :

- Le transfert de motifs à l'aide de techniques additives.
- Les techniques de micro-moulage.
- La photo-inscription et la photolithographie directe.
- Le transfert de motifs à l'aide de technique de gravure.

Contrairement à la photo-inscription qui ne nécessite qu'une étape d'insolation à travers un masque, beaucoup d'autres méthodes nécessitent une ou plusieurs étapes supplémentaires pour l'obtention des motifs désirés. Par exemple, la photolithographie indirecte qui permet de faire un transfert de masque sur une couche de résine photosensible, nécessite en plus une étape de gravure pour l'obtention des motifs définitifs.

Pour cette raison, un premier paragraphe présentera succinctement les différentes méthodes de lithographie existantes. Ensuite, les différentes méthodes d'obtention des guides seront décrites et enrichies d'exemples de réalisation de fonctions optiques polymères en optique intégrée.

Afin d'introduire cette présentation, sur la Figure I.21 sont schématisées les étapes principales de réalisation selon la méthode utilisée et ensuite, ces différentes étapes sont détaillées.

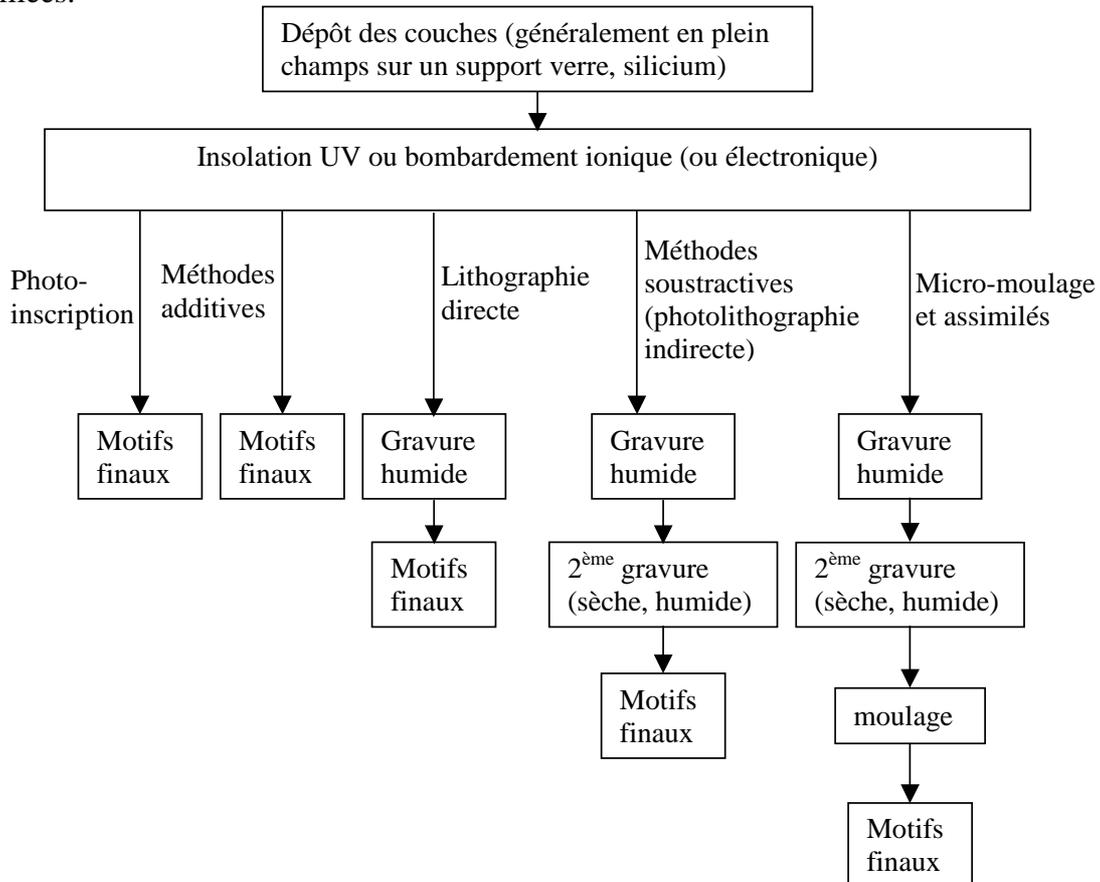


Figure I.21 : Représentation schématique des étapes principales des différentes méthodes de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères.

## 4.1 Dépôt des matériaux

D'une manière générale, les couches minces peuvent être déposées :

- A la tournette (spin coating).
- Par immersion (dip coating).
- Par évaporation.
- Par dépôts physiques et chimiques en phase vapeur (PVD<sup>1</sup> et CVD<sup>2</sup>).
- Par dépôts chimiques (par déplacement, auto-catalytique, électrolytique).
- Par jet moléculaire.

Dans le cas des polymères, beaucoup de méthodes deviennent difficiles à appliquées. Les plus couramment utilisées sont : le dépôt à la tournette, l'immersion et le jet moléculaire. La CVD peut être utilisée, toutefois, bien que la stœchiométrie des matériaux obtenus puisse être proche du matériau massif, la formulation chimique ainsi que les propriétés mécaniques et thermomécanique s'en éloignent.

Dans notre étude, le dépôt à la tournette est utilisé. Les différents paramètres de ce dépôt et leur optimisation seront présentés dans le chapitre II.

## 4.2 La lithographie

La lithographie est une étape incontournable dans la plupart des méthodes de réalisation de fonctions en optique intégrée. La technique de lithographie la plus répandue est celle la photolithographie UV.

D'autres techniques existent comme la photolithographie X ou bien les bombardements ioniques ou électroniques.

Pour ces techniques, un masque est conçu au préalable sur lequel se trouve une représentation des motifs que l'on désire obtenir au final. Ces motifs peuvent être opaques aux rayonnements (UV, X) ou bien aux ions et autres électrons. En photolithographie UV par exemple, des motifs chromés sont généralement définis sur un support en verre ou en silice.

La lithographie permet ensuite de faire un transfert de masque dans une résine qui doit être sensible soit au rayonnement utilisé soit aux ions ou électrons. D'une manière générale, il est possible de distinguer deux catégories de résines. Lorsque la partie modifiée (par rayonnement ou bombardement) ne correspond pas à la partie restante après le développement, on parlera de résine positive. Dans le cas contraire, on parlera de résine négative. L'exemple de la résine photosensible est donné en Figure I.22.

---

<sup>1</sup> PVD : Physical Vapor Deposition

<sup>2</sup> CVD : Chemical Vapor Deposition

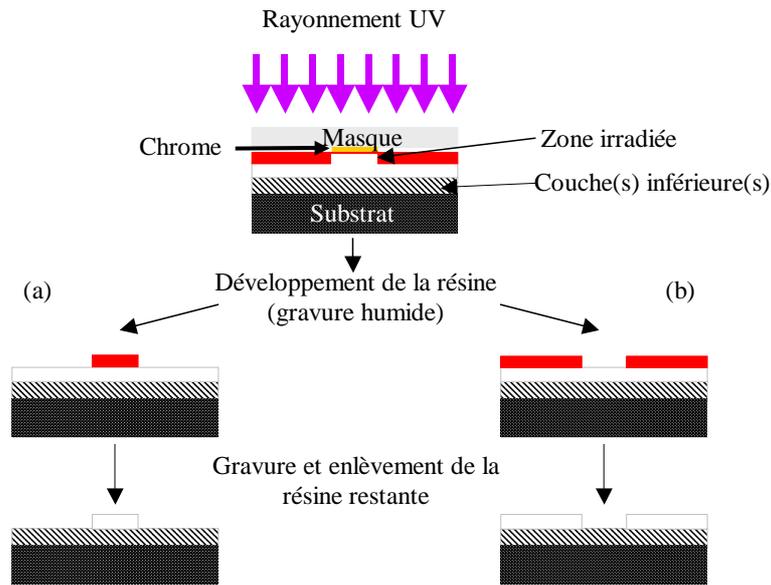


Figure I.22 : Schéma montrant l'obtention d'un motif : (a) en utilisant une résine positive, (b) en utilisant une résine négative.

Dans le cadre de notre étude, des résines photosensibles positives sont utilisées dont la référence générique est : MEGAPOSIT<sup>®</sup> SPR<sup>®</sup> 700 SERIES PHOTO RESISTS.

La photolithographie ou la lithographie optique est la technique la plus largement utilisée en production dans les usines microélectroniques depuis une trentaine d'année. La photolithographie traditionnelle utilise des longueurs d'onde d'insolation comprises entre 360nm et 410nm correspondant aux domaines du violet et de l'ultraviolet proche. La technologie actuelle utilise la longueur d'onde de 193nm (UV profond). Dans ce cas, l'image du masque est projetée sur la résine à travers un système d'objectifs.

Dans le cadre de notre étude, la photolithographie par contact à 365nm est utilisée (chapitre II).

Si l'on se place désormais au niveau du choix d'une technique de lithographie, la résolution maximale (autrement dit la taille des motifs minimale qu'il est possible d'atteindre) est l'un des paramètres les plus importants.

Le but du paragraphe qui suit est de présenter très succinctement les différentes techniques et technologies de lithographie existantes et qui par ailleurs ont été étudiées et développées pour la microélectronique voire la nanoélectronique.

De nos jours, la technologie de lithographie à 193nm par immersion permet d'atteindre des résolutions de 45nm dans le meilleur des cas. La technologie à 157nm pourrait alors prendre le relais et permettra alors d'atteindre une résolution de 32nm.

Dans ces systèmes de lithographie par projection, la résolution des motifs est définie par le critère de Rayleigh  $R=k_1 \cdot \lambda / NA$  où  $R$  est la résolution du motif (distance minimale

visible entre deux objets),  $k_1$  un paramètre dépendant de l'appareillage, NA l'ouverture numérique ou le pouvoir de résolution de l'appareillage et  $\lambda$  la longueur d'onde de la source. Par ce critère, il est évident que plus la longueur d'onde d'insolation diminue plus la résolution devient grande.

Dans ce sens, d'autres études réalisées dans le domaine de l'extrême UV (13,5nm) sont à l'étude malgré l'existence de certaines incertitudes autour de leur coût excessif et de la possibilité d'obtention de résines suffisamment sensibles dans ce domaine de longueurs d'onde. Par contre pour la lithographie par rayons X (0,5nm à 4nm) des résines de hautes sensibilités ont été créées.

Les technologies de lithographie par faisceau d'électrons ou d'ions donnent aussi de très bons résultats. On distinguera deux types de systèmes pour chacune de ces techniques : le système de projection globale du faisceau et le système par balayage. Le premier consiste à l'instar de la lithographie optique à envoyer un faisceau d'électrons ou d'ions à travers un masque reproduisant ainsi l'image de ce dernier dans la résine. Cette dernière préalablement déposée, doit être sensible au bombardement d'électrons ou d'ions. Si l'interaction de ces électrons ou ions, avec la résine provoque une scission de liaisons inter-chaînes, on parlera alors de résine positive. Si ce bombardement provoque une réticulation, on parlera de résine négative.

Quant au second système, il permet la focalisation des électrons ou des ions sur une petite surface. L'exposition au faisceau se fait alors par un déplacement relatif de ce dernier par rapport à la résine. Il serait alors plus approprié de parler d'écriture par faisceau d'électrons ou d'ions.

De très grands progrès [94] ont été annoncés dans le domaine des rayons X, du faisceau d'électrons et d'ions. Potentiellement, ces trois techniques peuvent avoir des résolutions de l'ordre de quelques nanomètres. Actuellement, elles sont de l'ordre d'une dizaine de nanomètre voire trente nanomètres pour la lithographie par faisceau d'ions.

La lithographie par rayons X est à l'état d'étude. La technique utilisant le faisceau d'électrons est la plus avancée et la plus prometteuse mais reste limitée par la taille finie des molécules organiques et la taille des grains. Quant à la dernière technique, la limitation se situe principalement au niveau de l'obtention d'un faisceau d'ions monocinétique et sans aberrations chromatiques.

A voir les limites actuellement accessibles, la taille des motifs ne devrait pas être une limitation dans un premier temps. Ceci est à comparer aux limitations de tailles imposées par exemple par les pertes aux courbures telles exposées dans le chapitre III. Cependant, il est envisagé ici de réaliser des motifs submicroniques en particulier des espacements entre guides et résonateurs. Or, les techniques de lithographies optiques exposées précédemment sont très coûteuses ; de l'ordre d'une vingtaine de millions d'euros pour les scanners optiques à 193nm, par exemple.

De ce fait là, la technologie de « Nanoimprint » pourrait être très intéressante. Elle a été introduite dans les tables de l'ITRS\* en 2003 ; elle permettrait d'avoir de meilleures

---

\* ITRS : l'*International Technology Roadmap for Semiconductors* est produite par International Sematech aux Etats-Unis, elle sert d'évaluation des conditions technologiques des semi-conducteurs. Son objectif est d'assurer des avancements dans la réalisation des circuits intégrés. Elle identifie les défis technologiques et vise à améliorer les semi-conducteurs au cours des 15 années à venir. Cette organisation est commanditée par l'association européenne d'industrie de semi-conducteur (ESIA),

résolutions (jusqu'à 32 nm) pour un moindre coût pour l'équipement (~100 000 €). Aussi, d'autres techniques sont à l'étude comme la DPN (Dip Pen Nanolithography), la lithographie sans masque ou l'auto assemblage. La première étant une technique d'écriture directe avec laquelle les motifs sont définis en déposant les molécules avec la pointe d'un microscope à force atomique (AFM), la seconde utilise un réseau de modulateurs lumineux contrôlant l'image définie et la dernière consiste à arranger un mélange de manière uniforme pour former des structures ; par exemple un mélange de copolymères à blocs désordonnés et déposé sur un substrat préalablement gravé chimiquement à l'échelle nanométrique (zones hydrophiles) permet de créer des motifs réguliers grâce à la modification locale de l'état de surface [94].

Certes, la diversité des techniques de lithographie existantes ou en développement permet la réduction de la résolution. Néanmoins, le principal problème rencontré demeure l'injection de la lumière dans les guides d'ondes submicroniques. En effet, les pertes de l'ordre de plusieurs décibels à l'injection due à de mauvaises adaptations de modes entre la fibre et le guide peuvent, pour le moment être un frein pour les technologies nanométriques d'optique intégrée. La technologie polymère présente un compromis entre une grande densification de fonctions et peu de pertes à l'injection. De ce fait, la photolithographie traditionnelle utilisant le proche ultra violet et ne possédant pas d'optique intercalée entre le masque et la résine photosensible s'avèrent être une technique suffisante pour l'obtention de motifs de l'ordre du micromètre ; après optimisation des différentes étapes et l'adaptation de cette technique aux matériaux polymères. Cette technique existe au CCLO, elle bénéficie d'une facilité d'utilisation et permet habituellement d'avoir une résolution minimale de l'ordre du micron.

L'étude de la résolution de cette technique ainsi que les différents problèmes rencontrés avec les matériaux polymères sont présentés en chapitre II.

### 4.3 Les différentes techniques de réalisation

Certaines techniques de réalisation comme le moulage ou la photo-inscription permettent d'obtenir les motifs souhaités simplement soit par augmentation de la température et compression ou bien par insolation directe du matériau photosensible. Toutefois, beaucoup d'autres méthodes de réalisation nécessitent deux grandes étapes pour parvenir aux motifs finaux : la première permet de reproduire les motifs d'un masque prédéfini dans une résine photosensible par exemple, la seconde duplique ces mêmes motifs dans le matériau de la couche finale. On parle alors d'une étape de photolithographie suivie d'une étape de gravure.

D'une manière générale, il existe des procédés dits additifs et d'autres soustractifs. Ces différents procédés sont présentés succinctement ci-après. La gravure sèche quant à elle et principalement la gravure ionique réactive ou reactive ion etching (RIE) sera exposée plus longuement car faisant partie des différentes étapes d'élaboration de guides d'onde dans le cadre de cette thèse.

---

l'électronique du Japon et l'association d'industries de technologie de l'information (JEITA), l'association coréenne d'industrie de semi-conducteur (KSIA), l'association d'industrie de semi-conducteur (SIA), et l'association d'industrie de semi-conducteur de Taiwan (TSIA). SEMATECH international est le centre de transmission global pour cette activité.

### 4.3.1 Transfert de motifs à l'aide de techniques additives

Dans ce type de technique, de la matière solide est ajoutée sur la surface du substrat à partir de phase gazeuse, liquide ou solide. Un masquage est alors réalisé au préalable. Généralement, les techniques additives sont suivies d'une ou plusieurs étapes de traitement thermique pour aboutir aux propriétés désirées pour le matériau déposé ou pour assurer une meilleure adhérence sur le substrat.

Dans le cadre de l'optique intégrée en matériaux polymères, les techniques additives les plus courantes sont : l'implantation ionique, les dépôts à la tournette (spin coating) ou par immersion (deep coating).

Les deux dernières sont très largement répandues dans la réalisation de fonctions en optique intégrée polymère. Leurs principaux atouts sont le faible coût de l'équipement, une relative facilité de mise en œuvre et un temps de dépôt très court.

L'implantation ionique, initiée par Rutherford en 1906 puis développée par R. S Ohl, Schockley et W. D.Cussins dans les années 1950, trouve aisément aujourd'hui une place dans la réalisation de fonctions en optique intégrée polymère. L'utilisation la plus fréquente consiste à créer des scissions dans les chaînes polymères à l'aide de bombardements ioniques de haute énergie (quelques centaines de keV à quelques MeV). Les premières études sur les polymères notamment sur le PMMA (Poly(méthacrylate de méthyle)) ont été menées dans le cadre de développement d'une technique comparable à celle de la photolithographie avec les résines photosensibles. Quelques exemples de guides obtenus par implantation ionique sont donnés ci-après.

Dès 1987, J.R Kulish et H. Franke [95] avait publié des résultats concernant des évolutions de l'indice de réfraction avec l'implantation d'ion lithium ( $\text{Li}^+$ ) et azote ( $\text{N}^+$ ) dans des guides planaires réalisés avec quatre polymères différents : PMMA (poly méthacrylate de méthyle), PVA (polyalcool vinylique), PI (poly imide aromatique) et PC (poly carbonate). Concernant le PMMA dopé  $\text{Li}^+$  et pour des doses d'ions implantés comprises entre  $2 \cdot 10^{13}$  et  $8 \cdot 10^{13}$  ions. $\text{cm}^{-2}$ , la gamme d'énergie de bombardement utilisée est entre 100 et 130 keV. Les pertes en propagation sont comprises entre 0,5 et 2  $\text{dB.cm}^{-1}$  à 633nm et les contrastes d'indice pouvaient aller jusqu'à 0,06. Les pertes linéiques dans les guides obtenus par cette méthode semblent toutefois plus élevées comparativement aux techniques classiques de photolithographie.

En 1996, S. Brunner et al [96] ont réalisé des interféromètres Mach Zehnder avec du PMMA et notamment du PMMI qui fera aussi l'objet d'études dans cette thèse. La première étape consiste à créer des reliefs par estampage. Ensuite, les guides ont été générés par irradiation de faisceau d'ions comme le montre la Figure I.23.

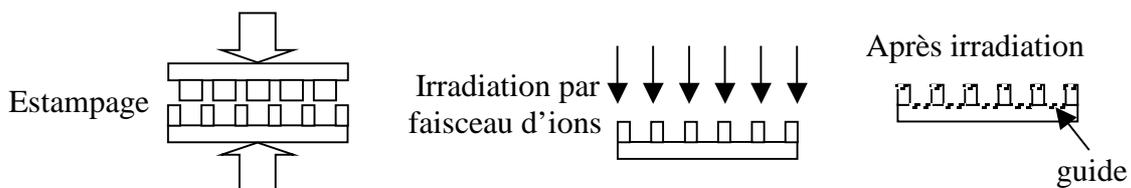


Figure I.23 : Représentation schématique du procédé de réalisation de S. Brunner et al. de guides d'ondes

Concernant le PMMI, les auteurs indiquent que la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) avancée est de  $160^\circ\text{C}$  et les pertes de propagation dans les guides sont d'environ  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1318\text{nm}$ . Cette valeur reste acceptable pour les faibles distances parcourues en optique intégrée.

Enfin, en 1999, P. Cottin et al. [97] utilisent les ions carbone  $\text{C}^+$  et cuivre  $\text{Cu}^+$  et regardent l'évolution des propriétés non linéaire du PVK (poly vinyle carbazole) qui ne possèdent pas initialement des propriétés non-linéaires intrinsèques. L'effet non-linéaire a été remarqué mais n'a pas pu être quantifié. Cependant, cette même équipe envisage l'implantation d'ions chlore et iode connus pour améliorer la non-linéarité moléculaire [98].

Hormis l'implantation ionique, d'autres techniques existent par ailleurs telles que les dépôts physiques et chimiques en phase vapeur ( $\text{PVD}^1$  et  $\text{CVD}^2$ ) ainsi que leurs dérivées ( $\text{PECVD}^3$ ,  $\text{APCVD}^4$ ,  $\text{LPCVD}^5$ ,  $\text{VLPCVD}^6$ ,  $\text{ECRCVD}^7$  et  $\text{MOCVD}^8$ ) ou bien les dépôts électrochimiques. Toutefois, ces techniques ne semblent pas être utilisées avec les polymères.

#### 4.3.2 Techniques de micro-moulage

Durant cette dernière décennie, ces techniques ont trouvé de plus en plus d'utilisation dans le domaine de la réalisation de fonctions en optique intégrée polymère. Les termes de « molding » (moulage), « inprint » (impression) et « embossing » sont généralement utilisés pour ces techniques.

Les deux principales étapes sont d'une part la réalisation du moule ou de la matrice et d'autre part le moulage ou le formage. Contrairement à la photolithographie où les masques sont réalisés par des laboratoires ou des sociétés spécialisées, les moules semblent être réalisés généralement au sein des mêmes laboratoires qui produisent les fonctions optiques par la suite.

Concernant la réalisation du moule, une multitude de techniques existent dont les plus courantes sont : la gravure humide anisotropique, des procédés de gravure sèche comme la gravure plasma ou la gravure par faisceau d'ions. Cependant, certaines sont plus adaptées pour la réalisation de structures de petites dimensions ou dont l'une des dimensions est petite (quelques micromètres voire submicronique). Ainsi un choix de technique est fait selon la taille des motifs, la résolution voulue ou le prix de réalisation souhaité.

Par exemple, en 2004, Y. Li et al. [92] ont choisi une première technique basée sur la photolithographie standard et la gravure profonde par ions réactifs (Deep-RIE) combinée à la gravure humide pour réaliser un moule comprenant des motifs de plusieurs centaines de micromètres. Une seconde méthode a été privilégiée pour l'obtention de motifs

---

<sup>1</sup> PVD : Physical Vapor Deposition

<sup>2</sup> CVD : Chemical Vapor Deposition

<sup>3</sup> PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition

<sup>4</sup> APCVD : Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition

<sup>5</sup> LPCVD : Low Pressure Chemical Vapor Deposition

<sup>6</sup> VLPCVD : Very Low Pressure Chemical Vapor Deposition

<sup>7</sup> ECRCVD : Electron Cyclotron Resonance Chemical Vapor Deposition

<sup>8</sup> MOCVD : MetallOrganic Chemical Vapor Deposition

submicroniques. Cette dernière est la lithographie par faisceau d'électron suivie par une gravure par faisceau d'atomes rapide (FAB : Fast Atom Beam etching).

Par ailleurs, une autre technique, LIGA semble être présentée comme étant une des plus prometteuse pour obtenir de petits motifs avec une grande précision ( $\sim 0,2\mu\text{m}$ ) et avec une grande variété de matériaux : polymères thermoplastiques, matériaux céramiques, métaux ou alliages [99].

Le sigle LIGA d'origine allemande est l'acronyme de x-ray Lithographie (lithographie par rayon x), Galvanoformung (électrodéposition), et Abformtechnik (moulage ou formage). Les deux premières étapes étaient utilisées conjointement depuis le milieu des années 1970. L'union avec l'étape de moulage thermoplastique a été utilisée pour la première fois par Ehrfeld et al. en 1982 instituant ainsi la technique LIGA. Grâce à cette dernière, il devient possible de réaliser des structures en polymères.

En ce qui concerne le remplissage des moules, trois méthodes existent dont deux seulement semblent être utilisées pour la réalisation de fonctions optiques intégrées. Ces trois méthodes représentées sur la Figure I.24 sont :

- Le dépôt par coulage ou « casting » [92]
- L'estampage à chaud ou « hot embossing » [100]
- L'injection (ne semble pas être utilisée pour ce type de réalisation)

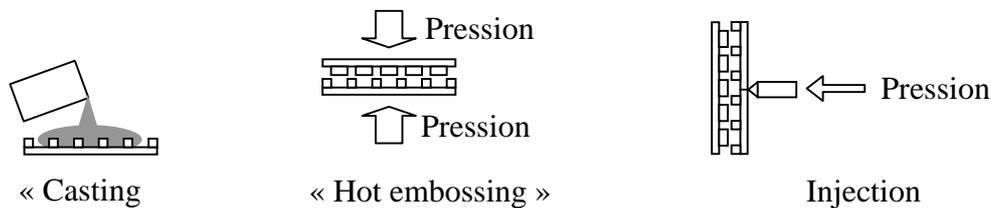


Figure I.24 : Représentation schématique des trois méthodes de remplissage des moules.

Des techniques dérivées de la LIGA existent comme par exemple la UV-LIGA utilisée par B. Y. Shew et al. [101] pour réaliser des interféromètres Mach-Zehnder pour la détection biochimique de NaCl (Chlorure de sodium). Afin de réaliser le moule en nickel par électrodéposition, la résine SU-8 photosensible aux UV est utilisée. Une fois le moule obtenu, une réalisation de Mach-Zehnder est effectuée avec la résine SU-8 par estampage à chaud. Grâce au moule, les motifs peuvent être produits en masse à moindre coût et temps. La résolution obtenue à l'aide de cette technique est de  $1\mu\text{m}$ .

Enfin, un dernier procédé utilisé est la nano-impression (ou « nanoimprint »). Cette dernière est un formage des polymères voire aussi d'autres matériaux, adapté à la réalisation de motifs nanométriques. Elle présente l'avantage d'être peu coûteuse pour la réalisation de très petits motifs une fois le timbre<sup>1</sup> (« stamp ») obtenu. N. Kehagias et al. [102] ont pu différencier deux procédés distincts concernant la nano-impression ; la lithographie par

<sup>1</sup> timbre : moule ou matrice utilisée en nanoimpression

nanoimpression ou « NanoImprint Lithography =NIL» et la lithographie par nanoimpression inverse. Ces deux méthodes sont montrées dans la Figure I.25.

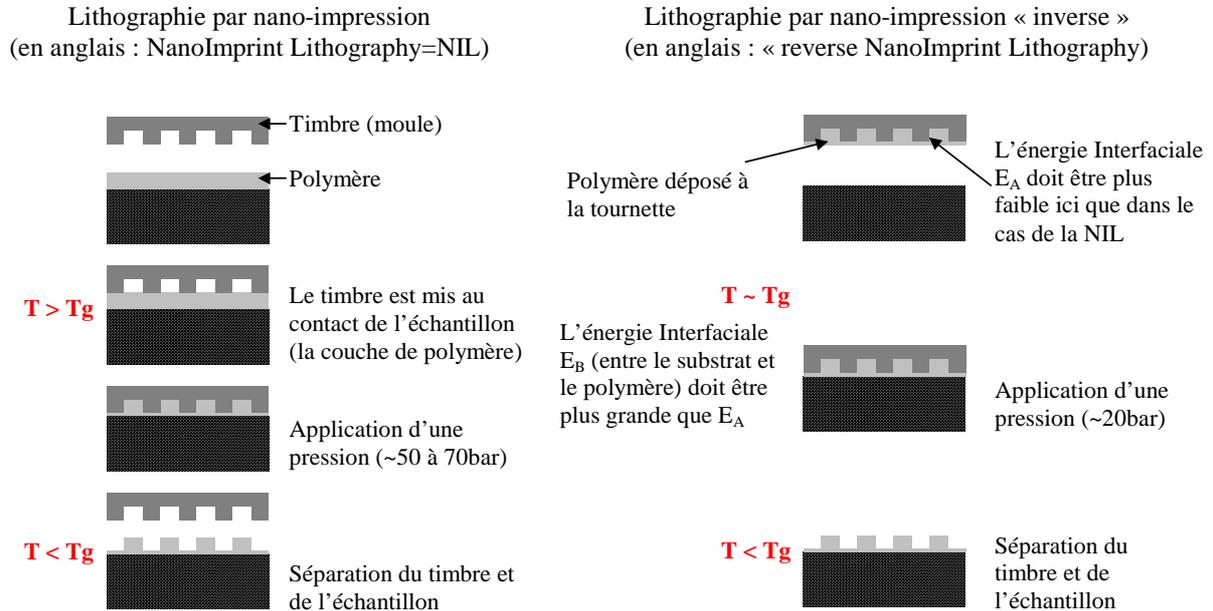


Figure I.25 : Représentation des deux procédés de lithographie par nanoimpression.

Comme le montre la Figure I.25, dans le cas où les énergies interfaciales le permettent, il est préférable d'utiliser la nanoimpression inverse car elle nécessite une étape en moins.

En 2002, C. Y. Chao et L. J. Guo [91] ont réalisé des micro-résonateurs en PMMA avec des espacements entre le guide et l'anneau de 100nm à 200nm et des épaisseurs de structures de 1,5 $\mu$ m. Le timbre avait été réalisé par une combinaison de lithographie à faisceau d'ions, la nanoimpression et la gravure d'ions réactifs (RIE). Toutefois, le démoulage a engendré des cassures dans la structure. Ce phénomène est imputé à l'adhérence du PMMA sur le timbre et la grande épaisseur du polymère déposée. Par ailleurs, cette équipe a observé une non uniformité de la couche après la nanoimpression lorsque la température est supérieure à 190°C. Ce défaut est dû à la diminution de la viscosité du polymère à ces températures.

En 2006, K. D. LEE et al [103] utilisent aussi cette technique pour réaliser diverses fonctions pour l'optique intégrée (voir Figure I.26): polariseurs à grille de nanofils de pas 100nm, filtres à base de réseau de Bragg de pas 530nm et des micro-résonateurs dont l'espacement entre le guide et l'anneau est de 200nm. Le timbre a été réalisé à l'aide d'une Lithographie à Interférences Laser (LIL) du type miroir de Lloyd avec un laser He-Cd ( $\lambda = 325$ nm).

La Figure I.26 montre la précision de cette technique pour l'obtention de très petits motifs.

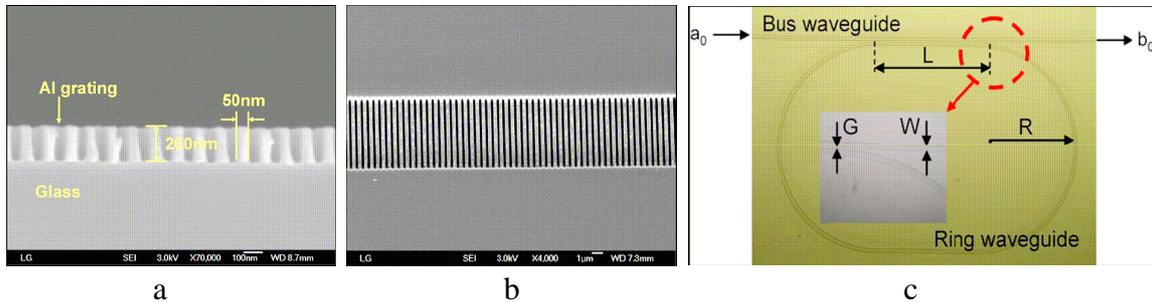


Figure I.26 : Diverses structures obtenues par nanoimpression par K. D. LEE et al. [103] a) polariseurs à grille de nanofils, b) filtres à base de réseau de Bragg et c) micro-résonateurs.

#### 4.3.3 La lithographie directe, la photo-inscription, les bombardements ioniques et électroniques et l'implantation ioniques

Tout d'abord, la photo-inscription, le bombardement ou bien l'implantation ionique sont des techniques similaires et très rapides pour la réalisation de fonctions en optique intégrée. Ces opérations permettent de faire évoluer l'indice de réfraction dans le matériau et ce à travers un masque adapté à chacune d'elle afin d'obtenir les motifs désirés.

La photo-inscription se fait généralement dans l'UV mais elle peut aussi avoir lieu dans l'infrarouge ou dans le domaine des rayons X. Dans le cas des polymères, la photo-inscription permet de créer soit des scissions de liaisons soit des réticulations ; cas du PVCi étudié au CCLO [104].

Quant au bombardement, il peut être ionique ou électronique et ce afin de créer des scissions de liaisons permettant de faire évoluer l'indice de réfraction.

Enfin l'implantation ionique permet d'introduire dans la couche de polymère préalablement déposée en couches minces des éléments chimiques tels que  $Li^+$  et  $N^+$  [95] afin d'augmenter l'indice de la partie ciblée.

Toutes les techniques précédentes peuvent correspondre à la première étape de la lithographie directe. Après la définition des motifs (par insolation, bombardement ionique,...) une étape de gravure humide est réalisée. Cette technique nécessite néanmoins, des matériaux dont la partie insolée ou bombardée par exemple devienne insoluble dans le solvant qui dissoudrait facilement l'autre partie.

#### 4.3.4 Transfert de motifs à l'aide de technique de gravure

Un très grand nombre de techniques de gravure ou soustractive existent. Cependant, il est possible de distinguer deux grandes catégories ; les gravures humide et sèche.

La gravure humide reste minoritaire dans la réalisation de fonctions optiques intégrée en polymères. En effet, l'emploi de cette méthode nécessite préalablement la définition de certaines zones solubles dans des solvants tandis que d'autres zones devraient être non solubles dans ces mêmes solvants. Ceci est le cas des résines utilisées dans les étapes de lithographies. On peut penser utiliser ces résines comme matériau de cœur de guide révélé par lithographie directe. Toutefois, la plupart de ces résines ne possèdent pas les propriétés optiques suffisantes pour une utilisation en guides d'ondes à 1550nm. Ceci est principalement dû en particulier à la présence de groupements OH aromatiques dans les résines à base de diazoquinones.

Ci-après se trouvent deux exemples marquants impliquant la gravure humide pour la réalisation de guide d'onde en polymères.

Parmi les équipes qui ont utilisé cette technique de gravure, l'on peut citer D. Cristea et al. [105] qui, en 2006, utilisent le PVA (Poly(Vinyl-Alcohol) = poly alcool vinylique) connu pour être un polymère photosensible pour réaliser diverses fonctions optiques intégrées. Le PVA a été dissous dans l'eau dé-ionisé et a été mélangé à de l'oxyde de cuivre (CuO), du chlorure de cuivre (CuCl) ou de l'iodure de potassium (KI) pour augmenter l'indice. Le CrO<sub>3</sub> a été utilisé pour améliorer la photosensibilité. De plus, deux PVA avec des poids moléculaires différents ont été utilisés. Le résumé des divers pourcentages ainsi que les indices de réfraction mesurés sont dans le Tableau I.6

Solutions (polymères et dopant)	Indice de réfraction à $\lambda=0.63\mu\text{m}$
20ml 7% PVA-1 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 1ml 10% KI)	1,7
20ml 7% PVA-1 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 1ml 5% CuCl)	1,8
20ml 7% PVA-1 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 2ml 5% CuO)	1,9 – 2
20ml 5% PVA-2 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 1ml 10% KI)	1,65
20ml 5% PVA-2 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 1ml 5% KI)	1,75
20ml 5% PVA-2 (1ml 1% CrO <sub>3</sub> + 2ml 5% KI)	1,85 – 1,9

Tableau I.6: Indices de réfraction en fonction du taux de dopage dans le PVA.

Durant l'exposition aux UV (longueurs d'onde non précisée), l'ion métallique se lie au polymère et une réticulation se fait rendant la partie irradiée non soluble permettant par la suite le développement dans des solutions aqueuses. Il est à noter que si le dopant est en excès, des cristaux apparaissent sur la surface du film après insolation. Par ailleurs, aucune valeur de perte par propagation n'a été précisée.

D'autres comme T. C. Sum et al. [106] ont utilisé l'écriture par faisceau de proton (2MeV) sur une couche de SU-8 connue pour être une résine négative photosensible. Ensuite, la partie non insolée a été enlevée par gravure humide à l'aide de PGMEA (mono éthyle éther de propylène glycol). Au final, le guide de SU-8 ( $n=1,595$ ) servant de cœur guidant est inclus entre un substrat en verre ( $n=1,514$ ) et une couche de revêtement en NOA-88. Les pertes de propagation dans les guides sont de l'ordre de 0,2 dB/cm à 633nm [107].

Quant à la gravure sèche, elle concerne les procédés de gravure physique, chimique ou bien les deux simultanément, dans lesquels une surface solide est gravée dans une phase gazeuse ou vapeur.

Diverses techniques de gravure sèches existent [108] et peuvent être classées en deux grandes catégories suivant le type de configuration utilisé. Ces catégories sont dites :

- à configuration diode ou à décharge incandescente (glow discharge)
- à configuration triode ou faisceau d'ion (ion beam)

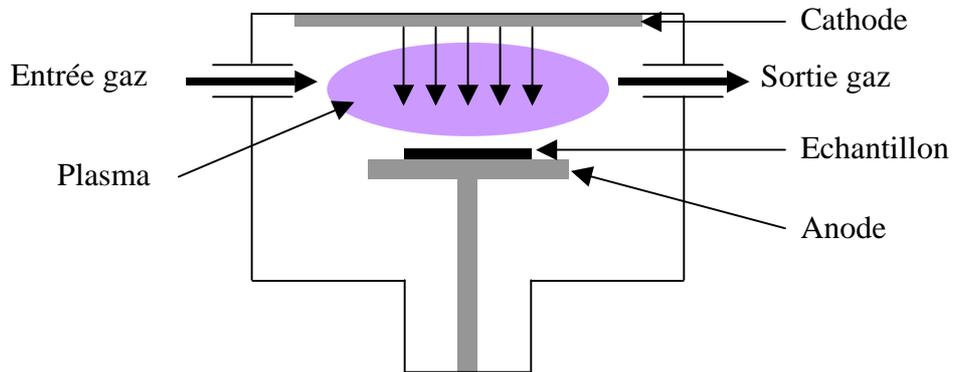


Figure I.27 : Représentation schématique d'un système de gravure à configuration diode (décharge incandescente).

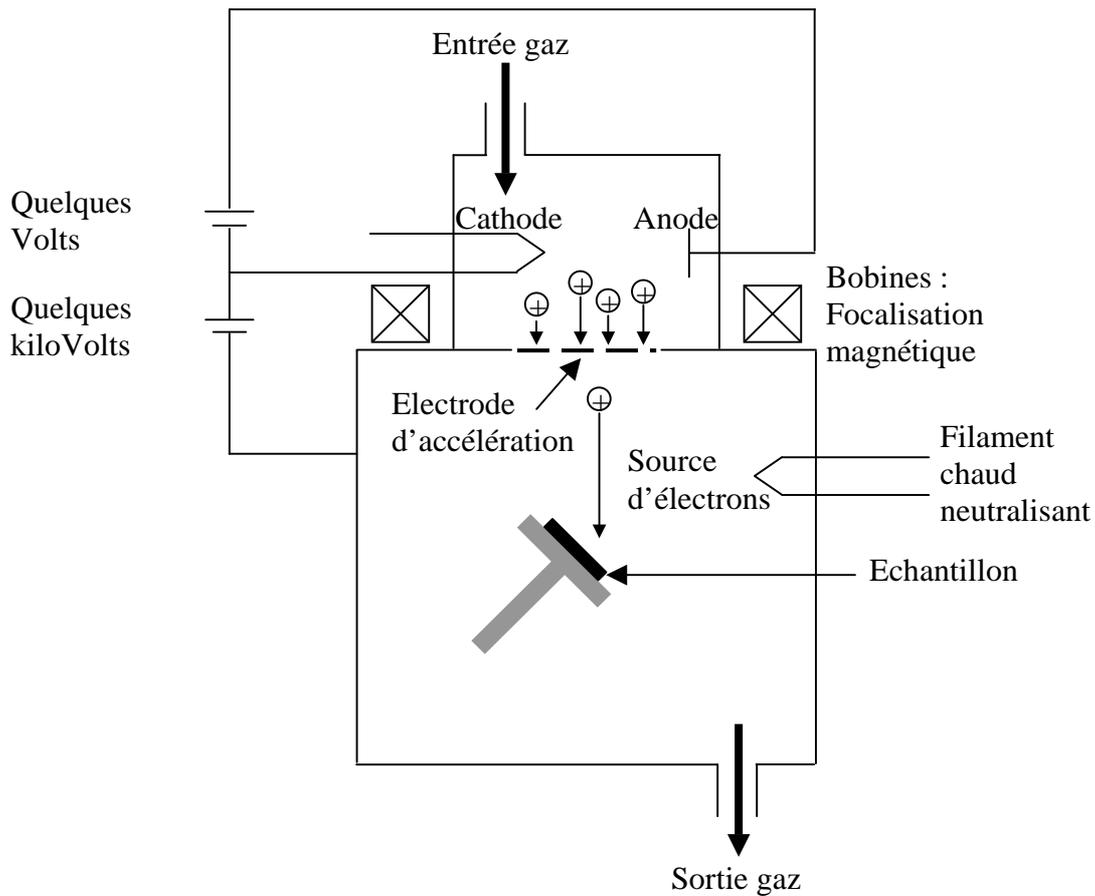


Figure I.28 : Représentation schématique d'un système de gravure à configuration triode (faisceau d'ion).

Dans la configuration diode, le plasma est généré dans la même enceinte sous vide où le substrat est posé. La configuration triode se présente en deux étages ; le plasma est généré dans une première enceinte à partir de laquelle les ions sont extraits et dirigés par faisceau à travers une grille vers le substrat placé dans la seconde enceinte.

Dans ces configurations, les techniques les plus courantes sont répertoriées dans le Tableau I.7 suivant :

	PE <sup>1</sup>	Barrel etching	RIE <sup>2</sup>	MERIE <sup>3</sup>	MIE <sup>4</sup>	IBE <sup>5</sup>	RIBE <sup>6</sup>	CAIBE <sup>7</sup>
Pression (Torr <sup>***</sup> )	10 <sup>-1</sup> – 10 <sup>1</sup>	10 <sup>-1</sup> – 10 <sup>0</sup>	10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-1</sup>	10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-2</sup>	~ 10 <sup>-4</sup>	~ 10 <sup>-4</sup>	~ 10 <sup>-4</sup>
Mécanisme de gravure	C*	C	C/P**	C/P	P	P	C/P	C/P
Sélectivité	Bonne	Excellente	Bonne	Bonne	Faible	Faible	Bonne	Bonne
profil	Aniso. <sup>+</sup> ou iso. <sup>++</sup>	Iso.	Aniso. ou iso.	Aniso.	Aniso.	Aniso.	Aniso.	Aniso. ou iso.

\*C : Chimique ; \*\*P : Physique, +Aniso : Anisotropie ; ++Iso : Isotropie  
 \*\*\*1 torr=1mm de mercure (1mmHg)~133,3 Pa.

Tableau I.7 : Résumé de différentes méthodes de gravure sèche et de leur domaine de pression, de leurs mécanismes et sélectivité de gravure.

Dans le tableau ci-dessus sont mis en avant le mécanisme de gravure, la sélectivité et le profil. Toutefois, une méthode de gravure sèche peut être choisie en fonction de plusieurs autres paramètres comme la vitesse de gravure, l'uniformité de la gravure, la qualité de la surface gravée, la reproductibilité,... et, le rapport qualité/coût de la réalisation.

Concernant maintenant les mécanismes de gravure, deux principaux existent :

- La gravure physique
- La gravure chimique

Notoirement, la combinaison de ces deux mécanismes est dans la plupart des cas préférée. De ce fait, les mécanismes de gravure (Figure I.29) sont généralement répartis en quatre catégories :

<sup>1</sup> PE : Plasma Etching = Gravure plasma.

<sup>2</sup> RIE : Reactive Ion Etching = Gravure par ions réactifs.

<sup>3</sup> MERIE : Magnetically Enhanced Reactive Ion Etching = Gravure par ions réactifs accélérés par champs magnétique.

<sup>4</sup> MIE : Magnetically enhanced Ion Etching = Gravure par ions accélérés par champs magnétique.

<sup>5</sup> IBE : Ion Beam Etching = gravure par faisceau d'ions.

<sup>6</sup> RIBE : Reactive Ion Beam Etching = gravure par faisceau d'ions réactifs.

<sup>7</sup> CAIBE : Chemically Assisted Ion Beam Etching = gravure par faisceau d'ion assisté chimiquement.

- La pulvérisation ou la gravure physique
- La gravure chimique
- La gravure assistée par bombardement ionique
- La gravure assistée par inhibiteur de gravure

Ces différentes catégories sont schématisées en Figure I.29 et détaillées séparément par la suite.

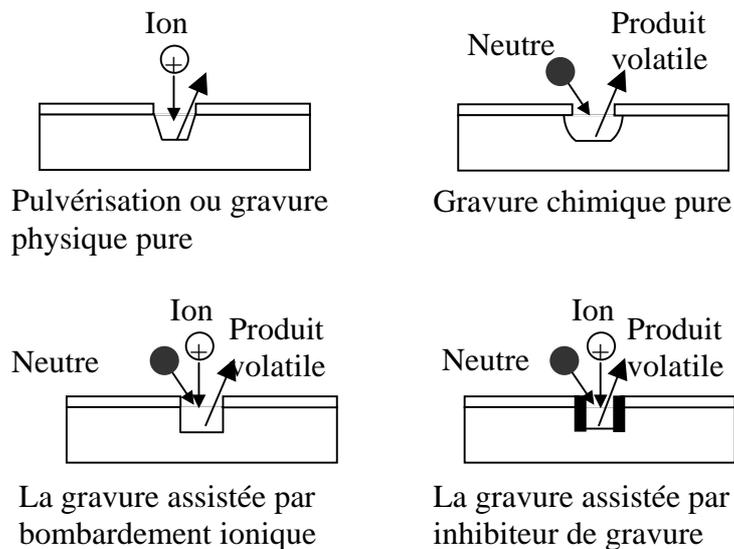


Figure I.29 : Représentation schématique de chacun des mécanismes de gravure.

### La gravure physique :

Dans cette catégorie sont groupées des techniques comme la MIE ou la IBE. La surface de l'échantillon est bombardée par des ions inertes vis-à-vis de celle-ci. Schématiquement, les ions sont accélérés vers le substrat à l'aide de deux électrodes : négative et positive (endroit où se trouve l'échantillon à bombarder). Lorsque les ions accélérés accumulent suffisamment d'énergie en arrivant à la surface, ils peuvent engendrer des cassures de liaisons des atomes de la surface et les faire éjecter loin de celle-ci. Selon l'énergie cinétique des particules envoyées à la surface, cette dernière est plus ou moins dégradée. Dans ce cas la surface n'est pas nécessairement gravée (pulvérisation) et il est possible alors de distinguer des phénomènes de physisorption, de pulvérisation ou d'implantation ionique suivant un classement résumé dans le Tableau I.8.

Energies	phénomènes
< 3	Adsorption physique
4 – 10 eV	Pulvérisation partielle de la surface
10eV – 5000 eV	Pulvérisation de toute la surface
10keV – 20keV	Implantation ionique

Tableau I.8 : Phénomènes présents suivant l'énergie cinétique des particules.

La gravure chimique :

Contrairement aux autres mécanismes de gravure, la gravure chimique est souvent isotrope (non-directionnelle). Généralement, des espèces chimiques neutres et réactives comme le chlore ou le fluor et des espèces moléculaires générées dans le plasma diffusent jusqu'au substrat où elles forment des produits volatils avec la couche à graver. Dans ce cas le rôle du plasma est la création d'espèces réactives permettant la gravure. Par conséquent, si le gaz d'apport est assez réactif le plasma peut ne plus être nécessaire. Se sont généralement les techniques PE et « Barrel Etching » fonctionnant à relative haute pression ( $10^{-1} - 10^1$  Torr) qui permettent ce type de gravure. Pour le reste, tous les produits volatils sont évacués par le système de vide contrairement à la gravure physique qui se fait par éjection de produits non nécessairement volatils et qui pourraient par la suite se déposer sur le substrat.

La gravure assistée par bombardement ionique :

Elle est basée sur le bombardement ionique (gravure physique) d'une surface non réactive provoquant des dommages en surface comme des dislocations par exemple. Suite à ces dommages, la surface devient plus réactive avec les espèces gravantes (gravure chimique).

La gravure assistée par inhibiteur de gravure :

Dans ce cas, la surface est couverte d'une couche protectrice. Or, les bombardements ioniques (gravure physique) éliminent la passivation de la couche horizontale permettant ainsi une gravure chimique de la zone nettoyée. Il est à noter que la gravure reste verticale puisque durant cette opération, les flans se passivent à fur et à mesure.

Concernant ces deux derniers mécanismes, la gravure est verticale. Les techniques permettant ce genre de gravure physico-chimique sont par exemple la RIE, la RIBE ou bien la CAIBE.

Pour résumer, de nos jours il existe de nombreuses techniques de gravure permettant d'obtenir des motifs allant du demi-cylindrique (gravure chimique) au rectangulaire (gravure physico-chimique anisotrope) en passant par des motifs triangulaires. Toutefois, beaucoup de ces techniques ont été surtout développées, étudiées et utilisées dans le cadre de matériaux cristallins comme le silicium.

Concernant les polymères amorphes, la RIE est la technique la plus largement utilisée en gravure sèche [83], cette technique permet de contrôler aisément les vitesses de gravure et d'avoir une bonne sélectivité. Toutefois, des ondulations peuvent se former sur les flancs résultant du bombardement ionique. En 2004, Y. Zhao et al. [109] ont présenté la rugosité des flancs de guides réalisés en polymères à bases de PMMA comme fonction de la puissance RF (Radio Fréquence) et du débit d'oxygène. La rugosité des flancs augmente avec la puissance RF et le débit d'oxygène comme le montre la Figure I.30. Ce paramètre est important car la rugosité issue de la gravure peut être un facteur de pertes optiques très important.

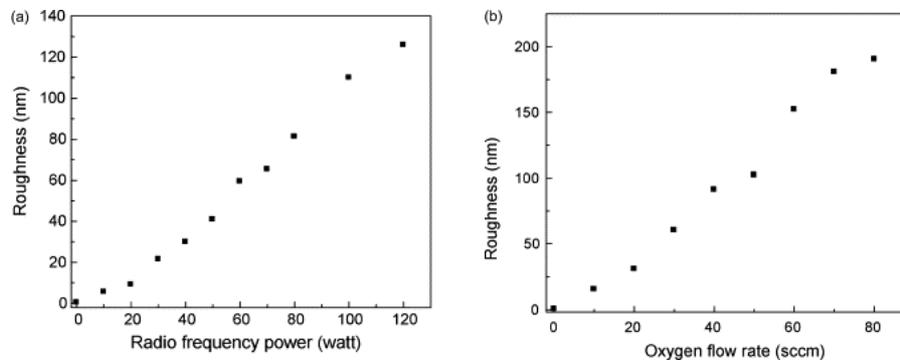


Figure I.30 : Evolution de la rugosité en fonction de la puissance RF (a) et du débit d'oxygène (b) [109].

Notons que lorsque l'évolution de la rugosité en fonction de la puissance est étudiée, le débit d'oxygène n'est pas indiqué. De même, pour la courbe d'évolution de la rugosité en fonction du débit d'oxygène, la puissance n'est pas indiquée. Toutefois, dans leur procédé, cette équipe a utilisé par la suite un débit d'oxygène de 20sccm\* et une puissance de 60W.

Dans cette étude, il est intéressant de retenir l'évolution de la rugosité des flancs en fonction de la puissance Radio Fréquence ou du débit d'oxygène. Toutefois, dans cette étude il n'a jamais été question de pression d'enceinte bien que ce dernier paramètre soit important et puisse influencer d'autres aspects importants comme le profil de gravure. Pour cette raison, les conditions utilisées ne seront pas appliquées à l'identique et quelques modifications dans les paramètres seront faites et présentées en chapitre II.

Par ailleurs, dans l'étude de Y. Zhao et al., afin de réduire d'avantage la rugosité, un traitement thermique a été appliqué (80°C/2h puis 90°C/2h et 130°C/3h). Par ce biais, la rugosité est passée d'environ 55nm à 18nm. La puissance RF et le débit d'oxygène utilisé étant respectivement de 60W et 20sccm (1sccm=1cm<sup>3</sup>/min).

La réduction de la rugosité des flancs est un paramètre important car elle entraînera moins de pertes par diffusion dans les guides d'ondes et fonctions optiques intégrées. L'équipe

\* sccm = standard cubic centimeters per minute, soit un centimètre cube par minute.

de C. Y. Chao et al. [110] a aussi procédé en 2004, à différents traitements thermiques sur des guides en polystyrène. Par exemple, après un recuit à 95°C pendant 60 secondes, les pertes ont été abaissées d'environ 8dB.cm<sup>-1</sup> par diminution de la rugosité d'environ 20nm.

La modélisation des pertes par diffusion dues à la rugosité des flancs, faite par C. Y. Chao et al. montre que les pertes évoluent de façon exponentielle, et dans l'anneau d'un micro-résonateur, elle pourraient atteindre environ 30dB.cm<sup>-1</sup> pour une rugosité de 30nm. D'après cette étude, la rugosité doit être très faible (< 10nm) pour espérer atteindre des pertes acceptables (<5dB.cm<sup>-1</sup>) dans l'anneau. Cependant, dans leur cas, la couche de confinement supérieure est l'air présentant ainsi un écart d'indice  $\Delta n$  d'environ 0,6 avec le guide. Dans notre cas, avec des  $\Delta n$  inférieurs à 0,2, il est possible d'espérer atteindre des valeurs de pertes par diffusion raisonnablement faibles (<2dB.cm<sup>-1</sup>).

Concernant maintenant le profil des motifs gravés, la RIE est généralement suffisante pour réaliser des guides d'ondes optiques « ridge ». Cependant, d'autres techniques permettent d'obtenir une plus grande anisotropie de gravure et par ce biais, réaliser des motifs plus proches géométriquement que ceux utilisés durant les modélisations. Le fait d'avoir une très faible déviance de forme n'est pas nécessairement gênant pour des guides droits par exemple mais peut l'être dans le cas des micro-résonateurs. En effet, ce type de structure est basé notamment sur le couplage de l'onde entre un guide et un anneau. Si la distance entre ces deux motifs varie en fonction de l'épaisseur, le couplage varie aussi faisant évoluer certains paramètres comme le taux de couplage ou la finesse.

La gravure par faisceau d'ion est une des techniques qui permet d'améliorer l'anisotropie de gravure. L'équipe de A. Moliton s'est intéressée à l'utilisation de cette technique pour la réalisation de fonctions optiques en polymères. En 2000 [111], une étude comparative a été menée entre deux types de gravures par faisceau d'ion : la RIBE et la IBAE (appelé aussi CAIBE). Ces techniques permettent de contrôler indépendamment l'énergie des ions et la densité de courant. De plus, la IBAE permet de contrôler séparément la gravure par pulvérisation due aux faisceau d'ions inertes chimiquement (O<sup>+</sup>) et la gravure chimique due aux flux d'espèces réactive chimiquement (O<sub>2</sub>) qui réagissent avec les atomes pulvérisés pour former des produits volatils [112]. L'étude a été menée sur le polyimide fluoré de Dupont de Nemours : le PI2566 et présente la IBAE comme technique ayant une plus grande anisotropie de gravure que la RIBE. Les valeurs de rugosité n'ont pas été communiquées.

La modification des gaz d'apport est une autre solution pour réaliser de la gravure avec un grand facteur d'aspect. Pour cela l'équipe de C. Zhang et al. [113] a étudié l'état des motifs en fonctions des mélanges de gaz O<sub>2</sub>/CHF<sub>3</sub> et en se servant de la technique RIE. Les photos de la Figure I.31 montrent l'état de la gravure du PMMA avec et sans CHF<sub>3</sub>.

Il est indéniable que le facteur d'aspect est nettement amélioré grâce à l'utilisation de CHF<sub>3</sub>. Toutefois, l'épaisseur du motif est à prendre en compte. En effet, pour les photos (a) et (b) les épaisseurs sont de 45µm et l'état de gravure semble correct. Néanmoins, lorsque l'épaisseur est de 250µm ; cas des photos (c) et (d), la verticalité est bien mieux représentée lorsque la gravure a été réalisée avec le mélange O<sub>2</sub>/CHF<sub>3</sub>.

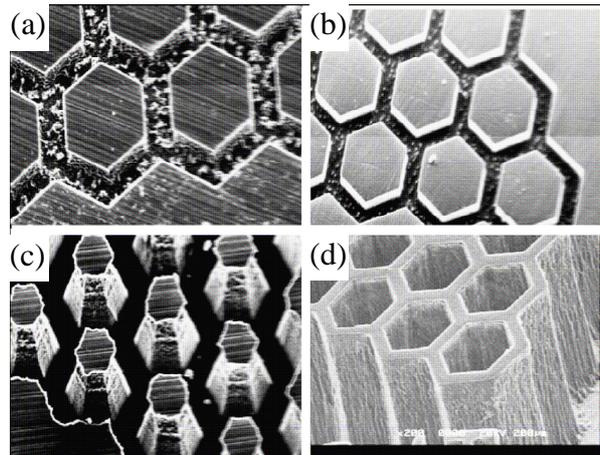


Figure I.31 : Photos MEB de PMMA gravé à 30 mTorr et 30 W: (a) et (c)  $O_2$  pure (50 sccm); (b) et (d)  $O_2$  (25 sccm)/ $CHF_3$  (25 sccm)

En d'autres termes, la gravure RIE  $O_2$  reste suffisante tant que les épaisseurs à graver restent de quelques micromètres. Seulement, cette étude montre qu'il est possible de réaliser de la gravure profonde d'une grande anisotropie avec une technique simple et peu coûteuse ; la RIE, simplement par l'ajout du gaz fluoré  $CHF_3$ . Ceci est très attrayant pour la réalisation de micro-résonateur par exemple bien que la vitesse de gravure se trouve abaissée de moitié avec l'ajout de  $CHF_3$  à 50%.

Enfin, il est aussi possible d'augmenter la vitesse de gravure. Pour cela des systèmes permettant une grande densité de plasma sont utilisés. Les plus connus sont l'ICP<sup>1</sup> et l'ECR<sup>2</sup>.

En 1999, J. H. Kim et al. [114] ont utilisé l'ICP pour augmenter la vitesse de gravure d'un polyimide fluoré ; le Ultradel® 9020D. Le gaz de gravure utilisé est l'oxygène ( $O_2$ ). L'étude a montré que la vitesse de gravure passe de 450nm/min à 2750nm/min en augmentant la puissance ICP de 0W à 1000W. Toutefois, au-delà d'une certaine puissance d'ICP, le profil de gravure se trouve dégradé comme le montre la Figure I.32.

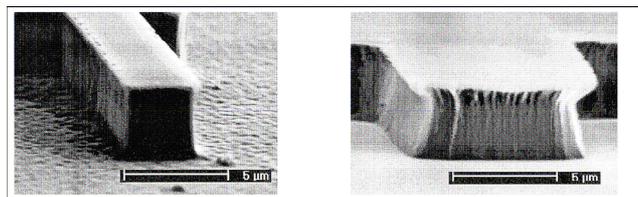


Figure I.32 : Photos MEB de l'état de gravure à différentes puissances ICP : (a) 500W ICP, (b) 1000W ICP

Les vitesses de gravure sont de 1800nm/min et 2750nm/min pour les puissances ICP de 500W et 1000W respectivement.

<sup>1</sup> ICP : Inductively Coupled Plasma = plasma relié à un circuit inducteur permettant de le densifier.

<sup>2</sup> ECR : Electron Cyclotron Resonance plasma = Le principe des sources ECR (Electron Cyclotron Resonance) est de chauffer un plasma à l'aide d'une source radiofréquence de micro - ondes (entre 10 et 18 GHz par exemple) à la résonance cyclotron des électrons.

Pour le reste, cette gravure isotropique à haute puissance ICP est imputée à l'augmentation des radicaux réactifs (gravure chimique) et non à l'énergie ionique.

Le débit d'oxygène joue aussi un rôle dans la vitesse de gravure. En effet, pour deux pressions d'enceinte différentes (5mTorr et 20mTorr), la vitesse de gravure augmente avec le débit d'oxygène et sature à partir de 20sccm.

#### **4.4 Conclusion**

Un grand nombre de méthode et de techniques permettent la réalisation de motifs pour l'optique intégrée. Toutefois, les paramètres limitant pour le choix d'une technique sont d'une part la résolution des motifs et d'autre part, la qualité de la gravure.

Dans notre cas, il a été vu précédemment que la RIE est suffisante malgré la présence d'une rugosité sur les flancs des motifs. Cette rugosité est gênante en optique car elle engendre des pertes par diffusion. Toutefois, après la gravure, des traitements thermiques pourraient être envisagés afin de minimiser cette rugosité.

Concernant la reproduction des motifs dans une résine à partir d'un masque, la photolithographie standard (365nm) sera utilisée dans notre étude ; cette technique existe au laboratoire. Néanmoins, cette technique est connue pour avoir une limite de résolution de l'ordre du micromètre. Ceci posera des problèmes pour la réalisation de certains motifs comme les gaps de tailles parfois légèrement submicroniques. C'est pourquoi, une étude sera présentée dans le chapitre II concernant l'amélioration de la résolution de cette technique.

### **5. Conclusion du chapitre I**

Après une brève présentation de la fonction principalement visée dans cette étude, l'accent a été surtout mis par la suite sur la diversité des matériaux utilisés dans la littérature afin de monter la place des polymères pour la réalisation de fonctions optiques intégrées.

En effet, si certaines technologies comme celles des semi-conducteurs ou des nitrures de silicium s'avèrent indiscutablement intéressantes pour la miniaturisation des fonctions, les polymères pourraient trouver aussi une place de choix. Bien évidemment, l'emploi des polymères ne se veut pas universel et mais ces derniers peuvent avoir des utilisations particulières comme celles citées précédemment mais aussi occuper des terrains où l'extrême miniaturisation n'est pas primordiale. Ceci peut être le cas par exemple des capteurs chimiques ou thermiques.

Parmi elles, on peut imaginer aussi des fonctions accordables notamment avec la température exploitant les forts coefficients thermo-optiques. Par ailleurs les technologies génériques des polymères passifs pourront s'appliquer à des matériaux exploitant les fortes susceptibilités non linéaires de certains polymères. D'autres polymères comme le PVA (poly(alcool vinylique)) ou le PVCi (Poly(cinnamate de vinyle)) sont photosensibles et, cette particularité peut être un avantage supplémentaire pour ajuster la réponse spectrale d'une fonction donnée par exemple.

De plus, étant donné les grandes difficultés actuelles à injecter la lumière dans les guides nanométriques sans beaucoup de pertes optiques, les polymères restent aussi très attrayants pour les télécoms.

Dans cette étude l'avantage principal des polymères est d'offrir une large panoplie d'indice de réfraction (1,38 à 1,65 environ). Ceci autorise des contrastes suffisants dans un premier temps (entre 0,1 et 0,2), pour étudier les fonctions passives miniaturisées, comme les filtres en longueurs d'ondes à base de micro-anneaux, prévues dans le cadre de cette thèse.

Concernant les propriétés optiques, les paramètres principaux qui intéressent notre étude sont les pertes linéiques dans les matériaux et les guides d'ondes d'une part, et, d'autre part, les différents paramètres définissant les micro-résonateurs.

En premier lieu, les pertes linéiques globales relevées dans la littérature pour les guides d'ondes en polymères sont majoritairement comprises entre  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  et  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  dans le proche infrarouge. Ces valeurs sont également relevées pour nombre des polymères fluorés, sensées être intrinsèquement moins absorbant. Autrement dit, dans l'état actuel des technologies de purification et de réalisation, il est très difficile de descendre en dessous de  $0,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  en raison d'autres sources de pertes principalement celles dues à la diffusion (impuretés, rugosité). Aussi, l'on a vu dans ce chapitre que dans des conditions particulières de purification, il semble possible d'atteindre des valeurs de pertes linéiques dans des polymères hydrogénés de l'ordre de  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Dans notre étude, deux polymères seront utilisés pour la réalisation des guides d'ondes : le PMMA et le PMMI (chapitre II). Toutefois, les données de la littérature sur les pertes linéiques dans le PMMA sont à  $1550\text{nm}$  très rares, elles sont surtout précisées dans le spectre visible et les valeurs les plus faibles relevées sont de l'ordre de  $0,5\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ . A  $\lambda=1300\text{nm}$ , les pertes linéiques relevés sur le PMMA sont de l'ordre de  $0,9\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Concernant le PMMI, ces pertes sont annoncées autour de  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1318\text{nm}$  et  $2,3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$  (mais après bombardement ionique). Ces ordres de grandeurs pour les pertes restent acceptables pour la réalisation de fonctions envisagées au vu des longueurs parcourues (quelques centimètres).

Concernant la partie centrale de notre étude qui est la mise en œuvre et la réalisation de fonctions intégrée en polymères, il a été noté précédemment que beaucoup de techniques existent et sont déjà utilisées avec ce type de matériaux et notamment les plus légères et les plus simples. Ainsi, au vu de la bibliographie, nous avons vu que, pour notre application, l'utilisation de la photolithographie standard et de la gravure RIE s'avèrent suffisante.

Suite à cette étude bibliographique, il ressort nettement que les deux préoccupations majeures vont être :

- d'une part, outre l'étude de toutes étapes technologiques, l'obtention de guides et structures hautement résolues (avec des méthodes classiques) afin d'espérer réaliser des filtres miniaturisés à base de micro-résonateurs (Chapitre II).
- d'autre part, l'analyse et la réduction des phénomènes de pertes optiques et l'étude des fonctions réalisées (Chapitre III).

## **CHAPITRE II : TECHNOLOGIE DE REALISATION DE FONCTIONS OPTIQUES INTEGREES POLYMERES**

Dans le cadre d'un programme de renouvellement des compétences, le projet TERCOP (Technologie de Réalisation de Circuits Optiques et mise en œuvre de fonctions optiques) a été mis en place. Ce projet vise à améliorer la faisabilité de guides d'ondes optiques polymères notamment par l'utilisation de la photolithographie standard suivie d'une gravure RIE plasma O<sub>2</sub>. Cette étude permet en partie la mise en application des travaux de modélisation de Carole Arnaud (thèse soutenue en décembre 2004) [4]. Les différents résultats issus de cette dernière thèse seront exposés en chapitre III et complétés par d'autres études de modélisation effectuées par ailleurs.

Auparavant, en technologie de photo-inscription de guide, le PVCi a fait l'objet d'une étude menée par Imane Assaid au CCLO [71] et a permis de mettre en exergue les meilleurs contrastes d'indices photo-induits (0,025 à 1550nm). Malgré ce record, la photo-inscription ne permet pas un confinement suffisamment important pour les applications visées. Ici, avec la technologie des guides gravés, les polymères permettent d'accéder à de plus forts contrastes d'indices ; entre 0,1 et 0,2 pour les matériaux les plus courants. En conséquence, avec la maîtrise de cette technologie, le champ d'applications des fonctions ainsi réalisées est plus diversifié et une plus grande miniaturisation devient possible. Sans compter que les technologies et techniques nécessaires pour la réalisation de fonctions optiques intégrées en polymères sont relativement peu onéreuses et simples comme le dépôt à la tournette ou bien la gravure RIE.

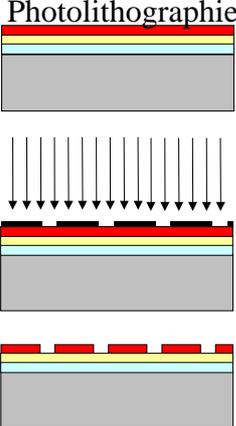
Pour résumer, le but principal de notre étude est de mettre au point et de maîtriser une technologie de réalisation de fonctions optiques en polymères avec de forts contrastes d'indice par soucis de miniaturisation. Une technologie qui par la suite servira aussi à la réalisation de nouvelles fonctions, non linéaires par exemple (projet GALOP au CCLO, démarré en 2006).

Ce chapitre est donc consacré à exposer l'étude et la mise au point de la technologie choisie d'une part, et, d'autre part, la priorité sera de mettre en évidence et d'étudier, autant que faire se peut, les problèmes propres aux matériaux polymères liés souvent à l'influence de la température lors des procédés.

## 1. Mise au point de la technologie de réalisation.

L'étape de réalisation passe nécessairement par le choix des matériaux au préalable. Ensuite, trois étapes principales caractérisent la technologie choisie ; le dépôt, la photolithographie et la gravure plasma.

Pour commencer, le Tableau II.1 (sur les deux pages suivantes) permet d'avoir une vue globale des étapes principales de réalisation de fonctions optiques intégrées en polymères (première colonne). Dans la colonne du milieu sont résumées les difficultés liées à chaque étape. Dans la dernière colonne sont présentés les paramètres à optimiser ou les solutions techniques à apporter dans un premier temps. Les paragraphes principalement concernés dans ce chapitre sont alors mis entre parenthèses dans cette dernière colonne. Les photos incluses dans ce tableau représentent les défauts les plus marquants et sur lesquels il était possible de prendre une photo.

Etapes	Difficultés ou contraintes liées à l'étape	Paramètres à optimiser ou solutions à apporter
Choix des matériaux	Transparence aux longueurs d'ondes choisies, indice de réfraction	Difficultés apparues tout au long du procédé de réalisation : voir la suite.
Choix du solvant 	Choix d'un bon solvant	Paramètre de solubilité, volatilité du solvant, Mouillabilité de surface. (§ 3. Dépôt des solutions à la tournette).
Dépôt à la tournette 	Homogénéité de la couche déposée. Interaction entre couches	Concentration de la solution polymère/solvant, accélération, vitesse et temps de rotation de la tournette. (§ 4. Etude du dépôt).
Photolithographie 	Résolution et définition des motifs 	Minimisation de : <ul style="list-style-type: none"> <li>• défauts en surface,</li> <li>• de l'épaisseur de la résine,</li> <li>• de l'espacement entre le masque et la résine photosensible lors de l'insolation</li> </ul> (§ 6. La photolithographie et § 8. Amélioration de la résolution).

CHAPITRE II. Technologie de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères

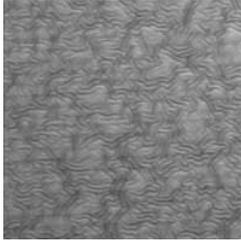
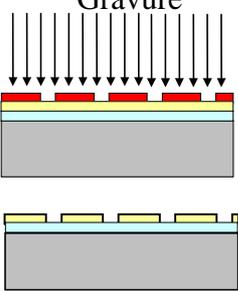
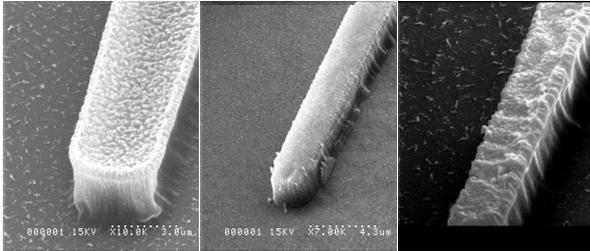
	<p>Interaction de la résine avec la couche contiguë inférieure</p>	<p>Intercalation d'une couche de protection</p>  <p>(§ 6. La photolithographie et § 7. Etude thermique).</p>
<p>Gravure</p> 	<p>Définition des motifs, sélectivité de la gravure.</p> 	<p>Puissance RF (Radio Fréquence), pression, débits des gaz (§ 9. La gravure)</p>
<p>Clivage ou sciage de l'échantillon pour caractérisations optiques</p>	<p>Problèmes d'adhérence, décollement</p> 	<p>Choix d'une méthode de sciage ou de clivage adaptée, ajout d'un promoteur d'adhérence, différents recuits. Tests d'adhérence. (§ 5. Adhérence polymères substrats entre autre)</p>

Tableau II.1 : Résumés des difficultés rencontrées au cours des différentes étapes de la technologie de réalisation choisie au CCLO.

Certaines solutions apportées, notamment l'intercalation d'une couche de protection entre la résine et la couche de polymère engendrent d'autres désagréments comme l'apparition de défauts en formes de rides à la surface du polymère. Ceci est dû en partie à la température.

Les différentes étapes de réalisation exposées dans le Tableau II.1 seront détaillées, par la suite, dans des paragraphes séparés tout en gardant au mieux l'ordre annoncé dans ce dernier tableau.

## **2. Choix des matériaux**

Dans le cadre de cette étude qui concerne la réalisation de fonctions passives, un matériau est choisi, en premier lieu sur le plan optique, en raison de sa transparence dans le domaine des longueurs d'ondes utilisées, de son indice de réfraction et de sa biréfringence. L'étude qui suit montrera qu'il est tout aussi important, sinon plus, de choisir un polymère en fonction de ces propriétés mécaniques ou thermo-mécaniques notamment, bien que dans certains cas, ce choix peut ne pas être catégorique si les propriétés thermomécaniques du polymère sont améliorées grâce à des traitements particuliers. Ceci est le cas du PMMA qui sera étudié dans ce chapitre.

Notoirement, des fonctions optiques avaient déjà été réalisées avec des polymères. Néanmoins, les difficultés et les problèmes liés à ces matériaux pendant la réalisation ne sont jamais mis en avant d'une manière détaillée. Par conséquent, Ce chapitre traitera des différentes difficultés rencontrées avec les polymères tout en essayant d'apporter des solutions et des explications physiques.

Dans un premier temps, le premier polymère utilisé ici est le PMMA (Poly méthacrylate de méthyle) car ce dernier a été largement exploité dans ce domaine donnant accès à la réalisation de fonctions en polymères. Il servira à mettre au point la technologie de réalisation choisie. La raison de ce choix est double. D'une part, des guides d'ondes optiques ont par ailleurs été réalisés avec ce polymère. De plus, le coût de ce dernier est très bas (210euros/kg, Aldrich) autorisant des mises au point variées pendant la réalisation.

Les autres polymères utilisés seront présentés séparément à la fin de ce chapitre et sont le PMMI (poly (méthacrylimide de méthyle)) et le PMATRIFE (Poly(2,2,2 méthacrylate de trifluoro-éthyle)). Ce dernier avec un indice faible (~1,41) servira de polymère de gaine optique. Le PMMA et le PMMI sont des matériaux de cœur optique. Les propriétés optiques des ces matériaux seront données en chapitre III et les formules chimiques des matériaux utilisés sont données en annexe II.1.

## **3. Dépôt des solutions à la tournette**

Afin d'être déposé à la tournette, le polymère choisi doit être au préalable dissous dans un solvant. Le choix du solvant est primordial pour la suite du procédé. En premier lieu, le polymère doit être suffisamment soluble dans le solvant pour permettre par la suite d'obtenir des couches de quelques micromètres.

Pour bon nombre de polymères commerciaux, une liste non exhaustive de solvants est précisée par les fournisseurs. Le PMMA est connu pour être soluble dans le dichlorométhane, le toluène, l'acétone, le chloroforme ou bien le trichloroéthane.

D'un autre côté, beaucoup d'études ont été menées afin de pouvoir choisir un solvant pour la dissolution d'un polymère amorphe ou non. Certaines permettent de prédire assez précisément si la réaction de dissolution peut avoir lieu ou pas, par le biais de calculs numériques, et à la condition que les grandeurs thermodynamiques soient disponibles. D'autres études permettent de relier le paramètre de solubilité à d'autres grandeurs thermodynamiques et ainsi estimer la solubilité de nouveaux polymères [116].

Dans le cadre de cette étude, les polymères utilisés sont des matériaux commerciaux pour lesquels des données thermodynamiques existent et une méthode d'essais de dissolution avec des solvants ciblés est suffisante. Les solvants sont alors choisis en fonction de leur paramètre de solubilité.

### 3.1 Paramètres de solubilité et choix des solvants.

Le mécanisme de dissolution d'un polymère amorphe est donné en annexe II.2. En résumé de cette annexe, il est possible de s'attendre à une miscibilité complète lorsque les paramètres de solubilité  $\delta$  du polymère et du solvant sont similaires et que le degré de la liaison hydrogène est identique dans les deux constituants. Cette liaison hydrogène peut être faible, moyenne ou forte.

L'exemple du PMMA est montré dans le Tableau II.2 suivant.

polymère	Liaison hydrogène du solvant		
	faible	moyenne	forte
PMMA	$\delta$ en (MPa) <sup>1/2</sup>		
	18,2 – 26,0	17,4 – 27,2	0

Tableau II.2 : Valeurs des paramètres de solubilité du PMMA pour différentes forces de liaisons hydrogènes du solvant [116].

Dans le Tableau II.3 se trouve une liste de solvants ayant des liaisons hydrogènes faibles et moyennes pouvant convenir pour dissoudre le PMMA.

Solvants	$\delta$ en (MPa) <sup>1/2</sup>	Liaison hydrogène f = faible ; m = moyenne
Méthacrylate de méthyle (MMA)	18,0	m
Toluène	18,2	f
Tétrahydrofurane (THF)	18,6	m
Chloroforme	19,0	f
Trichloroéthane (TCE)	19,6	f
Acétone	20,3	m
Lactate d'éthyle	20,5	m

Tableau II.3 : Les paramètres de solubilité pour quelques solvants à liaisons faibles et moyennes [116].

Une fois une liste de solvants usuels établie, il est nécessaire de pouvoir en choisir au moins un qui permettrait d'avoir de bons dépôts en couche mince par la suite. Plusieurs paramètres rentrent en compte pour le choix d'un solvant lorsque ceci est possible. D'une part, le mélange solvant/polymère doit mouiller la surface sur laquelle il est déposé. Ceci permet par la suite d'avoir un étalement homogène de l'ensemble et une meilleure adhérence. En effet, si le mélange ne mouille pas la surface, l'ensemble risque de glisser sur la surface sans qu'aucun dépôt n'ait lieu.

De plus, le solvant doit avoir une pression de vapeur lui permettant de ne pas être trop volatil. Ceci afin d'avoir une homogénéité et une reproductibilité dans le dépôt.

Par ailleurs, le solvant doit dissoudre le polymère en quantité suffisante pour permettre une très grande plage de concentration (grande plage de viscosité) offrant par la même occasion une très grande plage d'épaisseurs déposées.

Enfin, dans le cas du choix d'une gaine inférieure en polymère, le solvant choisi ne doit pas dégrader la couche de polymère déjà existante.

### 3.2 La mouillabilité de surface

Dans le cadre général d'une surface de séparation entre deux phases (liquide – solide, liquide – liquide, ...), une grandeur thermodynamique est prise en compte : la tension superficielle  $\gamma$ .

$$\text{Par définition : } \gamma = \left( \frac{\partial G}{\partial s} \right)_{T,P} \quad \text{II. 1}$$

Elle représente l'enthalpie libre rapportée à une unité de surface à température et à pression données. De ce fait,  $\gamma$  est aussi appelée enthalpie libre superficielle.

Dans le cadre de cette étude, une goutte de liquide déposée sur un substrat solide entraîne la présence simultanément de trois phases au point M (Figure II.1) et par conséquent, trois tensions superficielles rentrent en compte ;  $\gamma_{GS}$ ,  $\gamma_{GL}$ ,  $\gamma_{LS}$  avec respectivement Gaz-Solide, Gaz-liquide et Liquide-Solide pour GS, GL et LS.

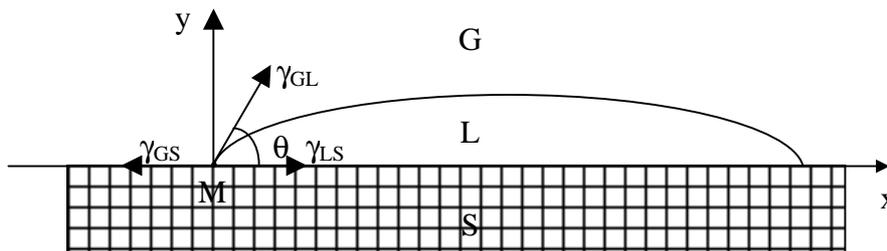


Figure II.1 : Représentation schématique d'une goutte de liquide déposée sur une surface solide.

$$\text{A l'état d'équilibre au point M, } \vec{\gamma}_{GS} + \vec{\gamma}_{GL} + \vec{\gamma}_{LS} = \vec{0}. \quad \text{II. 2}$$

Cette condition doit être aussi vérifiée avec les projections sur l'axe x. Soit par projection sur l'axe x, l'équation II. 2 devient :

$$\gamma_{GS} = \gamma_{LS} + \gamma_{GL} \cdot \cos \theta \quad \text{II. 3}$$

Ou encore, 
$$\cos \theta = \frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}} \quad \text{II. 4}$$

Ainsi présenté, l'équation II. 4 permet de distinguer deux principaux cas :

Si  $\gamma_{GS} < \gamma_{LS}$  et  $\left| \frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}} \right| < 1$ , alors  $\theta > 90^\circ$ . Dans ce cas, le liquide ne mouille pas le solide.

Si  $\gamma_{GS} > \gamma_{LS}$ , deux phénomènes peuvent se produire selon la grandeur  $\frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}}$ .

Si  $\frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}} < 1$ , alors  $0 < \theta < 90^\circ$ . Dans ce cas, le liquide mouille le solide.

Si  $\frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}} > 1$ , alors  $\cos \theta > 1$ . Ceci est mathématiquement impossible. Dans ce cas le point M n'existe pas et le liquide mouille entièrement la surface du solide.

Sur la Figure II.2 sont représentés les deux cas pouvant exister au point M :  $0 < \theta < 90^\circ$  et  $90^\circ < \theta < 180^\circ$ .



Figure II.2 : Représentation schématique des deux cas de mouillabilité de surface selon l'angle de mouillabilité  $\theta$ .

Des méthodes existent et permettent de remonter à la valeur de la tension superficielle. Il est possible de citer la méthode de l'arrachement de l'anneau ou celle de l'ascension capillaire dans un tube. Toutefois, ces expériences nécessitent des équipements particuliers. De plus, dans le cadre de cette étude, les valeurs des tensions superficielles ne sont pas nécessaires d'autant que ces valeurs évolueront au fur et à mesure que le solvant s'évapore lors de la rotation de la tournette. Il suffira donc, dans un premier temps de voir si le mélange solvant/soluté mouille la surface du substrat. Autrement dit si l'angle  $\theta$  est inférieur à  $90^\circ$ . Pour cela, un équipement sommaire suffit ; un support plat et mis à niveau, une spatule et un appareil photographique comme le montre la Figure II.3.

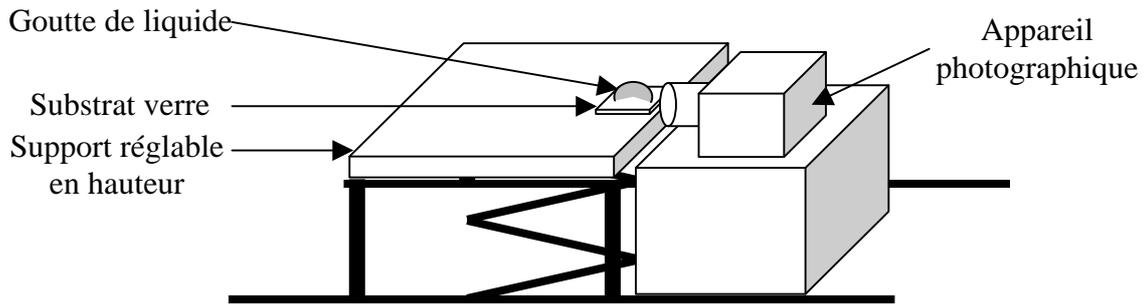


Figure II.3 Représentation schématique du montage servant à regarder les angles de mouillabilité.

La goutte est posée avec la spatule sur le substrat de verre et aussitôt une photo est prise. La Figure II.4 montre une goutte de PMMA dissoute dans le TCE (Trichloroéthane) à une concentration de  $300\text{g.L}^{-1}$ .

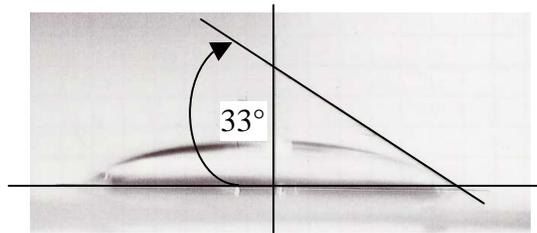


Figure II.4 : Photo d'une goutte d'un mélange PMMA/TCE ( $300\text{g.L}^{-1}$ ).

Par cette méthode simple, il a été possible de mettre en évidence le bon mouillage des solutions de PMMA/TCE et de voir l'évolution en fonction de la concentration. Un résumé des différentes valeurs est donné dans le Tableau II.4.

Solution	$\theta(^{\circ})$
TCE seul	$\sim 8,5$
PMMA/TCE ( $50\text{g.L}^{-1}$ )	$\sim 13,5$
PMMA/TCE ( $100\text{g.L}^{-1}$ )	$\sim 17,5$
PMMA/TCE ( $200\text{g.L}^{-1}$ )	$\sim 27$
PMMA/TCE ( $300\text{g.L}^{-1}$ )	$\sim 31,5$
Eau dé-ionisée	$\sim 40$

Tableau II.4 : Valeurs de  $\theta$  mesurée avec différentes solutions.

Par ailleurs, la même étude réalisée avec le PMMA dissout dans l'acétone à  $300\text{g.L}^{-1}$  met en évidence la rapidité de séchage de la surface de la goutte de ce mélange (Figure II.5).

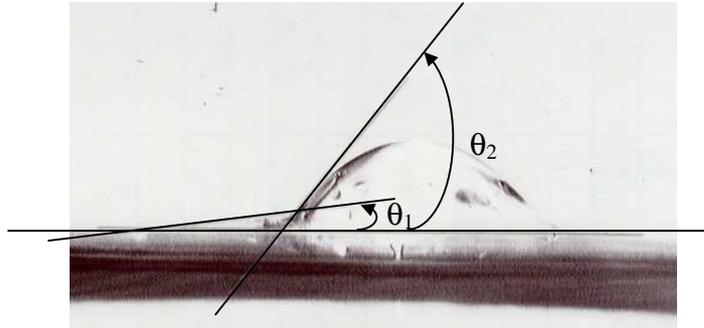


Figure II.5 : Photo d'une goutte d'un mélange PMMA/acétone ( $300\text{g.L}^{-1}$ ).

Sur la Figure II.5, il est possible de distinguer deux angles distincts  $\theta_1$  et  $\theta_2$ . Le premier correspond au mouillage de la surface, le second caractérise l'étirement de la goutte séchée et restée accrochée à la spatule. Ce phénomène est très gênant et ne permettra pas d'obtenir de bons dépôts en couche minces à ces concentrations. Cette évaporation rapide est reliée directement à la tension de vapeur du solvant.

Généralement, la tension de vapeur est donnée à  $20^\circ\text{C}$  et à 760mm de mercure ( $760\text{mm Hg} = 101,32\text{ kPa}$ ). Plus la tension de vapeur d'un produit est élevée, plus ce dernier s'évaporera facilement. Dans le Tableau II.5 sont résumées différentes valeurs dont notamment celle de la tension de vapeur, de densité par rapport à l'air et de température d'ébullition.

Produit	Tension de vapeur en mmHg à (T)	Densité de vapeur par rapport à l'air à température d'ébullition	Température d'ébullition ( $^\circ\text{C}$ )	Densité du liquide par rapport à l'eau (à $25^\circ\text{C}$ )
Chloroforme	160 ( $20^\circ\text{C}$ )	4,1	60,5-61,5	1,492
TCE	18,8 ( $20^\circ\text{C}$ )	4,6	110-115	1,435
Méthanol	97 ( $20^\circ\text{C}$ ) 410 ( $50^\circ\text{C}$ )	1,1	64,7	0,791
Toluène	22 ( $20^\circ\text{C}$ )	3,2	110-111	0,865
THF	143 ( $20^\circ\text{C}$ )	2,5	65-67	0,889
Acétone	184 ( $20^\circ\text{C}$ )	2	56	0,791

Tableau II.5 : Diverses données thermodynamiques concernant quelques solvants.

Le TCE a une tension de vapeur très faible à  $20^\circ\text{C}$ . Au contraire l'acétone avec 184 mmHg est un solvant assez volatil. En outre, plus, la température d'ébullition du solvant est proche de l'ambiante, plus le solvant est sensible aux fluctuations de la température d'une salle. Par exemple, le méthanol peu volatil à  $20^\circ\text{C}$ , le devient énormément à  $50^\circ\text{C}$  avec 410mmHg.

A l'issue de ces observations, et en raison d'existence de stock au moment de l'étude, le TCE est choisi comme solvant pour le PMMA.

Une fois le solvant choisi, le polymère peut être dissout dans ce dernier et déposé à la tournette pour obtenir des couches minces. Toutefois, les épaisseurs utilisées sont de l'ordre de quelques micromètres (entre 1 et 3 $\mu\text{m}$ ). De ce fait, la moindre inhomogénéité durant le dépôt peut entraîner au final, avec l'accumulation des différentes étapes de réalisation, des défauts plus importants. Ceci peut devenir critique notamment lorsque les épaisseurs théoriques ont été choisies pour être en limite de guidage (très rarement) ou en limite de guidage monomode.

Une étude complète de l'étape de dépôt est alors nécessaire. Hormis les propriétés qui dépendent de la solution (viscosité, mouillabilité de surface), le dépôt à la tournette dépend aussi de trois paramètres : l'accélération, la vitesse et le temps de rotation de la tournette.

### **4. Etude du dépôt**

Cette partie ne concerne que l'étude de l'influence des trois derniers paramètres cités précédemment ainsi que la concentration de la solution PMMA/TCE.

Tout d'abord, l'accélération a été très rapidement fixée à 3000tr.min<sup>-2</sup>. Celle-ci est la valeur maximale que peut atteindre la tournette utilisée au CCLO.

Concernant le temps de rotation, en général, les fournisseurs de tournette comme « SÜSS MicroTec » conseillent des durées comprises entre 6 et 10s. Dans les faits, un temps de six secondes a été choisi par la suite et pour tous les dépôts de polymères. Ce choix a été fait de la manière suivante : lors de la rotation, une très grande partie du solvant s'évapore, et, durant cette évaporation des irisations apparaissent et évoluent sur la surface de l'échantillon, le temps de 6 secondes est alors choisi à la fin de cette évolution. L'épaisseur peut évoluer encore lorsque ces irisations semblent stagner et une diminution d'épaisseur d'environ 10% a été remarquée lorsque le temps de rotation est de 30 secondes au lieu de 6. Avec des temps court (6s), les dépôts sont toutefois d'une plus grande homogénéité qu'avec 30 secondes de rotation pendant lesquelles des défauts apparaissent de temps à autres sur la surface.

L'accélération et le temps de rotation fixés, il reste les deux paramètres importants à étudier qui conditionnent directement le dépôt : la vitesse de rotation de la tournette et la concentration de la solution.

Pour cela, différents dépôts ont été réalisés avec le mélange PMMA/TCE à des concentrations de 200g.L<sup>-1</sup> et 250g.L<sup>-1</sup> et à des vitesses de rotations de 2000tr.min<sup>-1</sup>, 3000tr.min<sup>-1</sup> et 4000tr.min<sup>-1</sup>. Les concentrations choisies permettent d'obtenir une gamme d'épaisseurs de couches utilisables par la suite. Une fois, les dépôts réalisés et séchés à 100°C pendant 15 minutes une cartographie de l'épaisseur du dépôt est réalisée à l'aide d'un interféromètre à fibre optique dont le schéma est montré en Figure II.6.

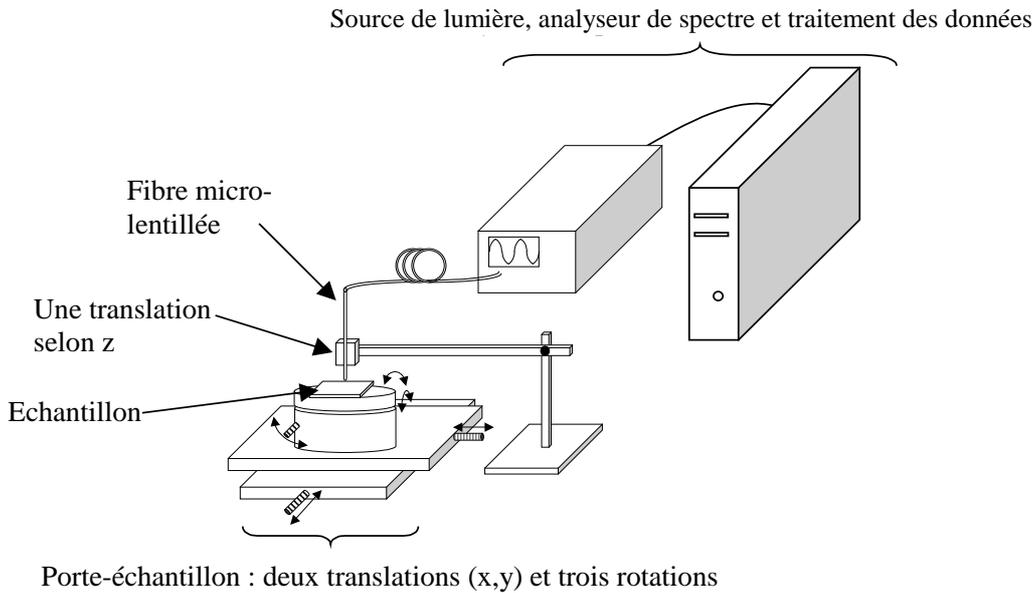


Figure II.6 : Représentation schématique du montage d'interférométrie.

Les mesures sont alors effectuées le long d'un axe perpendiculaire au grand méplat du substrat de silicium comme le montre la Figure II.7.

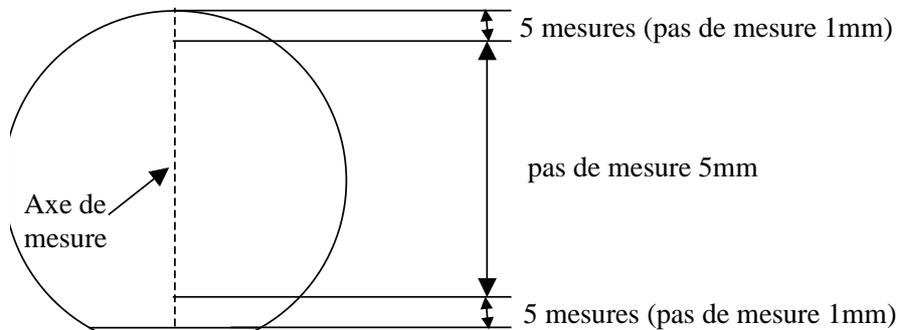


Figure II.7 : Représentation d'un substrat de silicium sur lequel est déposé le polymère et de l'axe le long duquel est effectuée la mesure (trait pointillé).

Pour obtenir la cartographie, un déplacement de l'échantillon selon l'axe perpendiculaire au grand méplat est effectuée. Le départ a lieu à l'extérieur de l'échantillon et, la première mesure correspond à l'apparition des premières interférences. Ensuite, un pas de mesure de 1mm est adopté pour les cinq premiers millimètres à partir des bords (méplat et point opposé à ce dernier). Loin des bords, le pas de mesure est de 5mm. Les graphiques correspondant à ces mesures sont montrés en Figure II.8 et Figure II.9.

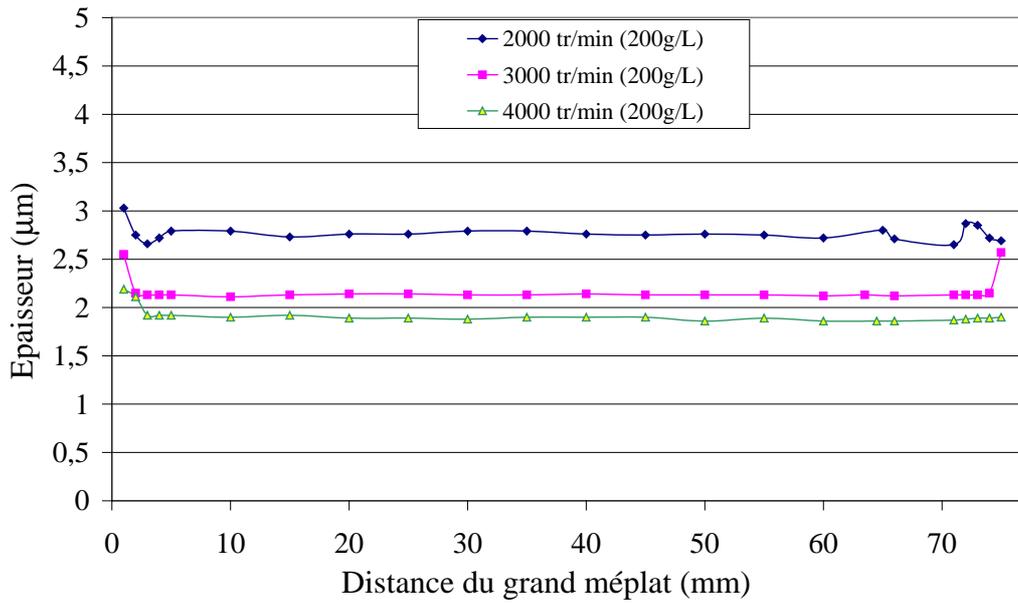


Figure II.8 : Courbes représentant la cartographie de dépôts de PMMA ( $200\text{g.L}^{-1}$ ) à différentes vitesses de rotation de la tournette.

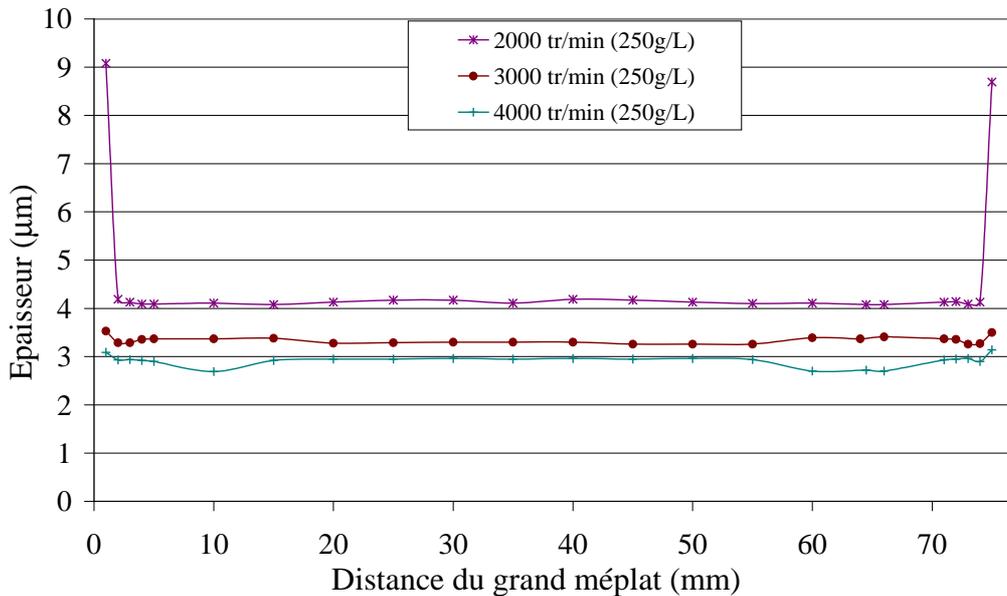


Figure II.9 : Courbes représentant la cartographie de dépôts de PMMA ( $250\text{g.L}^{-1}$ ) à différentes vitesses de rotation de la tournette.

De visu, tous les échantillons dont les mesures sont représentées sur la Figure II.8 et la Figure II.9 ne montrent pas d'inhomogénéité ni d'effet de bord. Néanmoins, les effets de bords existent.

## CHAPITRE II. Technologie de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères

Ces mesures mettent en avant une bonne homogénéité d'épaisseur dans une grande partie de l'échantillon. Par ailleurs, l'augmentation de la vitesse de rotation permet de minimiser l'effet de bord jusqu'à des niveaux très faibles.

Les moyennes et les écarts types de ces mesures sont donnés dans le Tableau II.6. La première partie du tableau représente les moyennes des épaisseurs faites sur tous les points mesurés le long de l'axe de mesure représenté en Figure II.7. Dans la partie de droite sont représentés les moyennes des épaisseurs mesurées pour tous les points sauf le premier et le dernier où les valeurs sont généralement plus élevées que sur le reste de l'échantillon (effet de bord). Les valeurs entre parenthèses désignent les écarts types de chaque série de mesures.

Vitesse (tr.min <sup>-1</sup> )	Tous les points Moyennes des épaisseurs (μm) (écart type (μm))			Tous les points sauf le premier et le dernier Moyennes des épaisseurs (μm) (écart type (μm))		
	2000	3000	4000	2000	3000	4000
200g.L <sup>-1</sup>	2,77 (0,08)	2,17 (0,12)	1,91 (0,08)	2,76 (0,05)	2,13 (0,01)	1,90 (0,05)
250g.L <sup>-1</sup>	4,57 (1,37)	3,34 (0,07)	2,91 (0,11)	4,12 (0,04)	3,32 (0,05)	2,89 (0,10)

Tableau II.6 : Moyennes et écarts types des mesures effectuées à diverses concentrations et vitesses de rotation.

Par la suite, la vitesse de 4000tr.min<sup>-1</sup> est conséquemment choisie pour tous les polymères et toutes les concentrations.

Notons néanmoins, qu'il est parfois des cas où les seuls solvants disponibles ne permettent pas d'avoir une grande solubilité du polymère engendrant en général des dépôts de faibles épaisseurs. Afin de palier à ceci, la seule issue serait la diminution de la vitesse de rotation de la tournette ou le changement de méthode de dépôt. Dans le premier cas, et, bien qu'ayant utilisé des concentrations faibles, l'effet de bord peut être assez conséquent. La surépaisseur est d'environ 2μm pour une solution de PMMA/TCE à 150g.L<sup>-1</sup> déposée à une vitesse de 1000tr.min<sup>-1</sup>.

Afin d'éliminer ces effets de bord après le dépôt, une solution consiste à dissoudre le bord de la couche à l'aide d'un bon solvant (le TCE pour le PMMA par exemple) introduit dans une micro-pipette comme le montre la Figure II.10.

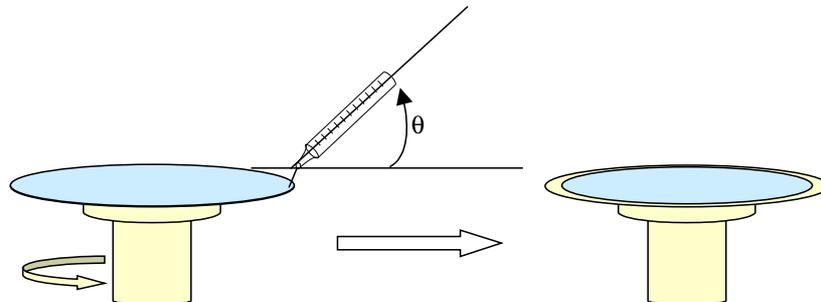


Figure II.10 : Représentation schématique du système de nettoyage du bord des dépôts.

Les essais effectués sont très prometteurs car le bord est très bien nettoyé et l'effet de bord a été éliminé. Toutefois, cette technique reste à mettre au point et pourquoi pas à semi-automatiser. La raison de cette mise au point serait de définir un angle  $\theta$  optimal pour éviter que le solvant n'éclabousse le centre de l'échantillon. En effet, dans la plupart des essais effectués sur divers polymères, des défauts sont apparus à la surface. Ces derniers en formes de comètes sont dus à la projection de gouttelettes de solvant sur la surface.

Pour finir, une étude rapide a été menée sur les dépôts et concerne les évolutions des épaisseurs des couches en fonctions de la concentration de la solution et de la vitesse de rotation de la tournette. Cette étude, réalisée sur seulement trois points de mesures est donnée en annexe II.3 à titre indicatif. Ces courbes nous permettent de cibler très rapidement une concentration pour une épaisseur visée.

Notons que les valeurs des épaisseurs des couches mesurées à l'aide de l'interféromètre à fibre optique sont confirmées par la suite à l'aide d'un spectromètre (UV/Visible/proche IR). De plus, après la gravure et l'obtention des guides "ridge", des mesures sont effectuées à l'aide d'un profilomètre (DEKTAK) et les épaisseurs varient d'environ 5% ou  $\pm 0,1\mu\text{m}$  d'un échantillon à l'autre.

Il est vrai qu'au niveau de la recherche en laboratoire l'erreur de 5% reste acceptable pour mettre au point la technologie de réalisation.

Néanmoins, il peut être possible de minimiser cette erreur et d'avoir une plus grande reproductibilité dans les épaisseurs d'une solution à l'autre. Pour cela, un mélange polymère/solvant peut être préparé en grand volume, et par la suite, réparti dans des flacons étanches. Ceci permettra probablement de minimiser les aléas des mesures de poids ou de volumes, ou bien l'évaporation de solvant d'un dépôt à l'autre. Ainsi, chaque solution contenue dans un flacon n'est alors utilisée que pour un seul dépôt.

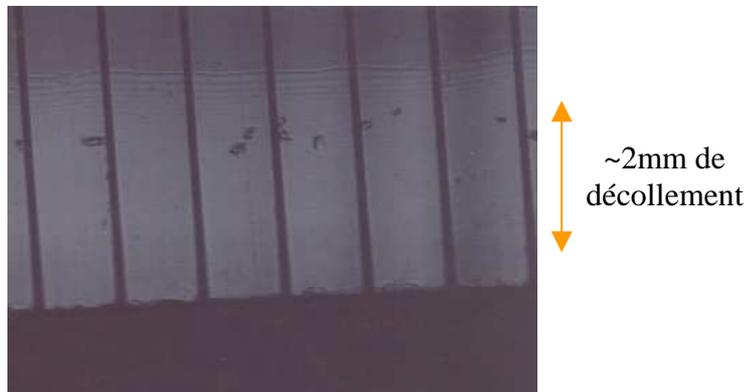
Une fois l'homogénéité et la reproductibilité des dépôts obtenue, l'étape suivante est la réalisation des motifs désirés qui passe inévitablement dans notre cas par la photolithographie. Notons que l'homogénéisation des dépôts et notamment l'atténuation de l'effet de bord permettra par la suite d'avoir un meilleur plaquage du masque sur la résine pendant l'insolation de la résine photosensible en photolithographie. L'amélioration du plaquage permet d'améliorer sensiblement la résolution de cette dernière (ceci sera détaillé dans le paragraphe 8 page 114).

Avant la présentation de l'étape de photolithographie, une petite parenthèse sera faite sur l'adhérence des dépôts de polymères sur les substrats car des problèmes de décollement étaient constatés au début de notre étude.

## 5. Adhérence polymères substrats

Une fois les couches de polymères déposées sur le substrat, elles doivent être suffisamment adhérentes pour permettre par la suite de scier ou de cliver l'échantillon sans se décoller.

Or, au départ de notre étude, plusieurs essais de sciage ont été entrepris sur les premiers échantillons sans succès car pendant cette opération, la lame devait être en permanence refroidie à l'eau favorisant le décollement des couches de polymères. Par la suite seul le clivage des échantillons a été utilisé mais des décollements bien plus faibles existaient toujours. Ainsi, tous les dépôts de polymères effectués sur silicium ou sur verre montraient des problèmes de décollement après clivage ou sciage. Les endroits plus clairs en bas de la photo de la Figure II.11, représente un décollement pouvant aller jusqu'à 2mm par endroit.



*Figure II.11 : Photo au microscope optique représentant le décollement des guides PMMA en bord d'échantillon.*

Après avoir observé ces phénomènes de décollement qui rendaient impossible la caractérisation et l'exploitation ultérieure des guides, une méthode a été mise au point pour l'évaluation de l'adhérence de films de polymères sur substrat (verre, silice et silicium). Le but de cette étude est de connaître l'évolution de l'adhérence en fonction des traitements de surface effectués et voir si une valeur optimale pour l'adhérence peut être trouvée afin de passer l'étape du sciage ou du clivage.

Au départ, cette étude a permis d'évaluer avec un appareil de traction miniaturisé les propriétés d'adhérence d'un certain nombre de couples polymères/substrats en fonction des traitements de surface préliminaires effectués. Pour cette méthode, un piston est collé sur la couche mince (Figure II.12a), puis l'envoi d'air comprimé sous les valves permet d'exercer une poussée sur le plateau de réaction emportant par la même occasion le piston. Lorsque l'arrachement de la couche mince a lieu, une valeur de force est enregistrée par la machine. Notons que la bague en polyéthylène (Figure II.12b) qui en principe doit servir à éliminer l'excès de colle, a été très vite supprimée car elle restait collée au montage : il était très difficile de la détacher de la couche sans dégrader cette dernière une fois la colle solidifiée et ce avant de réaliser l'essai de traction. Suite à la suppression de cette bague, un bourrelet de colle apparaît.

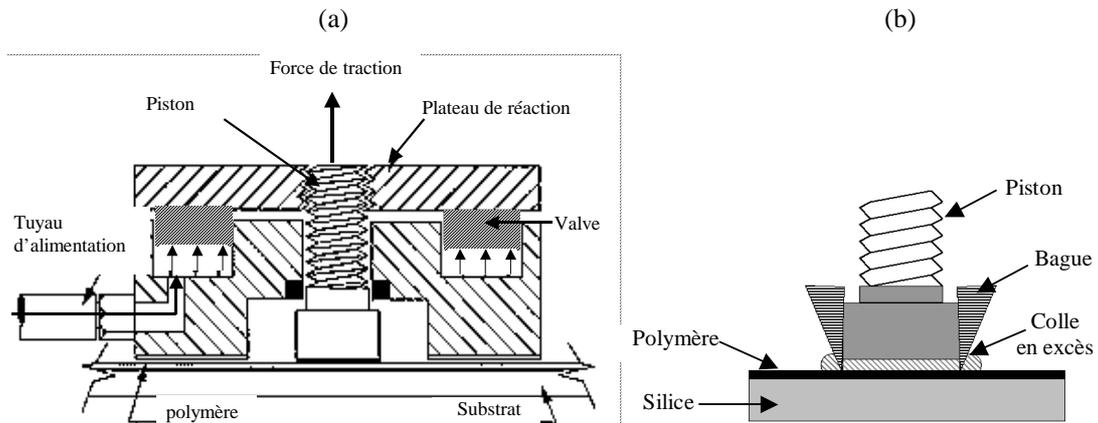


Figure II.12 : A gauche, coupe du corps de tête attaché au piston collé au polymère. A droite, représentation du système de collage du piston avec la bague.

Dans ces premières mesures, des erreurs systématiques (dues par exemple au bourrelet de colle ou au glissement du piston sur le film) menaient à des résultats très dispersés. Afin de mettre en évidence cette dispersion, le pourcentage de l'écart type par rapport à la moyenne a été calculé et ce paramètre était supérieur à 10% pour toutes les séries de mesures réalisées. La Figure II.13 montre le nombre de séries de mesures en fonction de ce pourcentage ; [0%, 5%], [5%, 10%]...

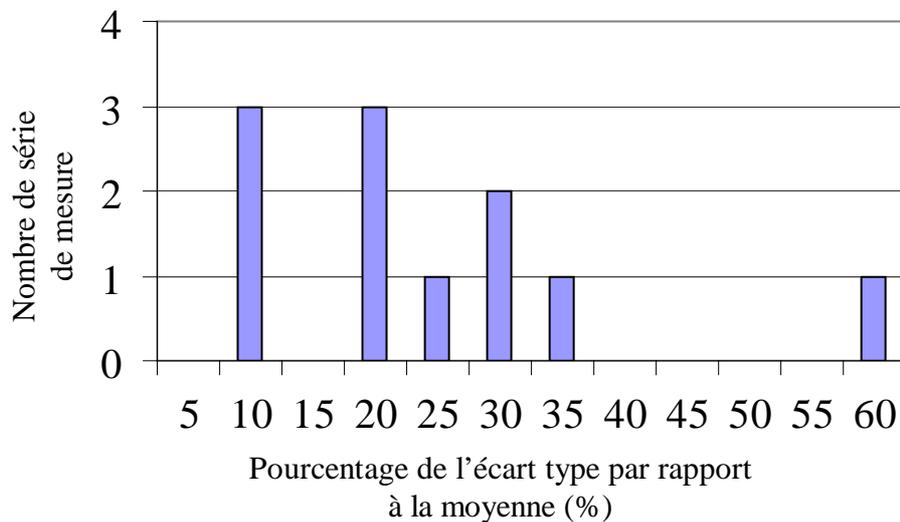


Figure II.13 : Répartition des différentes séries de mesure effectuées en fonction de la valeur en % de l'écart type d'une série par rapport à la moyenne de cette même série.

C'est pourquoi, il a fallu mettre au point un protocole assez délicat pour mesurer véritablement et exclusivement la force d'adhérence (en s'affranchissant d'autres effets) pour des échantillons de configurations voisines de l'application ultérieure. Ces mesures d'adhérence demeurent cependant très délicates.

Il est à préciser que cette étude a fait partie intégrante de ce travail de thèse. Toutefois, afin d'alléger sensiblement ce chapitre, le choix de la méthode ainsi que les différentes modifications apportées afin d'améliorer la précision sur les mesures sont présentés en annexe II.4. Les étapes les plus marquantes sont néanmoins résumées ci-après.

Le but de l'étude qui suit est d'essayer de minimiser, dans la limite des moyens disponibles, les sources d'erreurs. Tout d'abord, l'existence d'un bourrelet de colle et la non maîtrise de sa taille constituent une première source d'erreurs. Ensuite, le principe de fonctionnement de la machine de traction miniaturisée précédente à l'aide de laquelle les premiers essais ont été réalisés est basé sur un arrachement brutal des couches. En effet, pour procéder à l'essai de traction, de l'air comprimé ( $\sim 7\text{bar}$ ) est envoyé brusquement sous les valves (Figure II.12) et il devient ainsi très difficile d'avoir une maîtrise sur la vitesse de traction. De plus, il était impossible de connaître l'allure de la déformation lors des essais de traction pour savoir si des anomalies ont pu avoir lieu ; la couche mince et la colle sont tous deux des polymères avec des propriétés mécaniques équivalentes et il est légitime de penser que la déformation de la couche mince ne soit pas négligeable devant celle de la colle. Enfin, la calibration et les faibles valeurs de forces indiquées par cette machine miniaturisée ont été mis en doute.

C'est pourquoi, de nouveaux montages ont été adaptés pour être intégrés dans une machine de traction, où il devenait possible de contrôler la vitesse de traction et de suivre l'évolution de la force mesurée en fonction de la déformation. Dans ces essais de traction, les polymères sont déposés sur des substrats de verre.

Trois configurations successives de montage ont été réalisées.

Il était nécessaire en premier lieu d'éliminer le bourrelet de colle apparaissant autour du piston. Pour cela, le montage de la Figure II.14 a été réalisé. Les substrats de verre sont des carrés de  $10 \times 10 \text{mm}^2$  et les pistons ont été usinés de manière à avoir la même surface à la base que les substrats de verre.

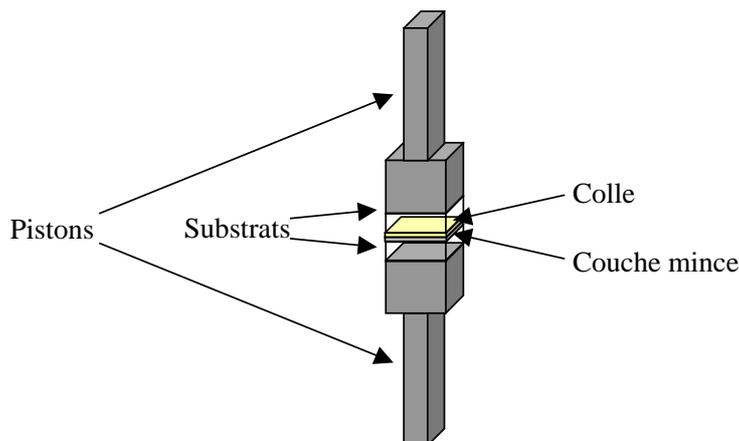


Figure II.14 : Schéma du montage correspondant à la configuration n°1.

Cette première configuration n'a pas permis de minimiser la dispersion dans les mesures car dans certains cas les substrats de verre ont cassé pendant la mesure. Le mauvais alignement entre les pistons inférieur et supérieur a provoqué cette cassure sur certains échantillons. Pour les autres, cette cassure est provoquée par le débordement de la colle créant un pont entre les bords des substrats de verre.

Dans la deuxième configuration, le polymère est toujours déposé sur un substrat de verre mais de dimensions plus grandes ( $15 \times 15 \text{ mm}^2$ ). De la même manière qu'auparavant, un recuit est opéré ( $150^\circ\text{C}/15\text{minutes}$ ). Puis, une goutte de colle est déposée sur le polymère et un autre substrat de verre ( $15 \times 15 \text{ mm}^2$ ) est placé dessus; le tout étant aligné à l'aide d'un montage d'alignement (Figure II.15a).

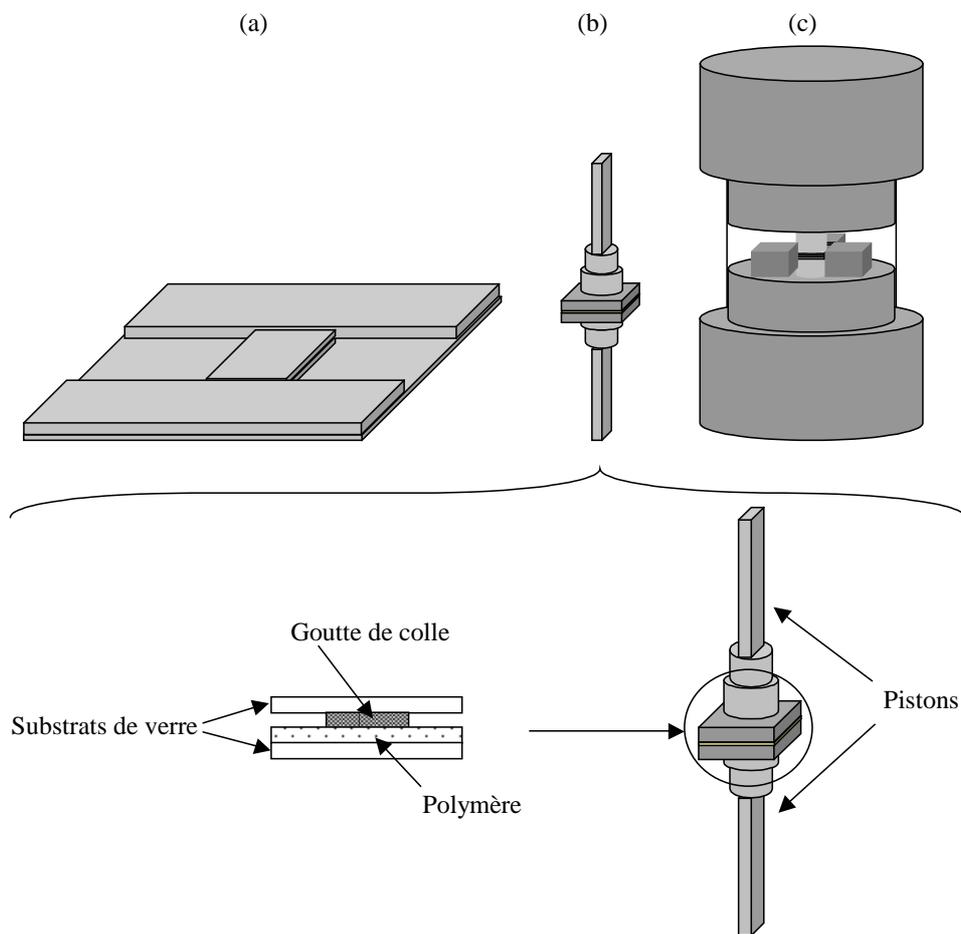


Figure II.15 : Schéma du montage utilisé pour les essais d'adhérence (configuration n°2).

Une autre amélioration a été aussi apportée au montage de traction ; s'apercevant que certains échantillons s'arrachaient au moment de leur encastrement dans les mors de la machine de traction, il était nécessaire de concevoir un montage plus souple permettant de garder hors pression l'ensemble (piston+substrat) avant le début de l'essai de traction. Pour cela, le montage de la Figure II.16 a été imaginé.

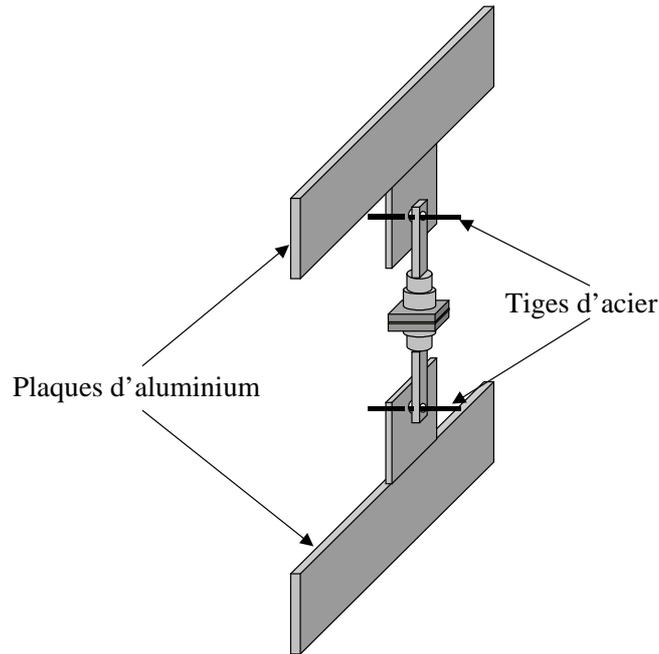


Figure II.16 : Schéma des accessoires de maintien de l'échantillon à la machine de traction.

Le montage permet de positionner au mieux les plaques d'aluminium dans les mors, puis les pistons sont accrochés à ces plaques à l'aide de tiges d'acier laissant la possibilité aux pistons de se positionner d'une manière verticale sans précontrainte.

Les derniers résultats obtenus sont donnés dans le Tableau II.7, ils concernent une couche de PMMA déposée sur un substrat de verre (épaisseur  $\sim 2,5\mu\text{m}$ ).

Echantillons n°	Contraintes (MPa)
1	5,8
2	5,9
3	5,7
4	6,2
5	4,1

Tableau II.7 : Contraintes obtenues sur les échantillons de PMMA avec la nouvelle configuration n°2

Avec l'élimination de la dernière valeur qui semble aberrante comparée aux quatre autres, la moyenne des contraintes est d'environ 5,9MPa avec un écart type d'environ 0,2MPa. Cette dernière valeur devient alors acceptable. Ainsi, les erreurs entrant en jeu semblent n'être qu'accidentelles (dépôts des couches, préparation de l'échantillon par un opérateur humain, installation de l'échantillon dans la machine de traction,...).

Notons toutefois que dans cette configuration, les contraintes mesurées regroupent celles issues des forces d'adhérence du polymère sur le substrat mais aussi des forces de cisaillement du polymère.

C'est pourquoi une dernière configuration de montage a été mise au point pour mesurer en principe seulement la force d'adhérence du polymère sur le substrat. Malheureusement, par manque de temps, aucune mesure quantitative n'a pu être réalisée.

Aussi, par la suite, une étude statistique sera mieux adaptée. Cette dernière réalisée sur un nombre suffisant d'échantillon permettra de connaître les essais aberrants et d'estimer plus précisément les contraintes.

Il est tout de même possible d'affirmer que l'adhérence du PMMA sur verre, semble être suffisamment élevée pour ne plus avoir les phénomènes de décollement constatés au départ de l'étude ; cette remarque est aussi valable pour tous les polymères et substrats utilisés. Cette amélioration de l'adhérence a été constatée suite aux différentes optimisations effectuée pendant la réalisation des fonctions optiques notamment les recuits et ce sans traitement de surface du silicium au préalable.

Pour finir, ces nouvelles configurations imaginées ici permettront par la suite de tester des polymères moins adhérents aux substrats. Cette méthode permettra aussi de tester l'adhérence d'autres couches de matériaux (organiques-inorganiques) entre elles.

## **6. La photolithographie**

La photolithographie est l'étape cruciale pour la réalisation des motifs désirés. Elle permet un transfert de masque dans une résine photosensible à partir d'un masque en verre ou en quartz dont les motifs sont en chrome généralement ou à base de chrome. Il existe une très grande variété de techniques permettant un transfert de masque ou une écriture directe ; présentation faite en chapitre I.

Dans le cadre de cette étude, la photolithographie standard est utilisée. D'une part cette dernière est la seule disponible au laboratoire. D'autre part, cette technique s'avère suffisante pour des motifs dont au moins une des dimensions est au minimum de l'ordre du micromètre. Par ailleurs, l'étude de la photolithographie standard adaptée aux matériaux polymères a permis, après optimisation de différents paramètres de repousser la limite courante pour la résolution (1 $\mu$ m) issus des technologies des semi-conducteurs. Dans le cadre de cette étude, la photolithographie est composée de trois principales sous étapes :

- Dépôt de la résine à la tournette
- Insolation de la résine à travers un masque ( $\lambda=365\text{nm}$  dans ce cas)
- Développement de la résine : gravure humide

## 6.1 Dépôt de la résine

Les résines utilisées dans cette étude sont les SPR700-1.2 et SPR 700-0.8. La première citée a été employée pour mettre au point l'étape de photolithographie. Le polymère étant toujours le PMMA. Très rapidement, le problème de dissolution de la couche de PMMA par le solvant de résine est apparu. Ce solvant est le lactate d'éthyle. Avec un paramètre de solubilité de  $20,5 \text{ (MPa)}^{1/2}$  et des liaisons hydrogènes moyennes, ce dernier est un bon solvant pour le PMMA.

Afin de palier à ce problème, une fine couche d'or est déposée sur le PMMA avant le dépôt de la résine. De ce fait, la dissolution du PMMA par le solvant de la SPR700 est rendue impossible. De plus, cette fine couche inorganique s'avèrera indispensable pour servir de couche de masquage pendant la gravure du polymère. Ce dernier point sera détaillé dans le paragraphe 8.2. Toutefois, un nouveau désagrément est engendré par cette couche intermédiaire. Ceci est présenté dans le paragraphe qui suit.

## 6.2 Problème lié à la couche barrière d'or

A ce stade de la réalisation, quatre couches de matériaux sont déposées (gaine inférieure, couche de cœur, couche d'or et couche de résine photosensible) comme le montre la Figure II.17.

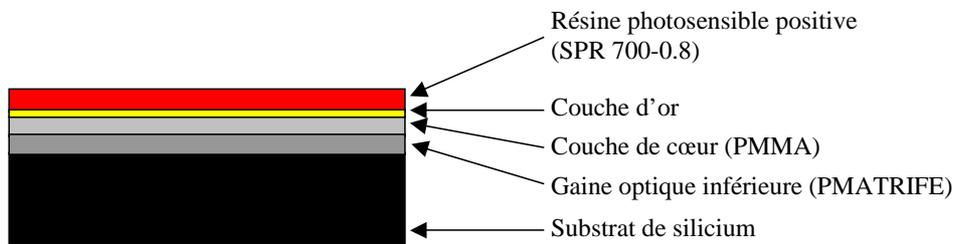


Figure II.17 : Représentation schématique des différentes couches déposées avant l'étape de photolithographie

Une fois le dépôt de la résine photosensible effectué, cette dernière doit subir des étapes de recuit, d'insolation et de développement afin reproduire les motifs désirés dans la résine à partir d'un masque. Les différentes étapes recommandées par les fournisseurs pour la résine SPR 700-0.8 sont détaillées dans la Figure II.18.

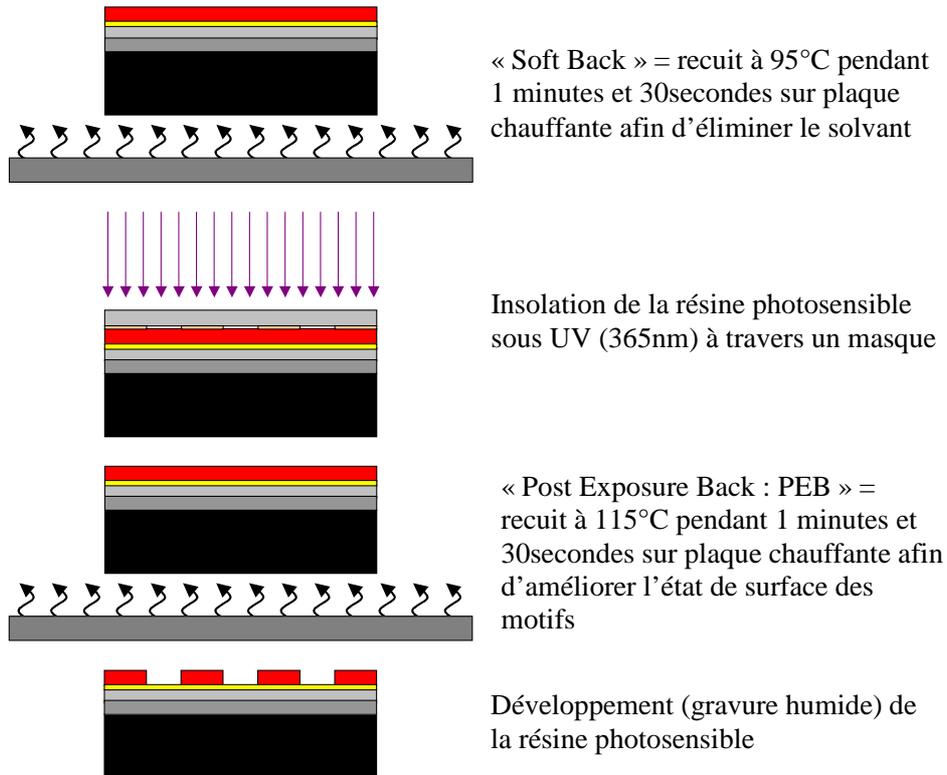


Figure II.18 : Représentation schématique des étapes nécessaires pour la réalisation de motifs avec la résine photosensible (SPR 700-0.8) préconisées par les fournisseurs.

Dans notre cas, l'insolation et le développement, une fois optimisés, ne posent aucun problème par la suite. Par contre, les recuits notamment à 115°C font apparaître des défauts à la surface de la couche d'or déposée sur le polymère (Figure II.19).

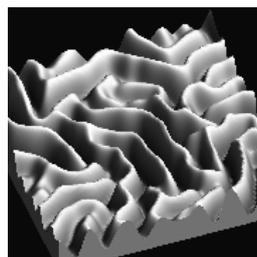


Figure II.19 : Photo AFM des rides apparaissant à la surface de la bicouche PMMA/Or après recuit à 115°C.

Ces défauts sous forme de rides engendrent une rugosité de surface suffisamment élevée pour entraîner par la suite des pertes optiques par diffusion de la lumière. Concernant une couche de PMMA (~2,5µm) sur laquelle était déposée une fine couche d'or (quelques nm) et subissant un recuit à 115°C pendant 1min30sec, la rugosité RMS mesurée est

## CHAPITRE II. Technologie de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères

d'environ 80nm. Notons que ces rides sont appelées parfois aspect « peau d'orange », « worms aspect » ou aspect « ver ».

Afin d'éliminer ces rides l'idée première est de trouver des résines commerciales ne nécessitant pas de recuit à si haute température. Dans les faits, la température devait être inférieure à 85°C par mesure de sécurité car lors des premiers essais ces rides apparaissaient sur les couches PMMA/or vers 89°C.

Un résumé de différentes résines est montré en Tableau II.8

Résine photosensible	Recuit de séchage (prebake)	Recuit après insolation (Post Exposure Bake: PEB)
OiR 620-7i	90°C/60s	115°C/60s
Ultra-i 123	90°C/90s	120°C/90s
OiR 897-12i	90°C/60s	120°C/90s
SPR 700-1.2	90°C/60s	115°C/60
SPR 955CM-0.9	90°C/90s	120°C/90s
SPR 955CM-2.1	90°C/90s	120°C/90s
SPR 220-3.0	115°C/60s	115°C/90s
SPR 220-7.0	115°C/60s	115°C/90s
AZ P4903	115°C/60s	Attendre 45min
S1805	90°C-115°C/45s	115°C/60s
S1813	90°C-115°C/60s	115°C/60s
S1818	90°C-115°C/60s	115°C/60s
S1827	90°C-115°C/90s	115°C/60s
STR 1045	90°C/90s	-
STR 1075	90°C/180s	-

Tableau II.8 : Résumé de différentes résines commerciales ainsi que les temps et températures de recuits préconisés.

La plupart des résines photosensibles commerciales trouvées ont au moins une étape de recuit à une température minimale de 90°C.

Afin d'étudier plus précisément ce phénomène d'apparition des rides et pour l'éliminer, une étude thermomécanique a été effectuée en premier lieu sur le PMMA (ce dernier servant de matériau de mise au point des procédés de réalisation et de caractérisation). L'étude qui suit a permis d'améliorer les propriétés thermomécaniques du PMMA, ce qui servira pour résoudre le problème des défauts (rides) comme cela sera exposé par la suite.

## 7. Etude thermique

D'une manière générale, toutes les propriétés physico-chimiques d'un matériau évoluent en fonction de la température. Toutefois, selon la structure (cristalline ou amorphe) ou selon la composition chimique (minéral ou organique), cette évolution a lieu plus ou moins

rapidement et parfois brutalement. La structure de la plupart des matériaux est sensible aux changements de température. Toutefois, au lieu d'avoir des températures d'accélération des cinétiques des réactions relativement élevées ( $>400^{\circ}\text{C}$ ) comme pour la majorité des minéraux, les matériaux polymères sont sensibles à des transformations à plus basses températures (généralement inférieure à  $200^{\circ}\text{C}$ ) parfois même aux alentours de la température ambiante.

De plus, les polymères amorphes possèdent des coefficients de dilatation thermique de l'ordre de  $100.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  tandis que pour la plupart des métaux et autres minéraux il est de l'ordre de  $1.10^{-6}$  à  $30.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Par exemple, le coefficient de dilatation thermique du PMMA est de l'ordre de  $70.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  et devient égal à environ  $120.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  après la transition vitreuse tandis que celui de l'or est d'environ  $14.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  à l'état solide.

Ces différences dans les évolutions des propriétés thermomécaniques entre une couche de polymère et une couche non organique comme l'or font apparaître les défauts signalés précédemment. Le paragraphe qui suit sera consacré à l'étude thermomécanique du polymère (PMMA) seul sans la couche d'or. Ceci a permis d'étudier l'évolution de ses propriétés en fonction du traitement (thermique, de pression,...) subi par le polymère.

Seules les propriétés thermomécaniques intéressent cette étude. Le caractère thermo-optique par exemple, peut être utile dans le cadre d'une autre étude mais ne sera pas un facteur important dans un premier temps.

D'une manière générale, lors de l'augmentation de la température, un matériau peut subir un changement d'état autrement dit avoir une transition ou une transformation. Sur le plan thermodynamique, il est possible de distinguer deux transformations principales selon la nomenclature dite d'Ehrenfest. La distinction se fait selon la continuité des dérivées premières et secondes de l'énergie libre associées à la transition. Dans le cas d'une discontinuité de la dérivée première (l'entropie, l'enthalpie ou la densité), les transitions sont du premier ordre ; cas des transitions solide/liquide/gaz. Si la discontinuité intervient seulement à partir de la dérivée seconde (la compressibilité isotherme, le coefficient d'expansion ou encore la susceptibilité magnétique), on parle de transition du second ordre dans le sens d'Ehrenfest. De nos jours une autre classification existe et prend en compte l'existence ou non d'une chaleur latente. Si cette dernière peut être associée à la transition alors la transformation est du premier ordre sinon du second. La chaleur latente étant l'énergie nécessaire pour faire passer la matière d'une phase à une autre.

Les matériaux amorphes possèdent une propriété caractéristique : la transition vitreuse. Cette transition est très proche de la transformation du second ordre selon la nomenclature d'Ehrenfest. Toutefois, à présent, de nombreux auteurs se sont accordés à dire que cette transition n'est pas thermodynamique à proprement dite mais un procédé contrôlé par la cinétique. Certaines études ont pu mettre en évidence le déplacement de la température de transition vitreuse  $T_g$  par la simple modulation de la vitesse de refroidissement d'un polymère. En effet, la  $T_g$  diminue avec l'abaissement de la vitesse de descente en température.

La transition vitreuse est parfois appelée transition  $\alpha$ . D'autres transitions dites secondaires existent et sont nommées parfois  $\beta$ ,  $\delta$  ... et peuvent avoir lieu au-dessus ou en dessous de la température de transition vitreuse.

Plusieurs propositions de corrélation entre la structure chimique du polymère et sa température de transition vitreuse ont été avancées. Ces méthodes sont basées sur le fait que les groupes structuraux dans une unité monomère participent de manières additives à la  $T_g$  sans tenir compte de la nature du groupe adjacent (équation II. 6).

$$T_g \sum_i s_i = \sum_i s_i T_{gi} \quad \text{II. 5} \quad \Rightarrow \quad T_g = \frac{\sum_i s_i T_{gi}}{\sum_i s_i} \quad \text{II. 6}$$

$T_{gi}$  étant la contribution spécifique à  $T_g$  d'un groupe structural donné et  $s_i$  un facteur poids attribué à ce même groupe.

Une autre formule de calcul de la température de transition vitreuse a été présentée par Marcinčin et Romanov (1975), elle introduit la notion d'énergie de cohésion :

$$T_g = \frac{V}{V_s} 10^{k E_{coh} / \rho V_s} \quad \text{II. 7}$$

avec  $V$  : volume molaire d'une unité polymère

$k$  : constante

$E_{coh}$  : Energie de cohésion

$\rho$  : densité

$V_s$  : paramètre avec des propriétés additives

Toutefois, l'utilisation de cette dernière est limitée à quelques polymères.

Enfin, les travaux de Van Krevelen et Hoftyser [115] ont révélé l'existence d'une fonction additive  $Y_g = \sum_i Y_{gi} = T_g \cdot M$  (II. 8) appelée la fonction de transition vitreuse molaire.

De cette manière  $T_g = \frac{\sum_i Y_{gi}}{M}$  (II. 9) avec des valeurs de  $Y_{gi}$  données dans la littérature (en  $\text{K.g.mol}^{-1}$ ) et représentent les groupes structuraux non indépendamment de leurs voisins.

Cette approche permet de prédire les températures de transitions vitreuses de beaucoup de polymères.

Dans le cas du PMMA, les valeurs de  $Y_g$  et de  $M$  sont respectivement  $37,8.10^3 \text{ K.g.mol}^{-1}$  et  $100,1 \text{ g.mol}^{-1}$ . Au final, la  $T_g$  calculée est de 378 K soit environ  $105^\circ\text{C}$ . Cette valeur est souvent donnée pour le PMMA commercial qui possède une grande partie atactique. En effet, la  $T_g$  du PMMA est très dépendante de sa tacticité comme le montre le Tableau II.9.

T <sub>g</sub> (°C)	Pourcentage d'isotactique (%)	Pourcentage d'atactique (%)	Pourcentage de syndiotactique (%)
41,5	95	5	-
54,3	73	16	11
61,6	62	20	18
104,0	6	37	56
114,0	10	31	59
120,0	10	20	70
125,6	9	36	64

Tableau II.9 : Evolution de la température de transition vitreuse du PMMA en fonction de sa tacticité [116].

Les calculs fait par Van Krevelen démontrent que beaucoup de valeurs obtenues sont peu éloignées des valeurs expérimentales. Toutefois, des écarts existent pour certains polymères et sont de l'ordre de quelques dizaines de degrés. Cette formule devient alors insuffisante et implique l'existence d'autres paramètres influençant la T<sub>g</sub> :

La pression p :  $T_g(p) = T_g(0) + s_g \cdot p$  II. 10

Equation de Zoller avec  $s_g$  une constante.

La masse moléculaire  $\bar{M}_n$  :  $T_g = T_g(\infty) - \frac{A}{\bar{M}_n}$  II. 11

avec  $T_g(\infty)$  la valeur de  $T_g$  pour des masses molaires très élevées et A une constante.

La tacticité:  $T_g(\text{syndiotatic}) - T_g(\text{isotactic})$  II. 12

$\approx 112^\circ$  pour la série des polyalkylméthacrylates et sur les bases de la théorie de Gibbs-Di Marzio (1958) sur la transition vitreuse.

La réticulation :

$$\left. \begin{aligned} T_{g,crl} - T_{g,0} &= \frac{3,9 \cdot 10^4}{\bar{M}_{crl}} \\ T_{g,crl} - T_{g,0} &= \frac{788}{\bar{n}_{crl}} \end{aligned} \right\} \text{II. 13, II. 14}$$

formules empiriques mentionnées par Nielson (1969)

$$T_{g,crl} - T_{g,0} = 1,2 \cdot T_{g,0} \cdot \frac{x_{crl}}{1 - x_{crl}}$$
 II. 15

formule théorique de DiBenedetto

Avec l'indice «<sub>cr1</sub>» correspond à la réticulation (crosslink).

$\overline{M}_{cr1}$  : la masse moyenne des segments de polymère entre deux jonctions réticulées.

$\overline{n}_{cr1}$  : le nombre moyen d'atomes dans la chaîne carboné entre deux réticulations.

Pour des degrés de réticulation bas et modéré, ces formules donnent des résultats fiables.

Ainsi, la Tg peut être augmentée, dans certains cas avec la pression ou bien le taux de réticulation du polymère : plus les ponts de réticulations sont courts et nombreux plus la Tg est élevée. Toutefois, dans la plupart des cas, la réticulation des polymères est accompagnée d'une structuration de ce dernier favorisant la biréfringence. Les impuretés ou bien la masse moléculaire peuvent aussi influencer la Tg. En général, la Tg est indépendante de la masse moléculaire au-dessus d'une masse critique relativement faible ;  $\sim 30000\text{g.mol}^{-1}$  pour le PMMA [115].

Nonobstant la possibilité de prédiction de certaines grandeurs physiques ou chimiques, la diversité dans les structures et les masses moléculaires des polymères imposent la réalisation de caractérisations physiques permettant de mieux définir le matériau à l'étude.

Dans ce qui suit, l'analyse enthalpique différentielle\* (dans notre cas la DSC), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et principalement l'analyse thermomécanique (ATM) sont concernées. Cette dernière s'est révélée particulièrement intéressante pour mettre en avant le comportement du PMMA utilisé pour notre étude en fonction notamment des conditions de recuit.

## 7.1 Les méthodes de caractérisations utilisées

L'analyse enthalpique différentielle, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse thermomécanique (ATM) sont présentés très succinctement en premier lieu. Par la suite, l'ATM sera principalement utilisée.

### 7.1.1 L'analyse enthalpique différentielle

Dans beaucoup de cas, un matériau subissant une transformation due à une réaction chimique ou à un changement d'état physique tend à absorber ou à dégager de la chaleur. On parle alors de transformations endothermiques ou exothermiques respectivement. Avec

---

\* Il existe trois différents types de systèmes d'analyse de l'enthalpie de manière différentielle : La DTA (Differential Thermal Analysis) classique, la DTA de Boersma et la DSC (Differential Scanning Calorimetry). En français, Differential Thermal Analysis = Analyse Thermique Différentielle et Differential Scanning Calorimetry = calorimétrie différentielle à balayage.

l'augmentation de la température, les calorimètres différentiels à balayage mesurent la différence du flux de chaleur nécessaire pour permettre de maintenir l'échantillon à mesurer et le témoin à la même température.

### 7.1.2 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

Cette analyse permet la mesure de la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est exposé à un régime de température. Cette méthode n'a pas été développée pour la mesure de masse absolue. Tandis que dans le passé, les balances utilisées du type Peson McBain était des dispositifs à ressort de nos jours, la plupart des balances commercialisées sont basées sur un mécanisme à fléau ou à parallélogrammes fonctionnant à partir d'une méthode de zéro (la position de la partie mobile est asservie et la force nécessaire sera l'image de la masse mesurée).

### 7.1.3 Analyse Thermomécanique (ATM)

L'Analyse thermomécanique (ou ThermoMechanical Analysis TMA) permet la mesure des variations de propriétés dimensionnelles d'un échantillon lorsqu'il est exposé à un régime de température. Les déformations de l'échantillon sont mesurées par l'intermédiaire d'une sonde. Il existe plusieurs sondes de mesure comme le montre la Figure II.20.

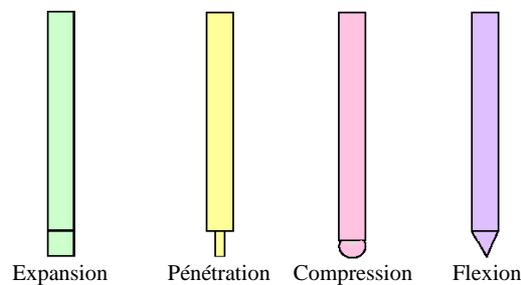


Figure II.20 : Différentes sondes de mesure utilisée en ATM.

Une étude thermomécanique relativement complète peut être effectuée en utilisant les sondes successivement. Dans le cadre de l'étude de la transition vitreuse des polymères amorphes, la sonde de pénétration est la mieux adaptée selon PERKIN ELMER.

Etant donné le caractère cinétique de la transition vitreuse, cette dernière est très difficilement détectable pour certains matériaux comme le PMMA par la DSC qui reste le moyen le plus largement utilisé pour les caractérisations thermiques. L'ATM est très sensible aux changements structuraux comme la transition vitreuse ou la réticulation induisant des changements dimensionnels et spatiaux de manière macroscopique. C'est pourquoi, cette méthode a été principalement sélectionnée pour les caractérisations thermiques ou thermomécaniques des matériaux utilisés.

Le but de cette étude est de suivre l'évolution de la transition vitreuse d'une part, et, de pouvoir faire un parallèle avec l'apparition des rides en surface des bicouches polymère/or d'autre part.

## 7.2 Diverses études menées sur la Tg dans la littérature.

Depuis plusieurs années, l'évolution de la température de transition vitreuse Tg des polymères amorphes a été remarquée et reliée à l'histoire thermique que subit le matériau avant la caractérisation et à la méthode de caractérisation [116][78]. Afin d'expliquer le phénomène de transition vitreuse, des paramètres de structure ont été introduits dans certaines théories comme la pression fictive, le volume libre ou la température fictive. Cette dernière est utilisée dans le modèle phénoménologique de Tool-Narayanaswamy-Mohnihan : TNM. Ce modèle semble être très utilisé pour décrire la relaxation structurale des verres. Il est basé sur l'utilisation d'une température « fictive »  $T_f$  appelée aussi température « structurelle ». Cette dernière a été définie comme l'intersection extrapolée de la pré-transition et de la post-transition de l'enthalpie mesurée en DSC (Figure II.21).

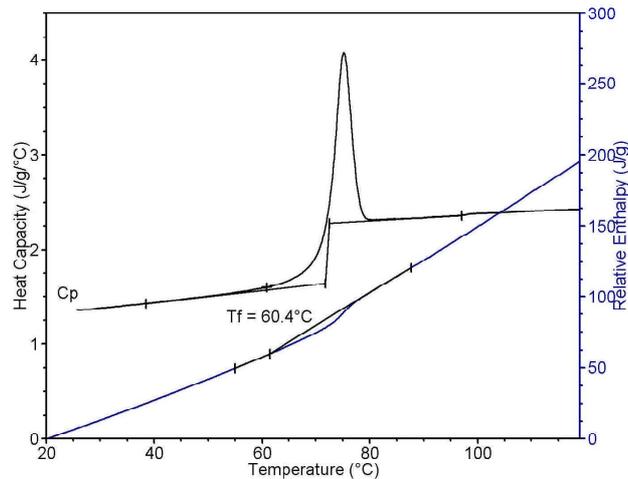


Figure II.21 : Exemple de représentation de la température fictive sur le diagramme d'enthalpie en fonction de la température mesuré en DSC [117].

$T_f$  a l'avantage de ne pas être dépendante de la vitesse de montée en température et permet de donner la valeur de la température de transition vitreuse avec une dépendance seulement à la vitesse de refroidissement. Le modèle TNM est utilisé la plupart du temps avec certaines modifications. Sans entrer dans le détail de ce modèle, ce dernier est basé sur la dépendance des températures fictives et de transition vitreuse au temps de relaxation instantané  $\tau$  qui est généralement exprimé par une loi d'Arrhenius selon :

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E(T_f)}{RT}\right) \quad \text{II. 16}$$

où  $\tau_0$  : est une constante pré-exponentielle.  
R : la constante des gaz parfait.  
E : l'énergie d'activation..

A cette formule s'ajoutent des relations issues de la thermodynamique.

L. Andreozzi et al. [118] ont comparé en 2004, plusieurs modèles de prédiction des phénomènes de relaxation structurale en fonction du temps et de la température de recuit du polymère. Les températures de recuits sont cependant toutes inférieures à Tg. Certains de ces modèles donnent de meilleures prédictions que le TNM en comparaison avec les mesures effectuées en DSC. Toutefois, selon le polymère étudié, la meilleure prédiction n'est pas donnée par le même modèle.

En 1994, I. Avramov et Ts. Vassilev ont par ailleurs avancé une formule pouvant relier l'énergie d'activation du procédé de relaxation structural d'un PMMA ICI\* à la température et ce pour des températures inférieures à Tg (dans le domaine vitreux) :

$$E(T) = 250 - 670 * \left( \frac{386}{T} - 1 \right) \text{ kJ.mol}^{-1} \quad \text{II. 17.}$$

Notons néanmoins que l'histoire thermique n'est pas la seule responsable du déplacement de la température de transition vitreuse. Comme il a été vu précédemment, la structure du polymère, sa masse moléculaire ou bien la pression peuvent aussi affecter la Tg.

Pour conclure, beaucoup d'études et de théories existent sur l'évolution de la Tg en fonction de paramètres extérieurs et sur les phénomènes de relaxations structurales. Néanmoins, ces différentes théories, toujours en cours d'évolution ne peuvent pas être généralisables à beaucoup de polymères.

Dans l'étude qui suit, il n'est nullement question d'apporter des améliorations aux modèles proposés. Connaissant le caractère cinétique de la transition vitreuse, il s'agira donc, par des caractérisations effectuées avec la TMA, de regarder le comportement des polymères et de voir les limites d'évolution de la Tg. Dans cette étude, les mesures effectuées sont dépendantes de la force appliquée pendant la caractérisation ainsi que de la vitesse de montée en température.

### 7.3 Caractérisations thermomécaniques

Les premières caractérisations effectuées avec la DSC n'ont pu mettre distinctement en évidence la transition vitreuse. C'est pourquoi toute l'étude concernant la transition vitreuse sera réalisée à l'aide de l'ATM.

---

\* ICI : Imperial Chemical Industries : groupe chimique anglais, il est un des plus grands producteurs de produits chimiques dans le monde. Les premières lentilles de contact en PMMA étaient fabriquées par ICI.

Pour ce faire, des gouttes de solutions ont été déposées sur des substrats de verre de 7x7mm (Figure II.22) et ont subi des traitements thermiques à différentes températures. Concernant le PMMA, la solution de départ est un mélange PMMA/TCE à 300g.L<sup>-1</sup>. Les échantillons choisis par la suite sont tous équivalents : les épaisseurs des gouttes choisies sont comprises entre 100µm et 120µm).

Afin de minimiser la création de bulles lors de l'évaporation du solvant, les échantillons sont d'abord séchés à 100°C pendant 15 minutes sur plaques chauffantes avant de subir les différents traitements thermiques dans une étuve. Au final, les échantillons sont sortis de l'étuve et ont subi une trempe à l'air avant d'être analysés à l'aide de l'ATM dont une représentation schématique est donnée en Figure II.22.

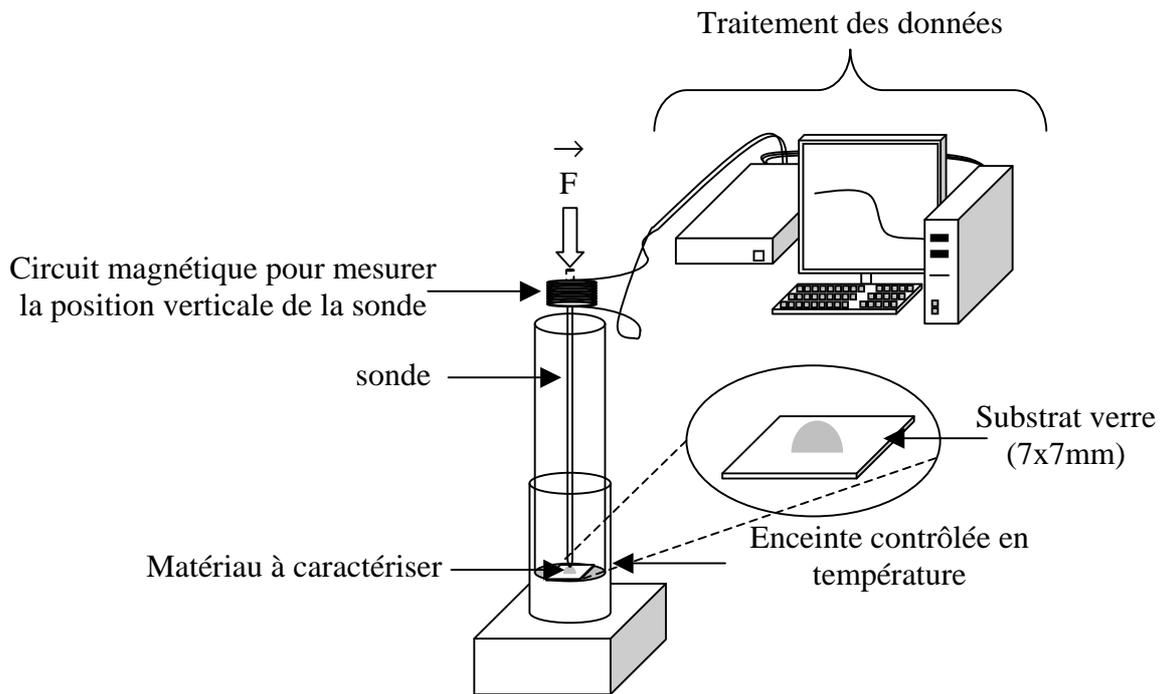


Figure II.22 : Représentation schématique du montage d'analyse thermomécanique (ATM)

Les conditions de caractérisations sont les suivantes :

- Vitesse de montée en température : 5°C.min<sup>-1</sup>.
- Force appliquée sur l'échantillon : 100mN.

Au départ, ces paramètres ont été choisis car ils permettaient d'avoir une température de transition vitreuse au point d'inflexion de la courbe d'ATM (du PMMA recuit à 100°C pendant 15 minutes) proche de la température d'apparition des rides de la bicouche PMMA/or. Pour le PMMA, la T<sub>g</sub> mesurée au point d'inflexion était de 82°C et la température d'apparition des rides était aux alentours de 89°C.

Cette considération s'avèrera erronée par la suite car aucune correspondance rigoureuse n'a pu être clairement définie entre la transition vitreuse du PMMA mesurée en ATM au point d'inflexion et la température d'apparition des rides.

L'étude thermique du PMMA présentée dans les paragraphes suivants est composée tout d'abord, d'une petite partie sur l'évolution de la Tg en fonction du solvant. Puis cette étude est divisée en deux grandes parties :

- Evolution de la Tg en fonction des conditions de recuit.
- Evolution de la déformation du PMMA à température et force constante en ATM (évolution en fonction du temps et non plus de la température de caractérisation). Dans ce dernier cas, la force appliquée est toujours de 100mN mais les conditions de montée en température sont différentes des deux premiers cas et seront présentées dans le paragraphe concerné.

#### Evolution de Tg en fonction du solvant

Cette évolution n'a pas été caractérisée avec l'ATM. Néanmoins, en 1997, S. Bistac et J. Schultz [119] ont étudié la rétention de solvant dans le PMMA dissous dans le chloroforme et dans le toluène ; les échantillons avaient été séchés à température ambiante pendant 48 heures. Dans ces conditions, les Tg sont résumées dans le Tableau II.10.

Solvants	Tg (°C)
Sans	108
Toluène	96
Chloroforme	75

Tableau II.10 : Valeurs des Tg en fonction du solvant utilisé.

Ces mesures avaient été réalisées par spectroscopie diélectrique sur une plage de température allant de  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $135^{\circ}\text{C}$ . Lors du second balayage en température avec les mêmes échantillons, les Tg redeviennent identiques à celles de PMMA seul. L'explication avancée est celle de la rétention de solvant.

Dans notre cas, avec des températures de recuit à  $150^{\circ}\text{C}$ , il n'y aurait plus de trace de solvant.

#### **7.3.1 Evolution de la Tg en fonction des conditions de recuit**

La première étude menée à l'aide de l'ATM concerne les temps et les températures de recuit du PMMA. Cette étude permet d'examiner son comportement thermomécanique en fonction des conditions du traitement thermique et ainsi pouvoir le rendre plus stable à  $115^{\circ}\text{C}$  pour passer l'étape du PEB en photolithographie.

7.3.1.1 Evolution de la Tg en fonction de la température de recuit

Pour commencer, l'évolution de la Tg en fonction de la température de recuit est regardée. Les courbes d'ATM de la Figure II.23 mettent en évidence la forte dépendance du PMMA à la température de recuit.

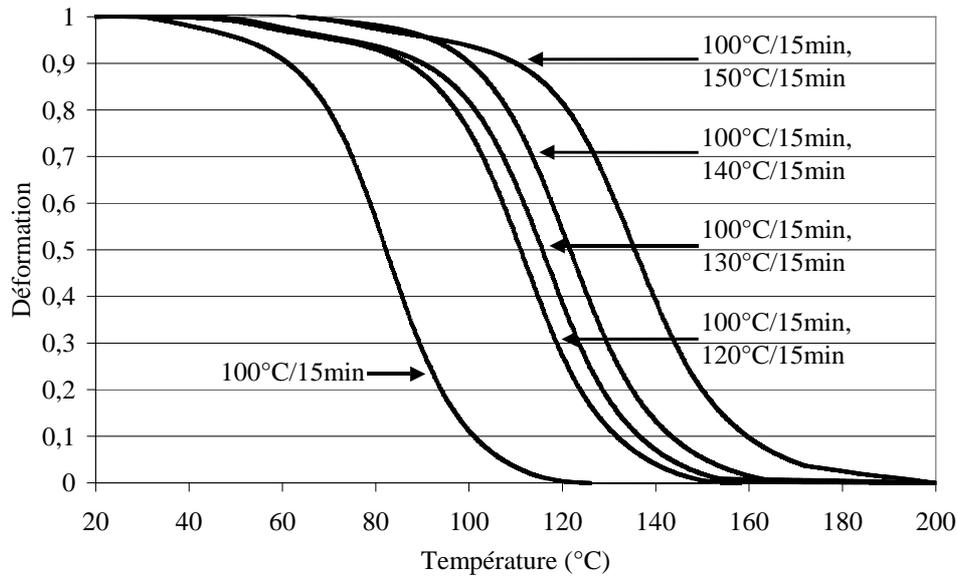


Figure II.23 : Courbes ATM montrant l'évolution de la transition vitreuse en fonction de la température de recuit. Le temps de recuit est de 15 minutes.

Au vu de la Figure II.23, l'on constate un fort déplacement de la transition vitreuse vers les hautes températures et ce au fur et à mesure que la température de recuit augmente.

Malgré cela, dans un premier temps, la température maximale de recuit a été fixée à 150°C dans cette étude pour ne pas dégrader le PMMA. En effet, une étude thermogravimétrique présentée en 2003 par M. Ferriol et al. [120] a permis de voir quatre étapes dans la dégradation du PMMA..

M. Ferriol et al. ont alors étudié deux PMMA de masses moléculaires différentes ( $350000\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$  et  $996000\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ). Les vitesses de montée en température sont de 2, 5, 8 et  $10^\circ\text{K}\cdot\text{min}^{-1}$ . Les courbes thermogravimétriques ainsi obtenues ont été dérivées en fonction de T. Ces dérivées ont été ajustées numériquement (fitting) et la contribution de chaque pic a été calculée. Pour toutes les dérivées quatre pics ont été distingués.

Autour de 150°C : ce premier pic pourrait correspondre à une étape de dégradation initiée par le transfert de radicaux à des fins de chaînes insaturée. Ce mécanisme de dégradation avait été proposé pour la première fois par L. E. Manring [121] en 1989.

Autour de 230°C et 270°C : la dégradation pourrait être le résultat de scissions de liaison C – C de la chaîne qui peut intervenir suivant l'agencement des motifs (tête-à-tête ou tête-à-queue) et des groupements de fin de chaînes.

Entre 350°C et 400°C la dégradation pourrait correspondre à des scissions aléatoires.

La faible perte de masse pour les faibles températures a été vérifiée par une analyse thermogravimétrique (ATG) sur un échantillon de PMMA d'environ 106000 g.mol<sup>-1</sup> utilisé pour cette étude (Figure II.24). La vitesse de montée en température est de 10°C.min<sup>-1</sup>.

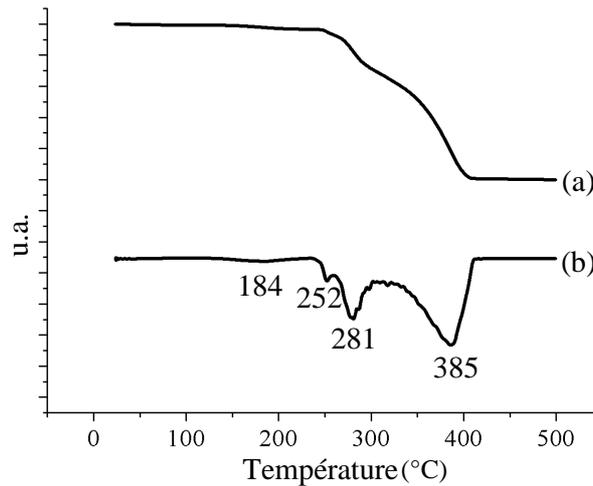


Figure II.24 : Courbe ATG du PMMA réalisées au CCLO avec une vitesse de montée en température de 10°C.min<sup>-1</sup>. (a) Courbes ATG mesurée. (b) sa dérivée.

Au vu de ces résultats et de l'étude menée par M. Ferriol et al., la dégradation du PMMA utilisé pour cette étude commencerait au alentours de 180°C.

Toutefois, dans un premier temps, la température de recuit maximale fixée pour le PMMA est de 150°C afin de rester éloigné de la température de première dégradation énoncée précédemment (180°C). Notons néanmoins que lors d'une mesure ATG, la non-perte de poids ne signifie pas systématiquement qu'il n'y a pas eu de dégradation du polymère.

Afin de vérifier que le recuit à 150°C n'entraîne pas de désagrément sur le plan optique, des mesures ont été effectuées sur l'indice de réfraction du PMMA ayant subi un traitement thermique à 150°C pendant 4 heures. Les valeurs de l'indice (Annexe III.2) révèlent un changement non négligeable de  $2,5 \cdot 10^{-3}$  par rapport à celui d'un PMMA traité à 120°C pendant 15 minutes ; 1,4808 au lieu de 1,4833. L'écart type dans les deux mesures est de 0,0002.

Ce changement dans l'indice de réfraction ne justifie pas l'abandon des recuits à 150°C d'autant que cette variation probablement due à des réarrangements structuraux du PMMA ou à un début de réticulation [122], ne révèle pas l'apparition d'une quelconque biréfringence dans les couches de PMMA traitées à 150°C (Annexe III.2).

7.3.1.2 Evolution de la Tg en fonction du temps de recuit

Une fois la température maximale fixée à 150°C, et étant donnée le caractère cinétique de la transition étudiée, il est naturel d'examiner ensuite l'évolution de la Tg en fonction du temps de recuit à 150°C (Figure II.25). Ces temps s'étalent de 0h à 36heures ; le temps nul correspond à un simple recuit à 100°C pendant 15minutes.

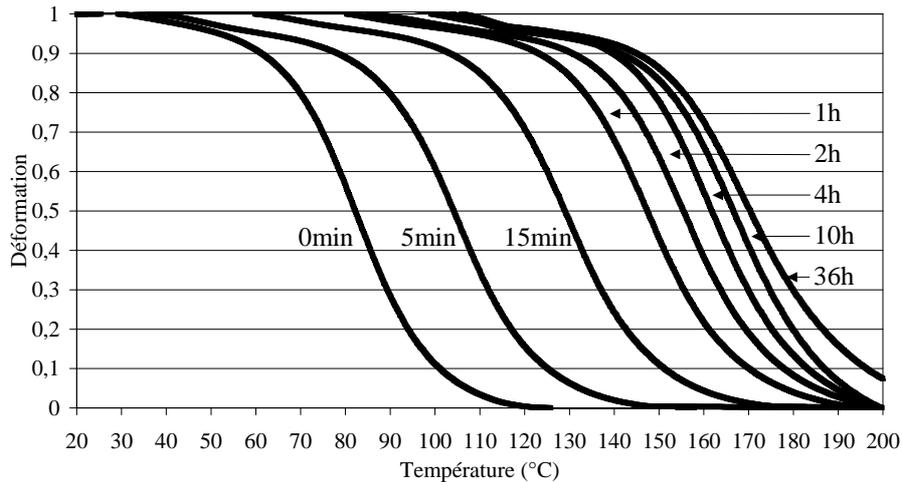


Figure II.25 : Courbes ATM montrant l'évolution de la transition vitreuse en fonction de temps de recuit. La température de recuit est de 150°C.

L'augmentation de la Tg du PMMA en fonction du temps de recuit a été vérifiée. Cette forte évolution dans le comportement thermo-mécanique du PMMA sera une des solutions pour éviter l'apparition de défauts (rides) pendant l'étape du PEB. Ceci sera résumé et complété plus longuement dans le paragraphe « 7.4.Etudes des rides ».

Concernant l'exploitation des courbes ATM, trois points particuliers ont été pris en compte par la suite.

Au départ de la mesure un gonflement de l'échantillon est remarqué (il est de 1 à 3%). Ensuite, le ramollissement du matériau commence. Le premier point particulier correspond à la température où la position de la sonde de l'ATM revient à sa valeur initiale ; il correspond aussi au début de la pénétration de la pointe de la sonde dans le matériau. Afin de le différencier d'une température T quelconque, ce premier point sera appelé Tg<sub>1</sub>, par abus de langage, bien qu'il ne corresponde pas à une valeur de transition à proprement définie.

Le second point est le point « ONSET », généralement choisi pour mesurer la Tg (Figure II.26). Ce point sera appelé Tg<sub>2</sub> par la suite.

Enfin, le dernier point Tg<sub>3</sub> correspond au point d'inflexion au milieu de la courbe et est parfois utilisé pour déterminer la Tg.

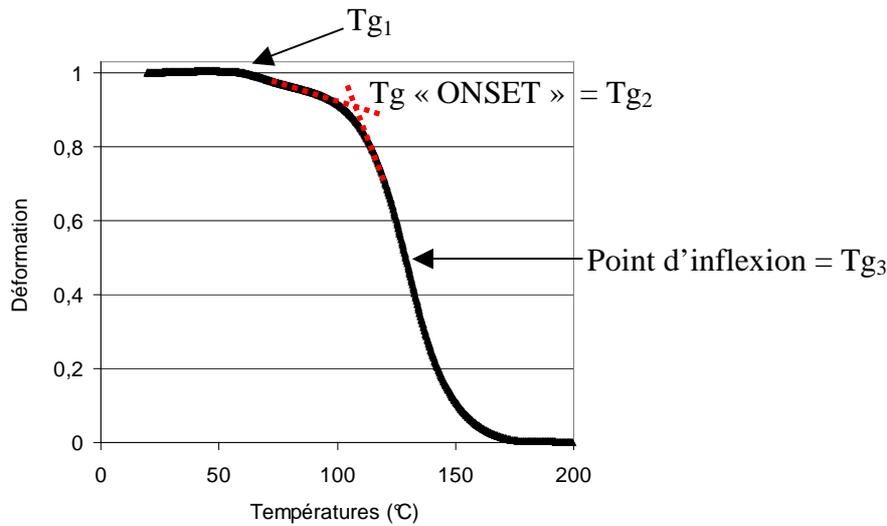


Figure II.26 : Représentation des différents  $Tg_i$ .

Il est aussi possible de distinguer une première transition relativement faible qui se trouve avant la transition vitreuse. Cette dernière correspond à une transition secondaire. Toutefois, dans un premier temps, la valeur du point d'inflexion correspondant à cette transition ne sera pas prise en compte. Cette valeur sera néanmoins encadrée par celle de  $Tg_1$  et  $Tg_2$  par la suite.

Pour tous les points  $Tg_1$ ,  $Tg_2$  et  $Tg_3$ , l'évolution en fonction du temps de recuit est donnée en Figure II.27. Cette évolution est de la forme  $a * (1 - \exp(-(k * t)^d))$  (II. 18). Ces coefficients sont donnés en Tableau II.11 pour chacune des courbes. Les coefficients  $a$ ,  $k$  et  $d$  ont été évalués avec le logiciel OriginPro7.5 et  $t$  est le temps de recuit à 150°C. Le coefficient «  $a$  » correspond à la valeur limite de la température aux différents points de déformation pour un temps de recuit infini. Les valeurs de  $k$  et  $d$  sont très proches dans ce cas et correspondent à la vitesse de convergence des courbes vers la valeur de  $a$ . Les différentes valeurs des erreurs données dans ce tableau sont celles obtenues par le logiciel « OriginPro7.5 ».

Paramètres	Courbe a		Courbe b		Courbe c	
	Valeurs	Erreurs	Valeurs	Erreurs	Valeurs	Erreurs
a	106.741	2.128	145.889	2.429	167.473	4.366
d	0.428	0.030	0.308	0.0029	0.291	0.038
k	0.032	0.004	0.146	0.020	0.222	0.038

Tableau II.11 : Valeurs des différents paramètres  $a$ ,  $d$  et  $k$  pour les courbes de la Figure II.27 dont l'équation est de la forme  $a.(1 - \exp(-(k.t)^d))$ .

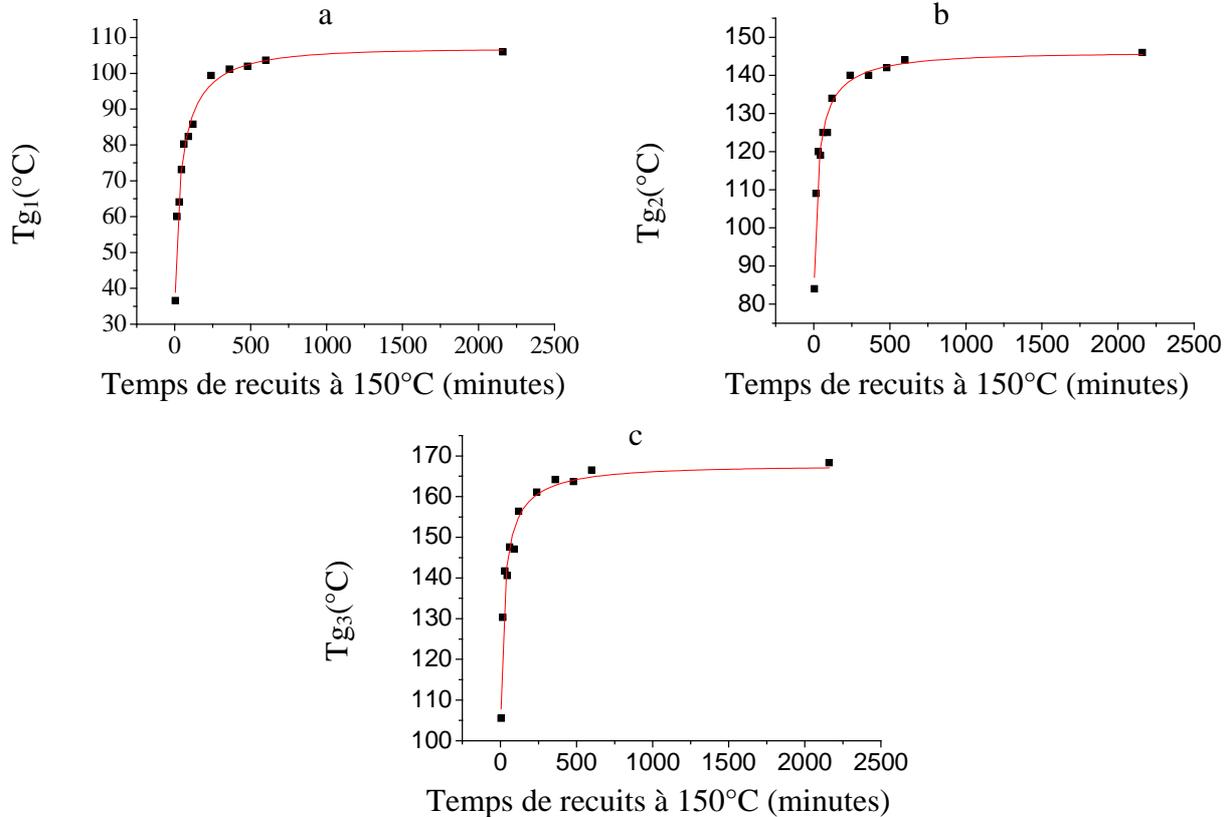


Figure II.27 : Evolution des trois points particuliers ( $T_{g1}$ ,  $T_{g2}$  et  $T_{g3}$ ) en fonction du temps de recuit. a)  $T_{g1}$ , b)  $T_{g2}$  et c)  $T_{g3}$ .

A ce stade de l'étude, il peut être simplement conclu que sous une contrainte de 100mN et une vitesse de montée en température de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , les limites d'évolution des différents points ( $T_{g1}$ ,  $T_{g2}$  et  $T_{g3}$ ) sont respectivement d'environ  $107^{\circ}\text{C}$ ,  $146^{\circ}\text{C}$  et  $167^{\circ}\text{C}$ . l'erreur sur la mesure peut être de quelques degrés d'une série à l'autre si les conditions de recuits, de caractérisation et d'épaisseurs de gouttes ne sont pas strictement identiques. Toutefois, pour une même série de mesure, les écarts ne sont que de  $1^{\circ}\text{C}$  à  $3^{\circ}\text{C}$  pour un échantillon ayant subi le même traitement thermique. Afin d'éviter la dispersion dans les résultats, à chaque étude correspond une série de mesure. Autrement dit, pour l'étude de l'évolution en fonction du temps de recuit, tous les échantillons ont été préparés en même temps et avec la même solution. Ensuite, pour chaque temps de recuit correspond une petite boîte de Pétri dans laquelle se trouvent les échantillons. Toutes ces boîtes sont introduites dans l'étuve en même temps. Seul le temps de recuit les différencie.

Il est à noter que des valeurs absolues pour les températures ne sont pas nécessaires pour cette étude, seules les évolutions en fonction des différents paramètres cités au début de ce paragraphe comptent.

7.3.1.3 Evolution de la Tg en fonction du temps recuit à 200°C

Bien qu'ayant conscience des températures de dégradation ou de réticulation du PMMA, une étude relativement tardive a été néanmoins réalisée en TMA sur l'évolution de la transition vitreuse du PMMA en fonction du temps de recuit à 200°C. Les résultats sont présentés sur la Figure II.28. Cette petite parenthèse met en avant une amélioration du comportement thermomécanique du PMMA recuit à 200°C ; à comparer avec celui recuit à 150°C.

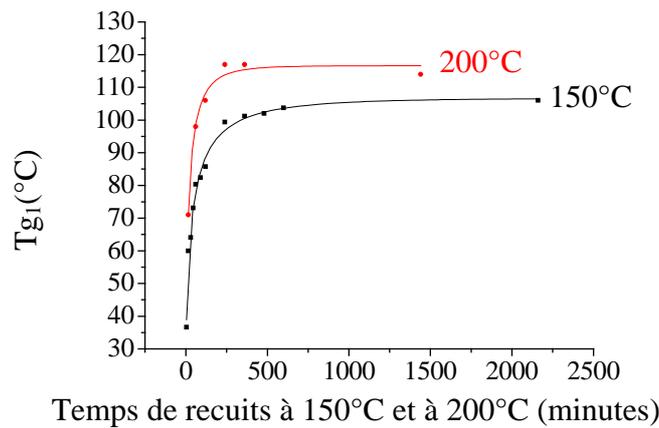


Figure II.28 : Comparaison de l'évolution de Tg<sub>1</sub> (température de début de déformation) en fonction du temps de recuit à 150°C et à 200°C.

Les températures représentées correspondent aux Tg<sub>1</sub> et sont représentatives des autres mesures effectuées sur Tg<sub>2</sub> et Tg<sub>3</sub>.

Environ 20°C séparent la Tg<sub>1</sub> d'un échantillon recuit à 150°C et la Tg<sub>1</sub> d'un échantillon recuit à 200°C pour le même temps de traitement thermique.

Cette étude a été réalisée rapidement. Toutefois, elle pourra à la suite d'analyses plus approfondies sur la dégradation du PMMA servir de référence pour l'évolution de ce polymère en fonction du temps de recuit à 200°C.

7.3.1.4 Evolution de la Tg en fonction de la pression de recuit

L'évolution de la température de transition vitreuse en fonction de la pression est connue sans pour autant avoir de précision sur l'ordre de grandeur de l'évolution. Cette étude met en évidence la grande différence qui peut exister à température et à temps de recuit identique et pour deux pressions différentes : l'une à pression atmosphérique et l'autre à 10<sup>-2</sup>-10<sup>-3</sup> bar (vide primaire dans l'étuve). La Figure II.29 montre la différence de l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction de la température de recuit et de la pression

pour un temps de recuit de 15 minutes. La Figure II.30 montre l'évolution de la Tg en fonction du temps de recuit à 150°C et de la pression.

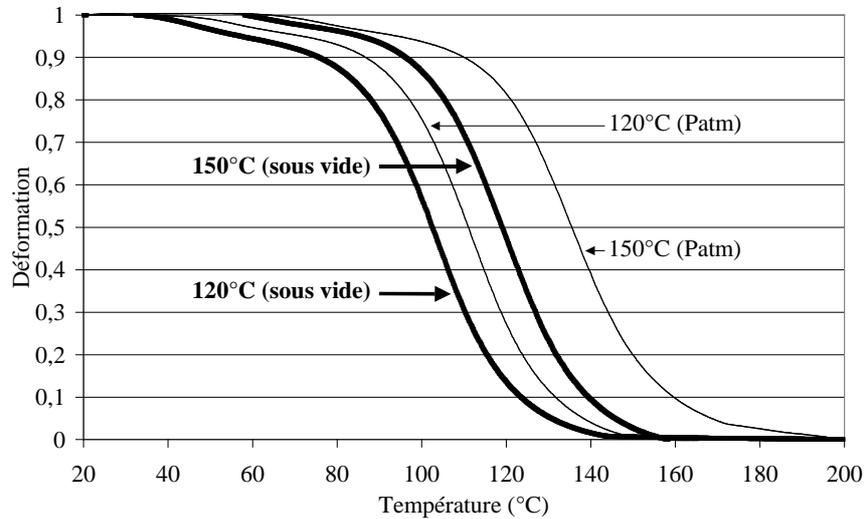


Figure II.29 : Evolution de la Tg en fonction de la température de recuit et de la pression pour un temps de recuit de 15 minutes.

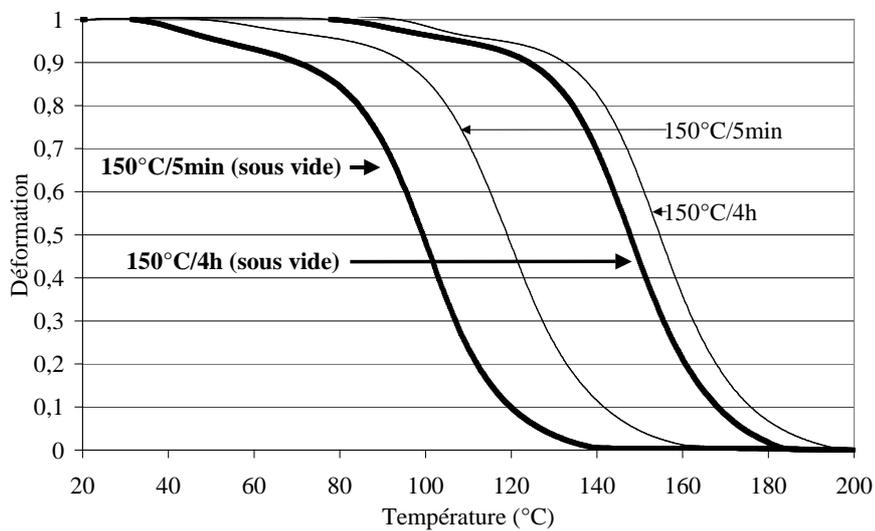


Figure II.30 : Evolution de la Tg en fonction du temps de recuit à 150°C et de la pression.

## CHAPITRE II. Technologie de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères

Le Tableau II.12 résume les conditions de recuits ainsi que les différentes valeurs des  $Tg_i$  ( $i= 2$  ou  $3$ ) et la différence de température qui existe entre un traitement thermique à pression atmosphérique et ce même traitement sous vide primaire.

Température de recuit (°C)	Temps de recuit	Condition de Pression	$Tg_3$ au point d'inflexion ( $Tg_2$ ) (°C)	Différence au point d'inflexion (ONSET) (°C)
120	15 minutes	VP *	103 (81)	9 (8)
		Patm **	112 (89)	
150		VP *	120 (96)	16 (18)
		Patm **	136 (114)	
150	5 minutes	VP *	101 (79)	19 (17)
		Patm **	120 (96)	
	4 heures	VP *	148 (127)	6 (10)
		Patm **	154 (137)	

\* VP = Vide primaire, \*\* Patm = Pression atmosphérique

*Tableau II.12 : Tableau récapitulatif des différentes conditions de traitement thermique. Par soucis de clarté, seules les valeurs de  $Tg_2$  (entre parenthèse) et  $Tg_3$  sont données ainsi que des différences de  $Tg_i$  existant entre Patm et PV.*

Aux incertitudes de mesure près, le PMMA semble avoir une température de transition vitreuse différente entre un traitement thermique effectué à pression atmosphérique et un traitement thermique effectué sous vide primaire.

Cette étude a permis de confirmer les prédictions de l'effet de la pression sur certains polymères mais n'aura pas d'autre objectif par la suite que celui d'informer sur la nécessité d'un recuit plus long sous vide primaire.

### **7.3.2 Evolution de la déformation à température et force constante en ATM**

Il est maintenant nécessaire de voir l'évolution du matériau en fonction du temps à la température la plus haute utilisée durant le procédé de réalisation. Cette température correspond à 115°C pendant 1min30sec (PEB pendant la photolithographie).

Les échantillons ont alors subi les différents traitements thermiques au préalable. La température de recuit choisie est de 150°C et le temps de recuit est variable entre 15 minutes et 36 heures.

Lors de la caractérisation en ATM, l'isotherme est de 115,5°C (soit 0,5°C de plus que la température maximale lors du procédé). La montée en température se fait à 40°C.min<sup>-1</sup> jusqu'à l'isotherme. Un temps de stabilisation est alors nécessaire pendant lequel la température atteint 116°C. Cette période de stabilisation est fixée à 230 secondes pendant laquelle le matériau gonfle puis se stabilise. Ensuite, l'évolution de la déformation est

mesurée pendant 10 minutes à  $T=115,5^{\circ}\text{C}$  et  $F=100\text{mN}$  (force appliquée par l'intermédiaire de la sonde en TMA). Les différentes courbes ATM sont montrées sur la Figure II.31. Par soucis de clarté toutes les températures de recuit ne sont pas représentées. Aussi, les différentes valeurs des déformations sont données en Tableau II.13.

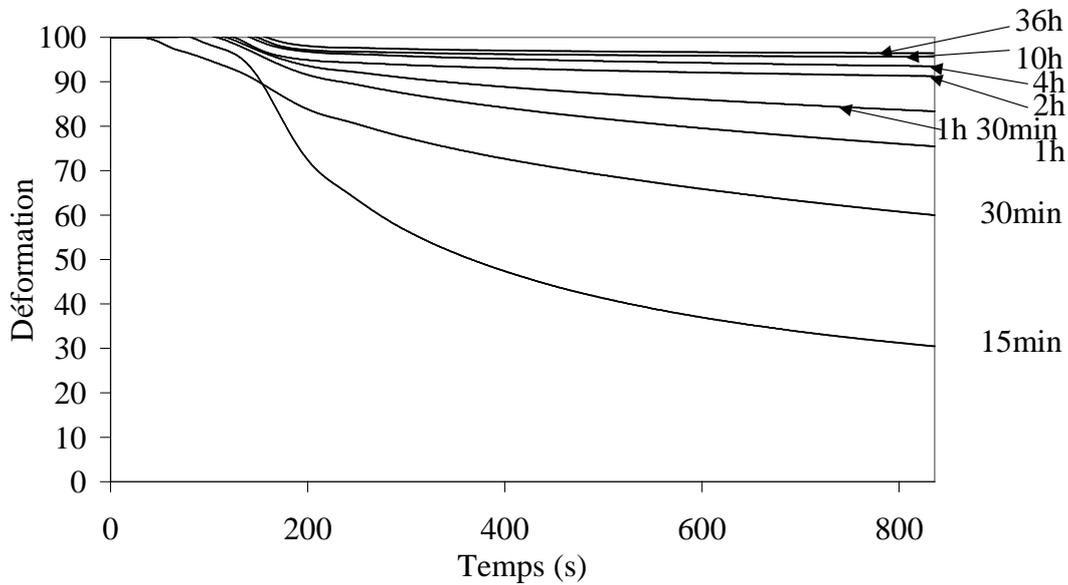


Figure II.31 : Evolution de la déformation en fonction du temps à température constante ( $115,5^{\circ}\text{C}$ ) et à force constante ( $100\text{mN}$ ) pour différents temps de recuit à  $150^{\circ}\text{C}$ .

Temps de recuits à $150^{\circ}\text{C}$ (minutes)	Déformation en % au point de stabilisation (230s)	Déformation en % à la fin (830s)	Différence de déformation en % entre 230s et 830s	Différence de déformation en % entre le départ (0s) et 830s	Pente ( $\text{s}^{-1}$ ) entre 230s et 830s
15	66,5	30,6	35,9	69,4	$6,0 \cdot 10^{-2}$
30	81,7	60,1	21,6	39,9	$3,6 \cdot 10^{-2}$
45	91,1	75,3	15,8	24,7	$2,6 \cdot 10^{-2}$
60	90,1	75,5	14,6	24,5	$2,4 \cdot 10^{-2}$
90	92,6	83,4	9,2	16,6	$1,5 \cdot 10^{-2}$
120	94,4	91,3	3,1	8,7	$5,2 \cdot 10^{-3}$
240	96,3	93,5	2,8	6,5	$4,7 \cdot 10^{-3}$
360	97,4	95,8	1,6	4,2	$2,7 \cdot 10^{-3}$
480	96,8	95,1	1,7	4,9	$2,8 \cdot 10^{-3}$
600	96,8	95,6	1,2	4,4	$2,0 \cdot 10^{-3}$
2160	97,7	96,4	1,3	3,6	$2,2 \cdot 10^{-3}$

Tableau II.13 : Tableau récapitulatif des valeurs de déformation pour les échantillons recuits à  $150^{\circ}\text{C}$  à des temps différents.

Pour les temps de recuit les plus faibles, inférieurs à 2 heures, la déformation est élevée (>9%) entre le temps fixé à 230 secondes et 830 secondes. De même, si la comparaison est faite par rapport au point de départ ( $t=0s$ ), la déformation ne devient inférieure à 10% que pour des temps de recuit supérieurs à 2 heures ; au-delà de 4 heures, la déformation devient inférieure à 5%.

Si maintenant, l'on tient compte de la pente, cette dernière chute d'un ordre de grandeur entre un recuit de 15 minutes et celui de 2 heures puis diminue lentement avec l'augmentation du temps de recuit ; cette pente est divisée par 2 en passant de 1h30 de recuit à 2 heures. La durée de 2heures de recuit semble être le point intermédiaire entre une grande instabilité du PMMA (soumis à la température de 115,5°C et une force de 100mN) et une relative stabilité de ce dernier pour des délais plus long de recuit.

Par la suite, le traitement thermique suivant sera adopté :

- 100°C pendant 15 minutes sur plaque chauffante pour sécher l'échantillon et éviter l'apparition de bulles.
- 150°C pendant 4heures à l'étuve

Le temps de 4heures est suffisant pour avoir un bon compromis entre durée du procédé et stabilité du PMMA ; pour ce temps de recuit les rides n'apparaissent plus lors de l'étape du PEB pendant la photolithographie.

### 7.3.3 Conclusion sur l'étude thermique

Cette étude thermique a permis de mettre en évidence l'évolution de la Tg du PMMA en fonction de plusieurs paramètres entrant en jeu pendant le procédé de réalisation de fonctions optiques par la technologie de photolithographie.

Tout d'abord, l'étude de l'évolution de la Tg en fonction de la température de recuit couplée à celle menée par ailleurs sur la dégradation du PMMA a permis de choisir la température de recuit la plus haute possible sans apparemment modifier le PMMA.

Des études plus complètes pourront être menées pour voir si le matériau est affecté par ces recuits à 150°C ; la spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier (FTIR\*) peut s'avérer utile dans ce cas. Ces caractérisations n'ont pas pu être réalisées. Néanmoins, des mesures effectuées sur l'indice de réfraction du PMMA ayant subi un traitement thermique à 150°C pendant 4 heures révèle un changement de  $2,5 \cdot 10^{-3}$  par rapport à celui d'un PMMA traité à 120°C pendant 15 minutes. Par ailleurs, aucune biréfringence n'a pu être constatée sur un échantillon de PMMA recuit à 150°C. Il est aussi possible, dans un premier temps d'émettre l'hypothèse selon laquelle le premier mécanisme de dégradation suggéré par L. E.

---

\* FTIR : Fourier Transform InfraRed.

Manring [121] (transfert de radicaux à des fins de chaînes insaturées) soit à l'origine de la création de liaisons en bout de chaînes entre les macromolécules de PMMA augmentant de ce fait la longueur des chaînes et accroissant la stabilité thermo-mécanique de ce polymère.

Ensuite, le choix d'un temps de recuit à 150°C a pu être déterminé. Ce temps de quatre heures correspond à une relative stabilité du PMMA soumis à des contraintes extérieures (Force de pression et isotherme à 115,5°C). Ce temps correspond aussi à une marge de sécurité pour assurer une reproductibilité des échantillons ; car pour des recuits de 1 heure ou 2 heures, de faibles rides apparaissent sur certains échantillons. Enfin, cette même durée de 4 heures est un compromis entre stabilité du polymère et temps de réalisation.

Aussi, cette étude thermique a permis la préférence d'un traitement thermique à pression atmosphérique à celui exécuté sous vide primaire. La raison est le temps du procédé car pour avoir le même décalage en fonction d'une température de recuit donnée, l'échantillon mis sous vide nécessitera un temps de recuit plus long rallongeant par la même occasion la durée du procédé de réalisation.

Suite à ces différentes observations, le PMMA choisi pour la suite de l'étude aura une masse moléculaire de  $106000\text{g.mol}^{-1}$  et les échantillons subiront un traitement thermique à 150°C pendant 4 heures.

## 7.4 Etudes des rides

Parallèlement à l'étude thermomécanique, une autre a été menée et concerne cette fois-ci l'ensemble PMMA/or. Cette étude a permis de mesurer les températures d'apparition des rides en surface pour différents traitements thermiques du PMMA au préalable.

Pour cela, des couches d'or ont été déposées sur le PMMA, lui-même déposé sur un substrat de silicium. Cet échantillon est alors posé sur une plaque chauffante et l'ensemble a été filmé par l'intermédiaire d'une caméra reliée d'un côté à un microscope optique et de l'autre à un ordinateur permettant ainsi d'enregistrer les données. La plaque chauffante est formée d'une plaque de cuivre sur laquelle est accolée une résistance souple chauffante. L'augmentation de la température se fait par application d'une tension aux bornes de la résistance chauffante. Simultanément, un relevé de la température de l'échantillon est effectué grâce à un thermocouple. La Figure II.32 présente un schéma du montage.

La vitesse de montée en température est fixée à environ  $5^{\circ}\text{C.min}^{-1}$  lorsque la tension appliquée le permet ; au-delà de 120°C environ, ce taux commence à chuter. Ceci est dû à la simplicité du montage où aucun asservissement en température n'est prévu. Par ailleurs, un cache (boîte de Pétri en verre) est posé au-dessus de l'échantillon et du thermocouple afin de minimiser l'échange de chaleur avec l'extérieur.

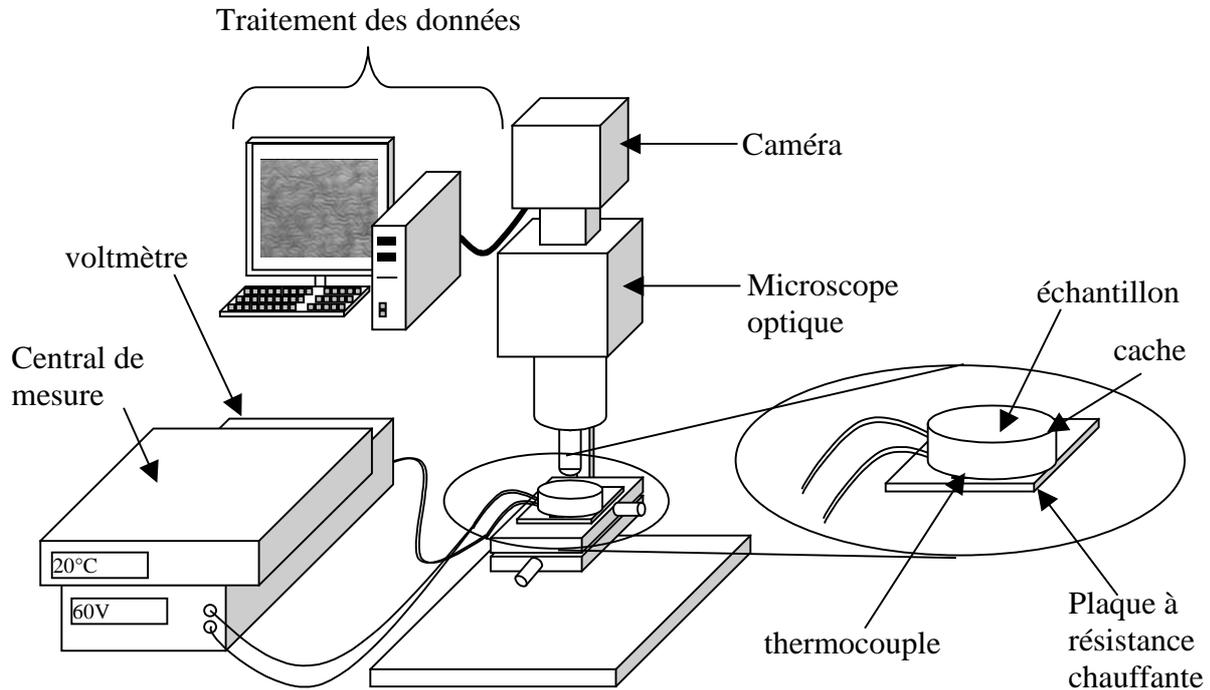


Figure II.32 : Schéma du montage de visualisation de l'apparition des rides à la surface des bicouches polymères/or.

Cette étude a été menée sur des échantillons de PMMA ayant subi différents traitements thermiques avant le dépôt de la couche d'or (~5nm) [123]. Un résumé est donné dans le Tableau II.14 et concerne les conditions de recuit et les températures d'apparition des rides.

Polymères	Traitement thermique	Température d'apparition des rides (°C)
PMMA	100°C – 15 min	~ 89
	120°C – 15 min	~ 99
	100°C 15min et 150°C 15 min	~ 122
	100°C 15min et 150°C 4 h	~ 129

Tableau II.14 : Récapitulatifs des températures d'apparition des rides en fonction des conditions de recuit.

La température d'apparition des rides va croissante avec la température de transition vitreuse, elle-même allant croissante avec la température ainsi que le temps de recuit du PMMA au préalable. Ce phénomène de ride peut avoir plusieurs origines et peut avoir lieu durant le dépôt de la couche d'or ou ultérieurement.

Concernant l'apparition durant le dépôt, J. R. Serrano et al. [124] ont mené une étude sur un film de SiO<sub>2</sub> déposé par pulvérisation magnétron sur une couche de PMMA elle-même déposée sur un substrat de silicium. Dans cette étude, ils excluent le fait que la déformation élastique du PMMA soit à l'origine de l'apparition des rides et imputent ce phénomène à l'écoulement visqueux du polymère, autrement dit à son état caoutchoutique au-delà de la T<sub>g</sub>. Ceci est confirmé dans notre étude puisque le phénomène n'est pas réversible.

Dans le cadre de cette dernière étude, ce phénomène apparaissait durant le dépôt lorsque le PMMA n'avait pas subi au préalable un traitement thermique adapté.

Dans notre cas, si l'on considère une température T comprise entre la T<sub>g</sub> la plus basse et la T<sub>g</sub> la plus haute mesurée suivant le traitement thermique utilisé, les propriétés thermomécaniques du polymère et notamment sa viscosité ont été augmentées avec la température et le temps de recuit.

Plusieurs équipes ont aussi attribué ce fait à la tension exercée par le film dur (l'or dans ce cas) sur le substrat mou (PMMA). Lorsqu'une tension critique  $\epsilon_c$  (Equation II. 19) est dépassée. Les rides apparaissent alors de façon aléatoire si les contraintes du film initial sont isotropes. Dans notre cas, aucun traitement particulier n'avait été opéré afin d'avantager la direction des contraintes. C'est pourquoi l'apparition de ces rides s'est faite anarchiquement. La définition la plus généralement employée est donnée dans l'équation II. 19 suivante :

$$\epsilon_c = -\frac{1}{4} \left( \frac{3 \frac{E_s}{1-\nu_s^2}}{\frac{E_f}{1-\nu_f^2}} \right)^{\frac{2}{3}} \quad [125] \quad [126] \quad \text{II. 19}$$

Où E et  $\nu$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson des matériaux utilisés ; les indices f et s correspondant respectivement au film (dur) et au substrat mou.

Ce phénomène d'apparition des rides pourrait intéresser plusieurs domaines [127] (les réseaux optiques, les moules pour l'impression par contact par exemple). Ainsi, La formule de l'équation II. 19 est quelques fois modifiée ou complétée pour être adaptée à des cas particuliers comme par exemple celui où l'amplitude des rides est très faibles devant leur longueur d'onde (période). Dans ce cas, Z. Huang et al. [128] ont avancé la formule de l'équation II. 20 .

$$\epsilon_c = -\frac{1}{\sqrt{3B(1+\nu)}} \quad \text{II. 20}$$

$$\text{avec } B = \frac{E}{K h (1 - \nu^2)}$$

$\nu$  : le coefficient de Poisson du film (or)

$E$  : le module d'Young du film

$h$  : l'épaisseur du film

$K$  : le module de compressibilité du substrat PMMA

$B$  : mesure alors la dureté relative du film par rapport au substrat.

En considérant l'équation II. 19, il est aisé de constater que la diminution du module d'Young du substrat abaisserait la valeur absolue de la tension critique et favorise par conséquent l'apparition des rides.

Pour résumer, la tension de compression peut être en partie due au dépôt de la couche d'or sur le PMMA. Néanmoins, dans le cadre de notre étude, les rides n'apparaissent pas pendant le dépôt mais pendant des traitements thermiques ultérieurs à plus hautes températures. Ceci pourrait s'expliquer par le fait qu'au passage de la transition vitreuse, le polymère se relaxe d'une part et augmente de volume d'autre part. Ceci vient certainement ajouter des contraintes (de compression, de cisaillement) entre les deux couches. De plus, certaines propriétés du polymère comme son module d'Young se trouve diminué de trois ordres de grandeur passant de quelque GPa à quelque MPa. Ceci a pour conséquence d'abaisser la valeur absolue de  $\epsilon_c$  favorisant ainsi l'apparition des rides.

Notons, par ailleurs, qu'une étude présentée en 2004 par C. M. Stafford et al. [129] permet d'estimer le module d'Young d'un matériau dur déposé sur un élastomère en mesurant la longueur d'ondes des rides et en utilisant l'équation II. 21.

$$E_f = (1 - \nu_f^2) \frac{3 E_s}{(1 - \nu_s^2)} \left[ \frac{\Lambda}{2\pi h} \right]^3 \quad \text{II. 21}$$

Avec  $E$  et  $\nu$  les modules d'Young et le coefficient de Poisson respectivement ; les indices  $f$  et  $s$  correspondant respectivement au film (dur) et au substrat mou,  $h$  l'épaisseur du film et  $\Lambda$ , la longueur d'onde des rides. Cette dernière peut être mesurée en microscopie à force atomique ou (AFM : Atomic Force Microscopy en anglais).

Dans notre cas, le module d'Young du polymère au passage de la  $T_g$  reste une donnée inconnue car les caractérisations effectuées en TMA ne permettent pas d'avoir cette grandeur puisque pendant la pénétration de la sonde, la surface de contact avec le matériau augmente constamment. Néanmoins, des caractérisations effectuées en AFM, au départ pour quantifier

l'évolution de la rugosité en fonction de la température de recuit permettent aussi d'avoir les longueurs d'ondes  $\Lambda$  des rides.

Pour cela, un dépôt de PMMA avait été réalisé sur un substrat de silicium et recuit à 100°C pendant 15 minutes. Ensuite, un dépôt d'or avait été opéré sur la couche de polymère par pulvérisation cathodique. L'échantillon ainsi obtenu avait été clivé en plusieurs parties et chacune avait subi un traitement thermique à une température donnée pendant 90 secondes (temps du recuit à 115°C pendant la photolithographie).

Les photos obtenues par microscopie à force atomique (AFM) sont données en Figure II.33 et montrent l'évolution des rides en fonction de la température de recuit.

Les différentes températures ainsi que les rugosités  $rms^*$  et les fréquences des rides sont résumées dans le Tableau II.15. Une dernière colonne concerne les modules d'Young calculés ; l'obtention de ces valeurs sera détaillée par la suite.

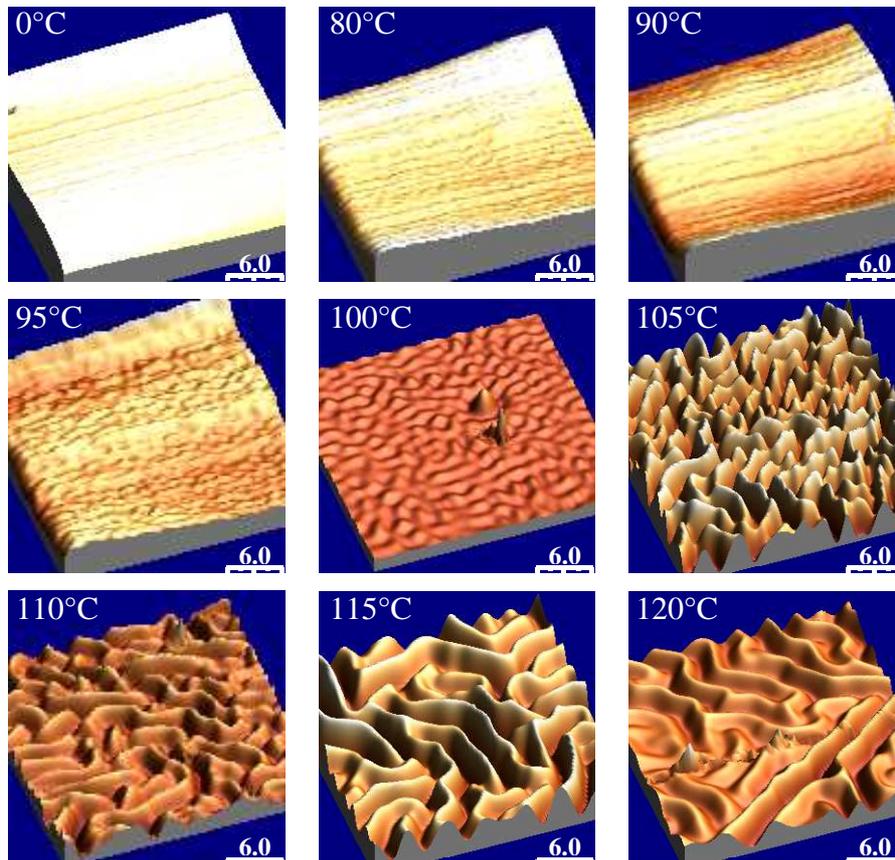


Figure II.33 : Photos AFM de l'évolution des rides d'un système (Au/PMMA) en fonction de la température de recuit de la couche de PMMA.

\* Rugosité rms : la moyenne quadratique de la hauteur de la surface.

Traitement thermique (°C)	Rugosité RMS (nm)	$\Lambda$ (écart type) ( $\mu\text{m}$ )	E (Incertitude) (MPa)
0	2,7	-	-
80	2,5	-	-
90	3	0,68 (0,14)	443,7 (274,1)
95	2	1,16 (0,15)	89,4 (34,7)
100	14,2	1,76 (0,10)	25,6 (4,4)
105	46,0	2,06 (0,10)	16,0 (2,3)
110	56,5	2,34 (0,22)	10,9 (3,1)
115	80,6	3,06 (0,16)	4,9 (0,8)
120	99,0	3,11 (0,03)	4,6 (0,1)

Tableau II.15 : Récapitulatif des rugosités de surface obtenues à diverses températures de recuit ainsi que les longueurs d'onde des rides associées et une estimation des modules d'Young.

Tout d'abord, les valeurs  $\Lambda$  données sont des moyennes effectuées sur cinq mesures en des endroits différents de l'image AFM pour chaque échantillon. La mesure de  $\Lambda$  devient délicate pour les échantillons recuits à des températures inférieures à 95°C étant donné la très faible amplitude des rides ; ceci est symbolisé aussi par une faible rugosité. Malgré cela, et malgré une approximation grossière du module d'Young de l'or déposé en couche mince, il est intéressant d'estimer l'ordre de grandeur du module d'Young que le polymère aurait à la température d'apparition des rides à l'aide de l'équation II. 21, qui devient :

$$E_s = \frac{E_f}{3} \frac{1 - \nu_s^2}{1 - \nu_f^2} \left[ \frac{2\pi h}{\Lambda} \right]^3 \quad \text{II. 22}$$

avec  $E_f = 171\text{GPa}$  (or polycristallin)  
 $\nu_f = 0,42$   
 $\nu_s = 0,35$   
 $h = 21\text{ nm}$

Pour le calcul de  $E_s$  et des incertitudes sur ce dernier, on considère l'intervalle de confiance de 68% pour  $\Lambda$ , autrement dit l'intervalle  $[\Lambda - \sigma_\Lambda ; \Lambda + \sigma_\Lambda]$  ( $\sigma_\Lambda$  étant l'écart type de  $\Lambda$ ).

Un résumé des modules des différents  $E_s$  estimés à partir de la relation II. 22 est donné dans le Tableau II.15. La grande incertitude sur la mesure des  $\Lambda$  se répercute sur les valeurs de  $E_s$  pour les températures inférieures à 95°C. Ces résultats confirment la grande chute de la valeur du module d'Young qui passe d'environ 2GPa à quelques MPa après la Tg.

Sur la Figure II.34 sont représentés d'une part l'évolution de la déformation du PMMA recuit à 100°C pendant 15 minutes et d'autre part celle du module d'Young calculé précédemment en fonction de la température de traitement thermique. La similitude dans les évolutions est encourageante ; les écarts qui existent entre les deux courbes peuvent être dus à

deux phénomènes. D'une part, une différence peut exister entre la force appliquée lors de la mesure en ATM (100mN) sur le PMMA seul et la tension existant entre les deux couches (or + PMMA). D'autre part, les frottements lors de la pénétration de la sonde dans le polymère lors de la caractérisation en ATM peuvent aussi être à l'origine de ce retard constaté sur la courbe.

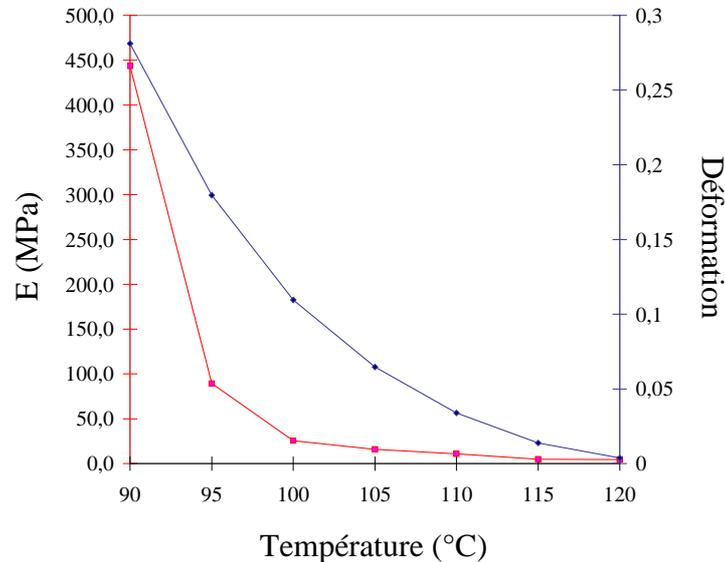


Figure II.34 : Evolution de la déformation mesurée en ATM et du module d'Young calculée précédemment en fonction de la Température.

Cette méthode pourra s'avérer utile et très rapide pour l'estimation (parfois grossière) des modules d'Young de nouveaux polymères en fonction de la température.

Cette étude devra par la suite être complétée par d'autres mesures AFM avec d'autres conditions de recuits pour le PMMA mais aussi avec les autres polymères utilisés. De cette manière, il pourra être possible de conclure d'une manière plus certaine sur les températures d'apparition des rides et de faire un lien avec les résultats des caractérisations obtenues avec l'ATM.

## 7.5 Autres méthodes pour éliminer les rides

Dans notre cas, la cause principale de l'apparition des rides pendant le procédé de réalisation des fonctions optiques est la température de recuit après exposition de la résine aux UV (PEB :115°C pendant 90secondes). Ce recuit est facultatif mais s'avère néanmoins fortement conseillé, la raison est la suivante.

La résine photosensible est constituée de trois éléments : la résine, le composé photo-actif et le solvant. L'élément photo-actif non soluble dans le développeur au départ, le devient

après l'insolation sous UV. Par ailleurs, pendant l'insolation, des ondes stationnaires peuvent avoir lieu. Ces dernières sont issues des interférences entre les ondes incidentes et les ondes réfléchies toutes deux normales au plan de la couche de résine. Ces ondes stationnaires présentent l'inconvénient de créer des zones fortement insolées (grande densité d'éléments photo-actifs solubles) et des zones faiblement insolées (faible densité d'éléments photo-actifs solubles) sur les flancs des motifs. Par conséquent, après développement de la résine, ce phénomène d'ondes stationnaires crée des flancs dont la surface est sinusoïdale et non plane. Le PEB est alors utilisé pour réduire voire éliminer ces irrégularités en surface ; il permet une diffusion plus rapide des composés photo-actifs entre les zones de haute densité et les zones de basse densité. Par ailleurs, hormis les ondes stationnaires, l'absorption de la lumière en fonction de l'épaisseur crée aussi des zones dont la densité d'éléments photo-actifs solubles est plus ou moins élevée ; si le PEB n'est pas fait, certaines zones peu insolées seront mal développées par la suite.

Sachant cela, et se rappelant que la diffusion est un phénomène cinétique, il devient alors possible d'abaisser la température du PEB tout en augmentant le temps du traitement thermique.

Une étude a été réalisée avec la résine 0.14\* (~0,13µm) afin de définir une température suffisamment basse pour éviter l'apparition des rides avec tous les polymères étudiés, et, un temps suffisant pour un bon développement de la résine.

La température choisie est de 85° C sur plaque chauffante. Cette dernière est en deçà de toutes les températures d'apparitions des rides concernant tous les polymères de cette étude.

Différents temps de recuit ont été étudiés avec une couche de résine déposée directement sur un substrat de silicium. Ces différents temps sont résumés dans le Tableau II.16.

Temps de recuit à 85°C après insolation	Remarques
Sans recuit	Toute la résine a été enlevée lors du développement
90 secondes	Certaines zones inter-motifs (inter-guides) ne sont pas correctement développées
5 minutes	Bon développement

Tableau II.16 : Evolution du développement de la résine en fonction du temps de recuit après insolation à 85°C.

Par la suite, cette température a été utilisée durant le traitement thermique post-insolation UV (PEB). Néanmoins, le temps a été multiplié par 4 afin d'avoir une plus grande sécurité dans la reproductibilité des échantillons sachant que durant le procédé de réalisation la résine n'est pas déposée directement sur le silicium mais sur plusieurs couches (>2) de divers matériaux.

\* La résine 0.14 correspond à la résine SPR700-0.8 diluée en proportion (1 :10) dans l'acétone. Cette notation sera détaillée dans le paragraphe 8

Pour conclure, bien que le temps ait été augmenté à 20 minutes au lieu de 90 secondes préconisées par les fournisseurs de résines, la température de 85°C (au lieu de 115°C) semble donner de bons résultats confirmés par la suite sur d'autres échantillons.

## 7.6 Conclusion sur les rides

Tout d'abord, le phénomène d'apparition des rides entre un substrat mou et un film dur semble intéresser plusieurs domaines de recherche et, ces rides semblent apparaître dès qu'une contrainte suffisante est atteinte entre ces deux couches.

Dans le cadre de notre étude, ces rides pourraient apparaître lors du dépôt de la couche mince d'or (ou de silice qui remplacera l'or par la suite). Toutefois, l'optimisation des conditions de dépôt a fait disparaître ce phénomène.

L'étape la plus délicate restait celle du recuit à relative « haute » température (115°C par exemple). A cette température, le polymère augmente de volume et se déforme ajoutant par la même occasion des contraintes supplémentaires à celle déjà existantes entre les deux couches lors du dépôt. De plus, au passage de la transition vitreuse, les propriétés mécaniques du polymère s'effondrent facilitant l'apparition des rides.

Des solutions ont été apportées dans cette étude afin d'éviter l'apparition de ces défauts.

Tout d'abord, l'étude thermique a permis, après optimisation du traitement thermique d'atteindre des  $T_g$  pour le PMMA suffisantes pour passer avec succès toutes les étapes de réalisations des fonctions optiques. Une condition cependant est nécessaire ; la couche de polymère ayant subi un traitement thermique particulier doit rester stable par la suite dans le temps sous une contrainte mécanique (contrainte entre couche) et une contrainte thermique (isotherme à 115°C par exemple).

De plus, l'utilisation d'un recuit après insolation de la résine (PEB) à plus basse température est une autre solution pour éviter l'apparition des rides.

Avec la disparition des rides, une petite partie des problèmes rencontrés est résolue. Il est alors important de rappeler que l'étape de photolithographie reste primordiale pour l'obtention des motifs désirés. Dans le cadre de notre étude, la photolithographie standard est choisie ou plutôt imposée de part sa disponibilité au laboratoire. Or, cette technique de photolithographie est connue pour avoir des résolutions maximales de l'ordre du micromètre. Cette limitation est en partie imposée par une épaisseur de résines commerciales qui ne sont pas prévues pour être déposées à de très faibles épaisseurs. La complication vient alors du fait que certains motifs à réaliser dans notre étude ont des dimensions légèrement submicroniques et étaient très mal définis lors des premiers essais.

Dans la partie qui suit, il est alors question de repousser cette limite de résolution.

## 8. Amélioration de la résolution

En photolithographie, l'étape qui permet de faire un transfert de motifs dans une résine photosensible est l'insolation à travers un masque généralement en quartz, contenant des motifs en chrome (opaque aux UV). Traditionnellement, trois systèmes existent : par contact, à proximité et par projection. Ces systèmes sont représentés schématiquement sur la Figure II.35.

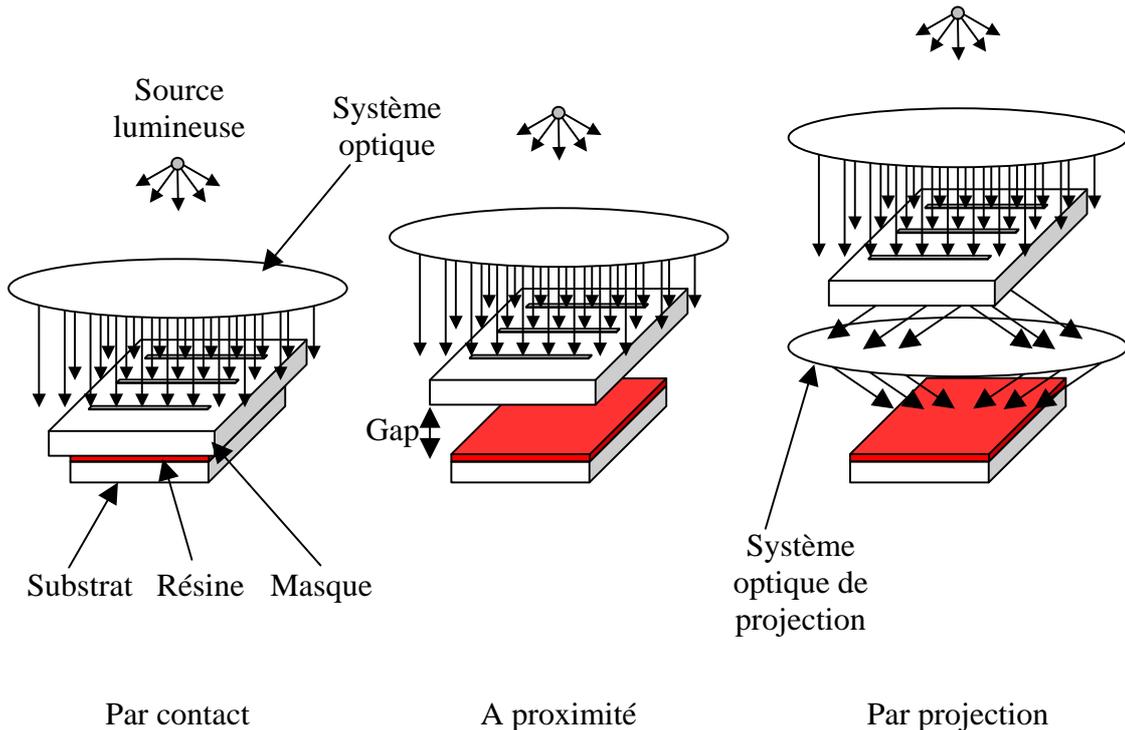


Figure II.35 : Représentation schématique des systèmes traditionnels de photo-répétition.

Habituellement, les résolutions que peut atteindre chacun de ces systèmes de photo-répétition sont données par les équations II.23, II.24 et II.25. Dans ce cas, la résolution représente la taille minimale de motifs ou d'ouverture qui peut être atteinte.

Système de photo-répétition :

➤ Par contact :  $2 b_{\min} = 3\sqrt{\lambda \frac{d}{2}}$  II.23 (cas particulier de II.24)

➤ A proximité :  $2 b_{\min} = 3\sqrt{\lambda \left(s + \frac{d}{2}\right)}$  II.24

où  $s$  est l'espacement entre le masque et la résine photosensible,  $d$  l'épaisseur de la résine et  $\lambda$  la longueur d'onde d'insolation. Quant à  $b$ , les résultats présentés sont issus de calculs effectués sur un réseau régulier de fentes et de parties opaques à la lumière comme le montre la Figure II.36.

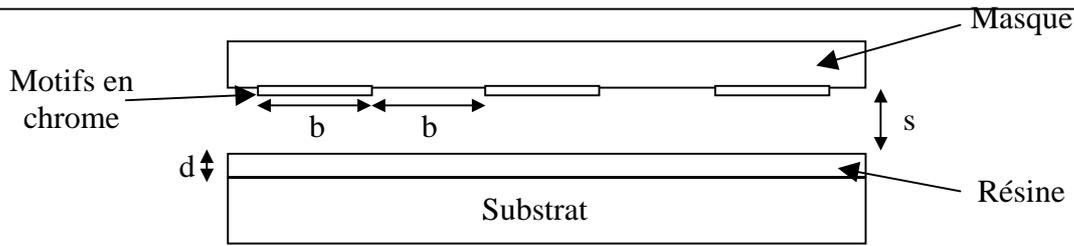


Figure II.36 : Représentation des différents paramètres utilisés dans les équations II.23 et II.24.

Notons que pour la photo-répétition par contact, la résolution est aussi couramment donnée sous la forme  $b_{\min} = \sqrt{2\lambda d}$

➤ Par projection :  $l_{\min} = \frac{k \cdot \lambda}{NA}$  II.25

$l_{\min}$  est la taille de motif minimale qui peut être atteinte,  $k$  un facteur compris habituellement entre 0,6 et 0,8,  $\lambda$  la longueur d'onde d'insolation et  $NA$  l'ouverture numérique du système optique intercalé entre le masque et la résine.

Dans cette étude, seuls les deux premiers systèmes sont concernés. En considérant la formule II.24, il est possible de prédire l'amélioration de la résolution par abaissement du gap entre le masque et la résine, par diminution de l'épaisseur de la résine ou par réduction de la longueur d'onde d'insolation.

Tout d'abord, les dispositifs d'insolation dont les longueurs d'ondes sont dans l'UV proche font partie des équipements les moins onéreux pour la fonction de photo-répétition de motifs ; ce qui permet bien évidemment d'avoir un coût de réalisation le plus bas possible. De plus, l'espacement entre la résine et le masque a été très rapidement mis à zéro par l'utilisation de la photo-inscription par contact. Ordinairement, ce type de montage est redouté par les industries de réalisation de circuits intégrés car il peut engendrer une dégradation plus rapide de la qualité du masque et un arrachage d'une partie de la résine après l'insolation. Cependant, lors des différents essais réalisés dans le cadre de cette étude, l'arrachage de la résine est quasi inexistant et lorsque ce phénomène a lieu, il se produit sur de très petites surfaces (quelques  $\text{mm}^2$ ) dans des endroits loins des motifs. Par ailleurs, le masque est nettoyé après chaque utilisation à l'aide d'une machine de nettoyage de chez SÜSS Microtec (cleaner CL10). Bien évidemment, la dégradation du masque a lieu. Toutefois, après une cinquantaine d'essais les motifs du masque redeviennent intacts après nettoyage.

Notons tout de même que l'homogénéisation des épaisseurs des couches déposés présentée précédemment a permis d'avoir un meilleur plaquage du masque sur la résine et donc d'améliorer la résolution (équation II.24). De plus, le plaquage du masque sur la résine est réalisé sous vide, opération qui a aussi permis de gagner légèrement en résolution et surtout en reproductibilité. La Figure II.37 permet d'apprécier la différence entre un plaquage sous vide et un plaquage équivalent à un poids de 900g.

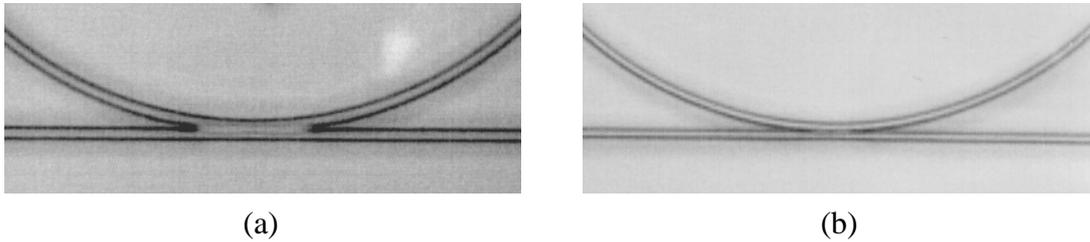


Figure II.37 : Photo au microscope optique (x500) d'un gap d'environ  $0,8\mu\text{m}$ . (a) plaquage du masque sous un poids de 900g. (b) plaquage sous vide.

Une fois la longueur d'onde et l'espacement entre le masque et la résine fixés, reste à déterminer et surtout à optimiser l'épaisseur de la résine.

## 8.1 La résine

La fonction de la résine photosensible est tout d'abord de servir de support pour un transfert de masque à l'aide de la photo-inscription. De plus, elle sert par la suite de couche de masquage lors de la gravure. Cette dernière se fait d'une manière différentielle entre la couche à graver (le polymère) et la résine qui possède généralement la vitesse de gravure la plus faible. Néanmoins, il est nécessaire d'avoir une couche suffisamment épaisse de résine pour pouvoir graver toute la couche inférieure. Afin de quantifier la différence de vitesse de gravure entre la résine et la couche à graver, le terme de sélectivité de gravure est utilisé. Cette dernière est le rapport de la vitesse de gravure de la couche inférieure (polymère par exemple) sur celle de la résine. La sélectivité des résines du type SPR700\* utilisée dans le cadre de cette étude est de l'ordre de 2 par rapport au PMMA. Pour la plupart des résines, cette sélectivité est de cet ordre de grandeur par rapport au PMMA. Néanmoins, au Japon, NTTAT\*\* revendique l'obtention d'une résine photosensible ayant une sélectivité de 50 par rapport au PMMA. Cette résine positive s'appelle la DLR 501. L'étude suivante montrera qu'il ne sera pas nécessaire d'utiliser ce type de résines.

Au départ de l'étude, les résines utilisées ont été la SPR 700-1.2 et SPR 700-0.8 qui permettent respectivement d'avoir des épaisseurs minimales d'environ  $1,2\mu\text{m}$  et  $0,8\mu\text{m}$  avec une vitesse de rotation de la tournette de  $5000\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ . De plus, l'utilisation de la couche de protection en or ne permettait pas de servir de couche de masquage lors de la gravure du polymère. C'est pourquoi, il était nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante de résine pour

---

\* Référence : SHIPLEY MEGAPOSIT® Séries SPR® 700.

\*\* NTTAT : Nippon Telegraph and Telephone Advanced Technology Corporation.

graver tout le polymère. Théoriquement, avec ces épaisseurs de résine, il est possible d'atteindre une résolution légèrement submicronique. Or, après insolation et développement de la résine, les fentes de  $0,8 \mu\text{m}$  sur le masque n'étaient pas correctement reproduites dans la résine et donnaient des zones fermées (Figure II.38, page 118). Bien que les fonctions à réaliser nécessitent des zones où la résolution doit être légèrement submicronique, ces résines ont été utilisées jusqu'au moment où il devenait possible au CCLO de pouvoir déposer une autre couche inorganique que l'or comme la silice par exemple.

## 8.2 Utilisation de deux couches de masquage

La seule couche de résine utilisée pour le masquage lors de la gravure RIE ne permet pas d'abaisser suffisamment son épaisseur pour améliorer la résolution. La solution est d'utiliser une deuxième couche de masquage ; la couche de protection présentée précédemment pour protéger le polymère du solvant de la résine servira aussi de couche de masquage lors de l'étape de gravure. La couche d'or ne pouvait servir que de couche de protection car pendant la gravure RIE (plasma  $\text{O}_2$ ), cette dernière était très rapidement éliminée. Au contraire, avec l'utilisation d'un autre matériau non organique ( $\text{SiO}_2$ , Al, ...), il est devenu possible d'avoir réellement une seconde couche de masquage qui possède une sélectivité de gravure infiniment plus grande que la résine vis-à-vis du polymère ; après le choix d'une bonne couche de masquage, quelques nanomètres d'épaisseur suffiront à graver plusieurs micromètres de polymères. Le choix de cette couche sera détaillé par la suite (§ « 9.1 La couche non organique » page 136). Une fois cette couche inorganique (CI) choisie, il devient possible de réduire l'épaisseur de la résine qui ne servira de couche de masquage que pour graver les quelques nanomètres de CI.

Dans le commerce, les épaisseurs des résines ne peuvent guère descendre en dessous de  $0,5\text{-}0,6 \mu\text{m}$  même en effectuant des dépôts avec une très grande vitesse de rotation de la tournette ( $7000 \text{ tr}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Au lieu d'augmenter indéfiniment la vitesse de rotation, l'autre solution est de réaliser des dilutions de la résine dans un solvant.

Le solvant majoritaire dans la composition des résines photosensibles utilisées au CCLO est le lactate d'éthyle. Or, ce solvant possède un paramètre de solubilité très proche de l'acétone (voir Tableau II.3, page 67). C'est pourquoi, les premiers essais de faisabilité ont été effectués avec l'acétone. Par la suite, ce dernier solvant s'avère être un très bon substituant au lactate d'éthyle et a permis de faire diminuer l'épaisseur de la résine jusqu'à des valeurs inférieures à  $200\text{nm}$ .

Un résumé des différentes dilutions de la résine SPR700-0.8 et les épaisseurs que nous avons obtenues est donné dans le Tableau II.17.

Dilution dans l'acétone proportion résine / proportion acétone (% volumique de la solution résine commerciale par rapport à l'acétone)	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )
1/0 (100%)	$\sim 0,8$
1/1 (50%)	$\sim 0,7$
1/3 (25%)	$\sim 0,45$
1/10 ( $\sim 9\%$ )	$\sim 0,13$

Tableau II.17 : Evolution de l'épaisseur de la résine en fonction de la dilution dans l'acétone.

Un grand nombre de mesures a été effectué sur l'épaisseur de la résine diluée dix fois. En effet, avant l'étape de gravure d'un échantillon, les épaisseurs des motifs en résine sont mesurées en au moins un point. Pour cette dernière dilution, les valeurs mesurées à l'aide d'un profilomètre DEKTAK 3030 étaient toutes comprises entre  $0,12\mu\text{m}$  et  $0,14\mu\text{m}$ . Cet ordre de grandeur est confirmé par une mesure AFM.

D'une manière anecdotique, la résine SPR700-0.8 diluée dix fois dans l'acétone sera nommée résine 0.14 par la suite.

Sur la Figure II.38, il est possible de voir l'évolution de la résolution en fonction de l'épaisseur de la résine.

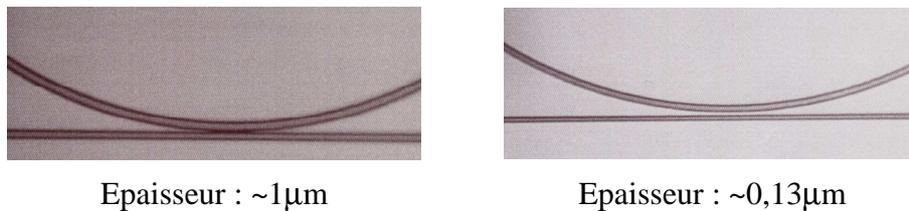


Figure II.38 : Evolution de la résolution en fonction de l'épaisseur de la résine.

Cette évolution est due aux propriétés physiques (diffraction, réflexion, absorption) et chimiques (nature de la résine photosensible) du système de photolithographie.

Comme il sera détaillé dans le paragraphe qui suit, la diffraction s'avère être le paramètre important pour l'amélioration de la résolution.

### 8.3 Etude de la diffraction

D'une manière générale, la lumière est modulée par l'ensemble du système de photolithographie et notamment par le masque. Pour une approche plus simple, les réflexions pouvant avoir lieu sur les différentes couches en dessous de la résine sont négligées.

Habituellement, la diffraction ayant lieu au passage du masque est souvent réduite à de la diffraction par des fentes très fines par soucis d'obtention de formules analytiques faciles à utiliser. Or, les masques (pour résines positives) utilisés pour cette étude contiennent principalement des motifs petits (largeur des guides  $\sim 2\mu\text{m}$ ) avec des ouvertures (fentes) larges ( $>10\mu\text{m}$ ). Dans certains cas, les fentes seront plus fines notamment si l'on considère l'espacement entre un résonateur et un guide. Mais elles restent quand même importante par rapport à l'épaisseur de la résine. De plus, les formules données généralement en sinus cardinal pour représenter la diffraction rentrent dans le cadre de la théorie de Fraunhofer et contiennent beaucoup d'approximations. De même, la théorie de diffraction de Fresnel considère que la taille des fentes est très petite devant les distances de la source aux fentes et celle de l'écran d'observation aux fentes (épaisseur de la résine dans notre cas). Le but de l'étude qui suit est de regarder à des distances très petites de la fente ( $0,13\mu\text{m}$ ), l'effet de la diffraction d'un faisceau lumineux traversant cette fente.

Le cas le plus général serait alors de considérer la théorie de diffraction de Kirchhoff. Cette dernière n'introduit aucune approximation géométrique au départ et est la base des théories de Fraunhofer et de Fresnel.

Dans la théorie de Kirchhoff [130] l'intensité lumineuse au point P est issue d'une surface que l'on appellera S et qui est formé par les sections A, B et C définis sur la Figure II.39.

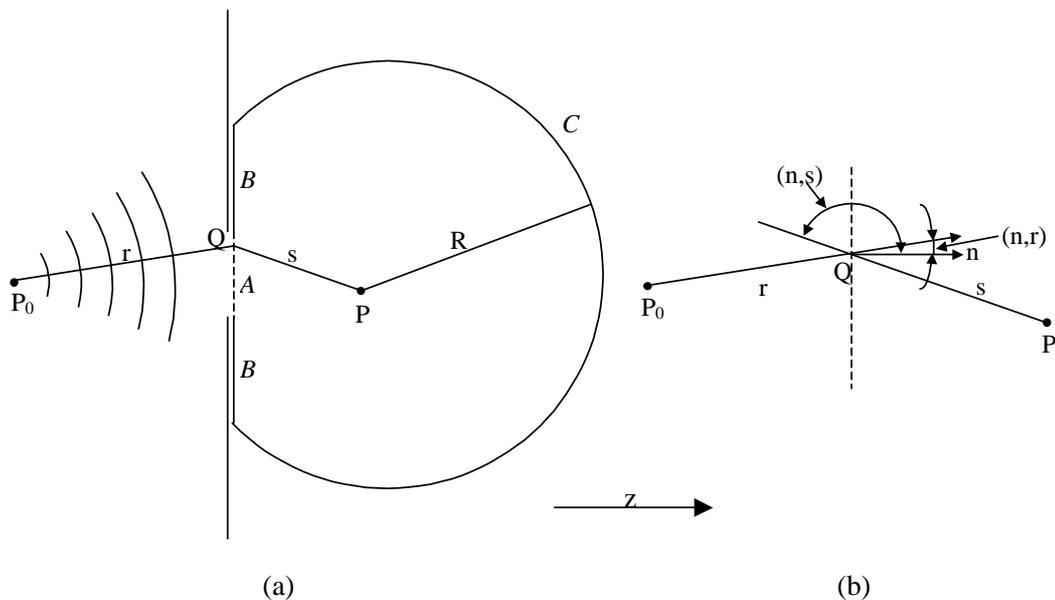


Figure II.39 : Représentation schématique des différentes notations utilisées dans cette étude. (a) représentation de la surface S formée par les sections (A, B et C). (b) représentation des angles  $(n,s)$  et  $(n,r)$ .

Une des formes de l'équation de Kirchhoff est la suivante :

$$U(P) = \frac{1}{4\pi} \left[ \iint_A + \iint_B + \iint_C \right] \left\{ U \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{e^{iks}}{s} \right) - \frac{e^{iks}}{s} \frac{\partial U}{\partial n} \right\} dS \quad \text{II. 26}$$

Dans laquelle, U satisfait l'équation d'Helmholtz :  $(\nabla^2 + k^2)U = 0$  (k étant le vecteur d'onde)

$$\text{Kirchhoff définit alors} \quad U = 0 ; \left( \frac{\partial U}{\partial n} = 0 \right) \quad \text{en } B \quad \text{II. 27}$$

$$\text{et} \quad U = \frac{Ae^{ikr}}{r} \quad \text{en } A \quad \text{II. 28}$$

A étant une constante.

Par ailleurs, il peut être démontré qu'en C, U peut être pris égal à 0  $\left( \frac{\partial U}{\partial n} = 0 \right)$  [130].

L'on se retrouve au final à calculer une seule intégrale double (équation II. 29)

$$U(P) = \frac{1}{4\pi} \iint_A \left( U \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{e^{iks}}{s} \right) - \frac{e^{iks}}{s} \frac{\partial U}{\partial n} \right) dS \quad \text{II. 29}$$

A ce stade, il est possible de procéder à une simplification sur r. En pratique, r vaut environ 20cm, à comparer à la taille des fentes f (quelques micromètres) et à s, il est possible de poser  $r=r'$  avec r' la distance de la source au plan de la fente (Figure II.40)

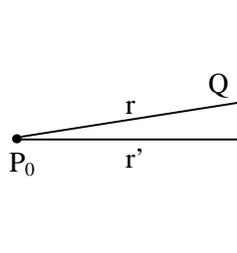


Figure II.40 : Représentation de la distance r' (source – plan de la fente)

En posant à présent  $(x, y, z)$  et  $(\xi, \eta, 0)$  les coordonnées des points P et Q respectivement, l'on peut alors écrire :

$$s^2 = (x - \xi)^2 + (y - \eta)^2 + z^2 \quad \text{II. 30}$$

De plus, dans la suite l'on se limitera au cas où la fente serait infinie dans la direction y (pas de diffraction selon y) et l'on choisira la direction des z positifs tel que représentée sur la Figure II.39. s est alors toujours positif et l'on a par conséquent :

$$s = \sqrt{(x - \xi)^2 + e^2} \quad \text{II. 31}$$

Avec e l'épaisseur de la résine.

Après développement de l'équation II. 29 en prenant en compte les notations et approximations précédentes, il devient possible d'écrire l'intensité relative ( $I/I_0$ ) au point P comme suit :

$$\frac{I}{I_0} = |B|^2 \lambda \cdot e \cdot \left[ \left( \int_0^f \left[ \frac{1}{4\pi s^3} e \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} s\right) + \frac{1}{2\lambda} \frac{s+e}{s^2} \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda} s\right) \right] d\xi \right)^2 + \left( \int_0^f \left[ \frac{1}{4\pi s^3} e \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda} s\right) - \frac{1}{2\lambda} \frac{s+e}{s^2} \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} s\right) \right] d\xi \right)^2 \right] \quad \text{II. 32}$$

$\lambda$  est la longueur d'onde d'insolation, f la largeur de la fente, e l'épaisseur de la résine,  $s = \sqrt{(x - \xi)^2 + e^2}$  et  $B = \frac{A \cdot e^{ikr'}}{r'}$ .

D'une manière empirique, le produit  $\lambda \cdot e$  a permis de normaliser les courbes de diffraction. Ainsi, la valeur de  $I/I_0$  tend vers environ 1 en f/2 lorsque f tend vers l'infini.

Par traitement numérique de l'équation II. 32, les courbes de diffraction en fonction de la largeur de la fente f et de la distance e du plan d'observation aux fentes ont pu être tracées et sont montrées en annexe II.5. Ces courbes permettent de voir que théoriquement et avec l'abaissement de l'épaisseur de la résine, il est possible d'atteindre de très petits motifs jusqu'à 0,2 $\mu$ m. Néanmoins, cette rapide étude permet tout simplement de dire qu'en abaissant l'épaisseur de la résine, la diffraction devient plus faible et l'énergie passant à travers les petites fentes devient suffisamment élevée à une distance e pour permettre l'insolation d'une partie de la résine.

Afin d'affiner cette étude, il est nécessaire d'étudier la quantité d'énergie nécessaire et d'étudier l'évolution des fentes en fonction de celle-ci.

Sachant que l'intensité lumineuse  $I_0$  issue de la source est constante et que la quantité d'énergie  $E(t) = I_0 \cdot t$  (II. 33) ; t étant le temps d'insolation, il est possible en connaissant la largeur de la fente initiale d'estimer la largeur de la partie insolée dans la résine en fonction de l'énergie d'insolation.

Tout d'abord, pour que la résine soit insolée sur toute l'épaisseur, il faut que cette dernière reçoive suffisamment d'énergie. Or, tel qu'il peut être observé dans l'annexe II.6, la répartition de l'intensité lumineuse dépend fortement de la taille de la fente.

Etant donné la symétrie des systèmes étudiés par rapport au centre des fentes, seules les demi-fentes seront étudiées par la suite. Pour les petites fentes (jusqu'à  $0,6\mu\text{m}$ ), l'intensité lumineuse est toujours croissante du bord jusqu'au centre. Par contre, pour les fentes plus larges après le passage d'un maximum global (premier maximum), l'intensité lumineuse présente un minimum « global » (compris entre le maximum global et le centre de la fente). En raison des interférences issues du second bord des fentes, ce minimum évolue en fonction de la largeur de la fente. Cette évolution ainsi que celle des maxima globaux sont représentées en Figure II.41. Ainsi, le minimum le plus bas est issu de la fente de largeur  $0,9\mu\text{m}$  pour lequel  $I/I_0$  vaut  $0,830$ . A ce stade, il est possible de considérer cette valeur comme celle nécessaire pour insoler toute l'épaisseur de la résine au centre des fentes et ce pour toutes les largeurs  $f \geq 0,2\mu\text{m}$ . De visu, en pratique, cette valeur est celle que l'on croit suffisante car elle permet d'insoler toute l'épaisseur de la résine. Par la suite, cette valeur correspond à la valeur optimale.

En déterminant maintenant la première valeur  $x$  correspondant à  $I/I_0=0,830$  (II. 34), il devient possible de suivre l'évolution de la résolution du motif en fonction de la largeur des fentes de part et d'autre. Comme le montre la Figure II.42, la partie non insolée sur la partie inférieure de la résine est différente suivant la largeur de la fente ( $0,9\mu\text{m}$  ou  $1,1\mu\text{m}$ ). Pour cet exemple,  $x_{f=0,9\mu\text{m}} > x_{f=1,1\mu\text{m}}$ ,  $x$  étant l'abscisse d'un point P à partir d'un bord de la fente.

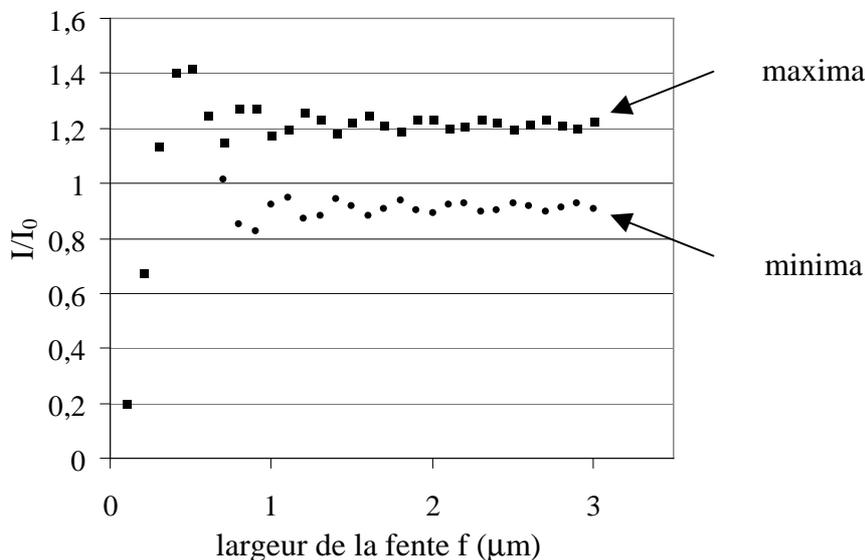


Figure II.41 : Evolution des minima et des maxima du rapport  $I/I_0$  en fonction de la largeur des fentes.

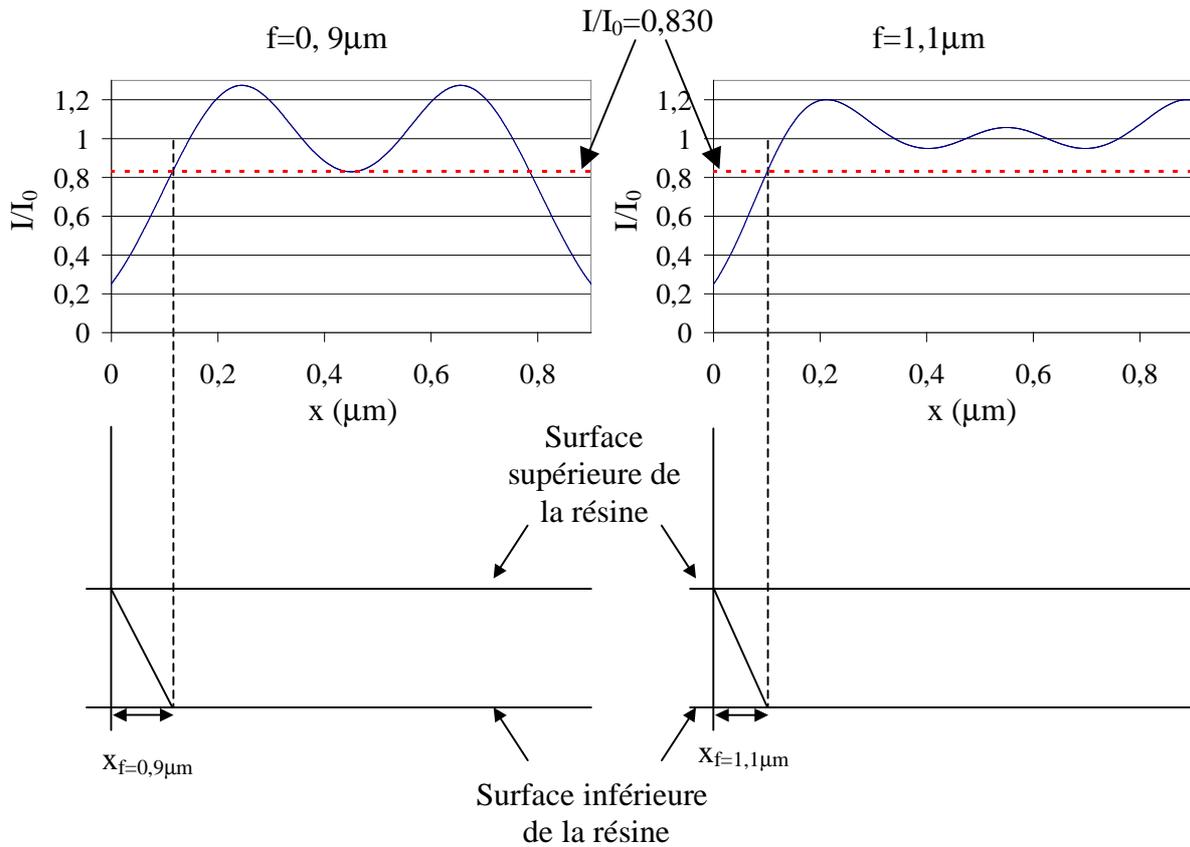


Figure II.42 : Evolution de la partie non insolée en fonction de la largeur de la fente pour  $I/I_0=0,830$ .

L'étude menée sur des fentes de largeur allant de  $0,1\mu\text{m}$  à  $3\mu\text{m}$  et sur une épaisseur de résine de  $0,13\mu\text{m}$  permet de donner le graphique de la Figure II.43.

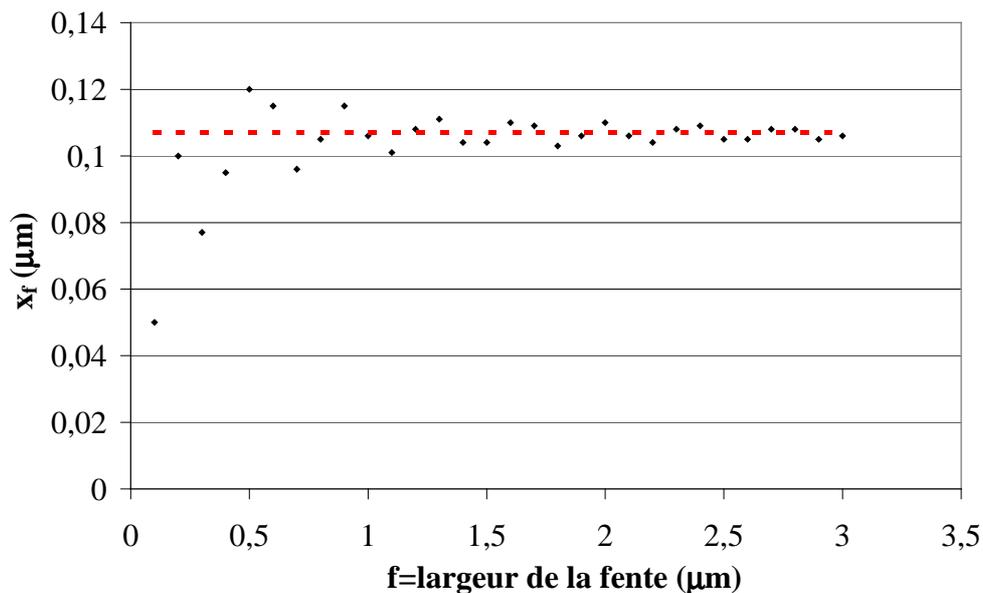


Figure II.43 : Evolution de la partie non-irradiée en fonction de la largeur de la fente

Il est alors possible de voir que la partie non insolée  $x_f$  sur le bord des fentes n'est pas strictement décroissante mais oscille autour d'une valeur moyenne avec un module décroissant et ce en fonction de la taille de la fente. La valeur moyenne s'avère être celle obtenue pour une fente infinie. Toutefois, la convergence vers cette valeur moyenne semble être très rapide. Pour des largeurs de fentes de  $5\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$ ,  $x_f=0,107\mu\text{m}$  pour  $I/I_0=0,830$ . L'on se limitera alors dans cette étude à une fente de  $10\mu\text{m}$  pour calculer cette moyenne à cause des erreurs de dépassement de capacité de calcul engendrées lors du traitement numérique pour de plus grandes fentes. La valeur de  $x_f$  signifie que pour une telle dose d'insolation, les fentes perdent en moyenne  $2 \times 0,107$  de largeur soit environ  $0,21\mu\text{m}$  ; ce qui n'est pas négligeable lorsque les fentes sont étroites.

En considérant qu'il n'est pas possible sur notre aligneur de masque de changer la longueur d'onde d'insolation, il devient important de connaître l'énergie nécessaire pour obtenir des dimensions de motifs les plus proches possibles de celles du masque et avoir une idée des motifs les plus petits qu'il est possible d'atteindre. Pour cela, l'étude a été menée avec différentes énergies d'insolation.

En partant du principe que lorsque le temps d'insolation est multiplié par une constante  $a$ , il devient possible d'atteindre des zones proches du bord où  $I/I_0$  est égal à  $0,830/a$ . L'étude effectuée sur  $a = 1 ; 1,5 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 ; 8, 9$  et  $10$  donne les graphiques présentés en Figure II.45 (page 125). Pour toutes les énergies d'insolation, les évolutions de  $x_f$  en fonction de la largeur de la fente  $f$  sont similaires. Ces évolutions suivent une loi trouvée d'une manière empirique et inédite dont la forme générale est donnée en équation II. 35. Les  $R^2$  sont des coefficients de détermination.

$$x_f = a_1 + \frac{\sin(a_2 \cdot f + a_3)}{a_4 \cdot f} \quad \text{II. 35}$$

avec  $f$  : la largeur de la fente

$a_1$  : valeur de  $x$  en  $I/I_0 = 0,830/a$  pour une fente de largeur  $10\mu\text{m}$ .

$$a_1 = 0,05282 - 0,05407 \ln(a - 0,63191) \quad \text{II. 36}$$

$$R^2 = 0,99994$$

$$\text{Par ailleurs, } a_2 = \frac{6\pi}{\ln(3)} \quad \text{II. 37}$$

et

$$a_3 = \pi - 0,27007 + 0,52341 \ln(a - 0,874) \quad \text{II. 38}$$

$$R^2 = 0,99817$$

$a_4$  = variable en fonction de  $a$  (voir Tableau II.18)

a	1	1,5	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$a_4$	126	180	186	191	183	171	158	153	153	141	133

Tableau II.18 : Valeur de  $a_4$  en fonction de  $a$ .

Les différentes valeurs de  $a_1$  à  $a_4$  ont été obtenues d'une manière empirique (certains à l'aide du logiciel OriginPro7.5) afin d'approcher au mieux les valeurs de  $x_f$  par l'équation II. 35. Les équations II. 36 et II. 38 permettent de donner une équation approchée des évolutions de  $a_1$  et  $a_3$  en fonction de  $a$ . les deux courbes correspondant sont données en Figure II.44.

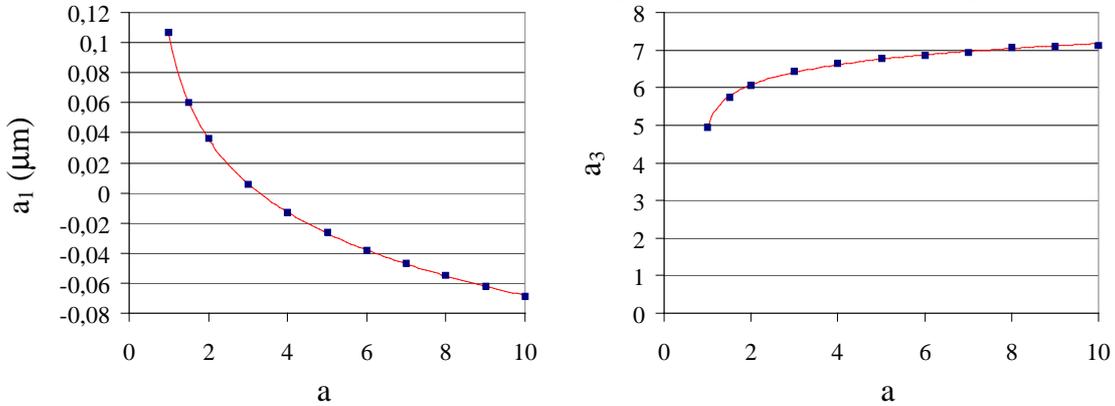


Figure II.44 : Evolution de  $a_1$  et  $a_3$  en fonction de  $a$ . En bleu pointillé : valeurs trouvées empiriquement. En rouge : courbes approchés des points en bleus.

Par soucis de clarté, les différents calculs sur les erreurs sont détaillés en Annexe II.7 et permettent de conclure sur une bonne approximation  $x_f$  issus des calculs par l'équation II. 35 et ce pour des valeurs de  $f$  supérieures ou égales à  $0,4\mu\text{m}$ .

Sur la Figure II.45 sont représentées en lignes continues les courbes issues de l'équation II. 35. L'étude effectuée sur les  $a > 4$  permet tout simplement de vérifier l'équation mais n'aura pas certainement d'applications très courantes.

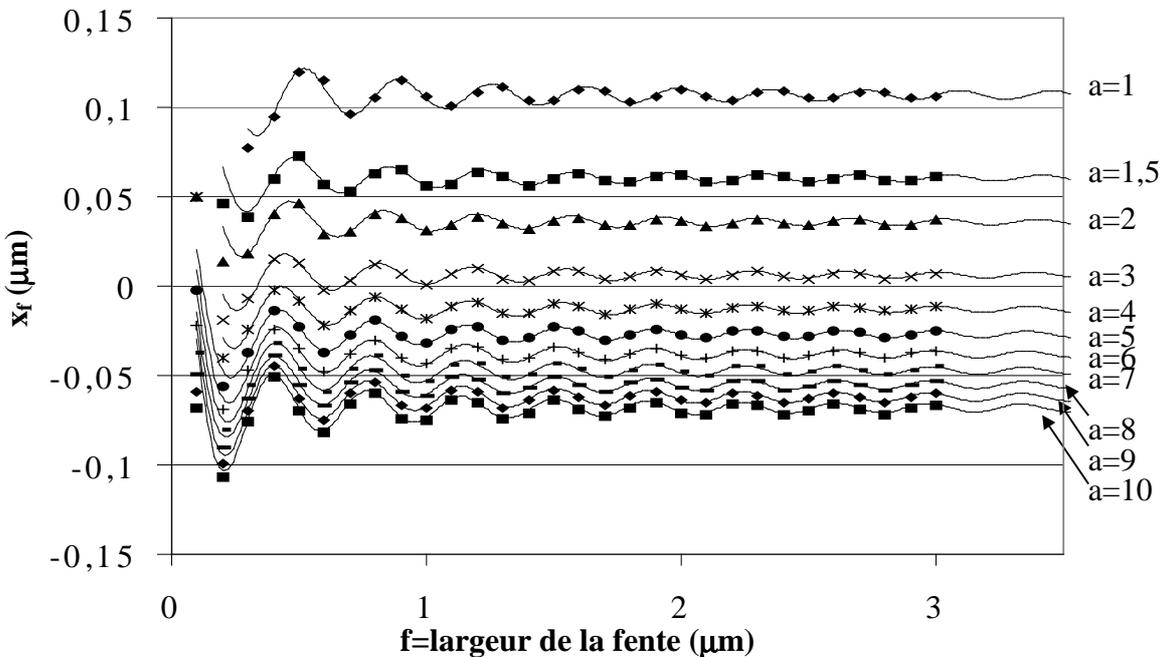


Figure II.45 : Evolution des parties non-insolées en fonctions de la largeur des fentes pour  $a=1 ; 1,5 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 ; 8$  et  $10$

Pour être plus précis, selon la valeur de  $a$ ,  $x_f$  peut correspondre à une partie sous insolée (ou non insolée) de la résine mais aussi à une partie sur-insolée. Dans le premier cas, la taille de la partie insolée est inférieure à celle de la fente réelle sur le masque. Dans le second cas, elle est supérieure.

En examinant les résultats de la Figure II.45, il est possible de conclure que pour obtenir des tailles de motifs les plus proches possibles de celles du masque, il serait plus judicieux d'insoler dans des gammes d'énergies proches de trois fois la dose optimale nécessaire pour insoler une couche de résine à travers toute largeur de fentes.

Toutefois, pour pouvoir appliquer un long temps d'insolation au moins deux conditions doivent être satisfaites pour espérer atteindre toutes les tailles de fentes jusqu'à  $0,3\mu\text{m}$  : La couche de résine doit être très fine ( $\sim 0,1\mu\text{m}$ ) et toutes les autres formes d'apport d'énergie doivent s'avérer négligeables ; Les réflexions multiples sur les substrats inférieurs et la diffraction issue des autres fentes restent alors à étudier. Néanmoins, étant donnée les études menées par ailleurs sur la diffraction par réseau de fentes [130], il ne se trouve pas important de les prendre en considération dans un premier temps. Par ailleurs, les différents matériaux déposés en dessous de la résine sont très absorbants dans l'UV. C'est pourquoi, là encore le modèle de diffraction étudié ici peut s'avérer suffisant.

### 8.3.1 Application pratique

Une fois cette étude accomplie, il devient incontournable de faire un rapprochement entre les résultats obtenus (de  $I/I_0$ ) et les valeurs de l'énergie en pratique.

Tout d'abord, il faut déterminer le temps d'insolation optimal. Pour cela, en pratique plusieurs temps sont essayés jusqu'à avoir un temps permettant une bonne insolation de toute l'épaisseur de la résine à travers toutes les fentes. Dans notre cas, les temps choisis étaient de 1s ; 1,5s et 2s. Pour le premier temps, l'insolation n'est pas suffisante. Par contre, pour les deux derniers, l'insolation est complète sur toute la résine d'épaisseur environ  $0,13\mu\text{m}$ . Or, étant donné la faible épaisseur de résine et le pas de temps choisi, la valeur du temps optimal doit être affinée. Pour cela, les conditions d'insolation doivent être connues plus précisément. Pour ce faire, il est possible de se servir d'une étude effectuée sur la même résine déposée à environ  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ainsi, en utilisant le contraste  $\gamma$  de la résine il sera possible de déterminer le temps d'insolation optimal pour une épaisseur très fine.

Le graphique de la Figure II.46 traduit l'évolution de l'épaisseur de la résine photosensible après avoir subi une exposition aux UV et après développement. Au départ, aucune variation de l'épaisseur n'est constatée jusqu'à une valeur seuil appelée ici  $E_0$ .  $E$  est alors la quantité d'énergie minimale nécessaire pour que la résine soit insolée sur toute l'épaisseur.

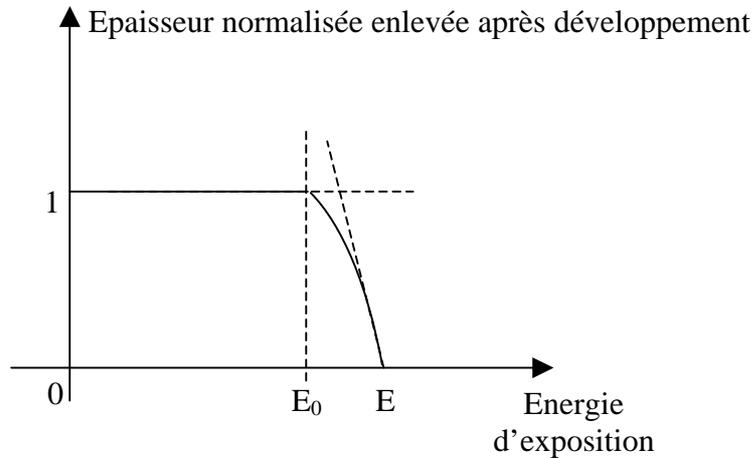


Figure II.46 : Evolution typique de la partie insolée de la résine en fonction de la dose d'énergie d'exposition.

Le contraste  $\gamma$  de la résine est défini comme suit [131]:

$$\gamma = \left( \log \left( \frac{E}{E_0} \right) \right)^{-1}$$

II. 39

Sachant que le temps d'insolation a été optimisé sur une épaisseur de résine relativement grande ( $1\mu\text{m}$ ) et connaissant le contraste  $\gamma$  de la résine ( $\sim 3,9$ ), il est possible de déterminer le temps nécessaire à l'insolation d'une couche de résine très fine, soit environ 1,3s. Par la suite, l'énergie correspondant à  $1,3xI_0$  sera l'équivalent de  $I/I_0=0,830$  présenté précédemment.

Une parenthèse : Lors de la réalisation des guides d'onde et après une comparaison au microscope optique entre la taille des motifs du masque et celle des motifs réalisés avec 1,5s de temps d'insolation, on observait que certains motifs comme les espacements entre les guides et les anneaux étaient plus petits sur l'échantillon réalisé que sur le masque. Pour cette raison, le temps d'insolation avait été intuitivement choisi égal à 2 secondes afin d'augmenter la taille de ces espacements. Grâce à cette étude, il est maintenant possible de dire que ce temps correspond à environ 1,5 fois le temps d'insolation optimal.

Concernant l'évaluation de l'influence du temps d'insolation, des essais ont été effectués avec la résine SPR0.14 ( $\sim 0,13\mu\text{m}$ ) déposée sur du silicium et avec des temps d'insolation de 2s, 4s et de 8s afin d'estimer pratiquement l'évolution de la taille des motifs en fonction de l'énergie d'insolation. La Figure II.47 montre d'une part des photos effectuées à l'aide d'un microscope optique et d'autre part, des images AFM sur des zones où l'espacement entre guide et anneau est d'environ  $0,8\mu\text{m}$  et la largeur du guide est de  $1,2\mu\text{m}$  sur le masque.

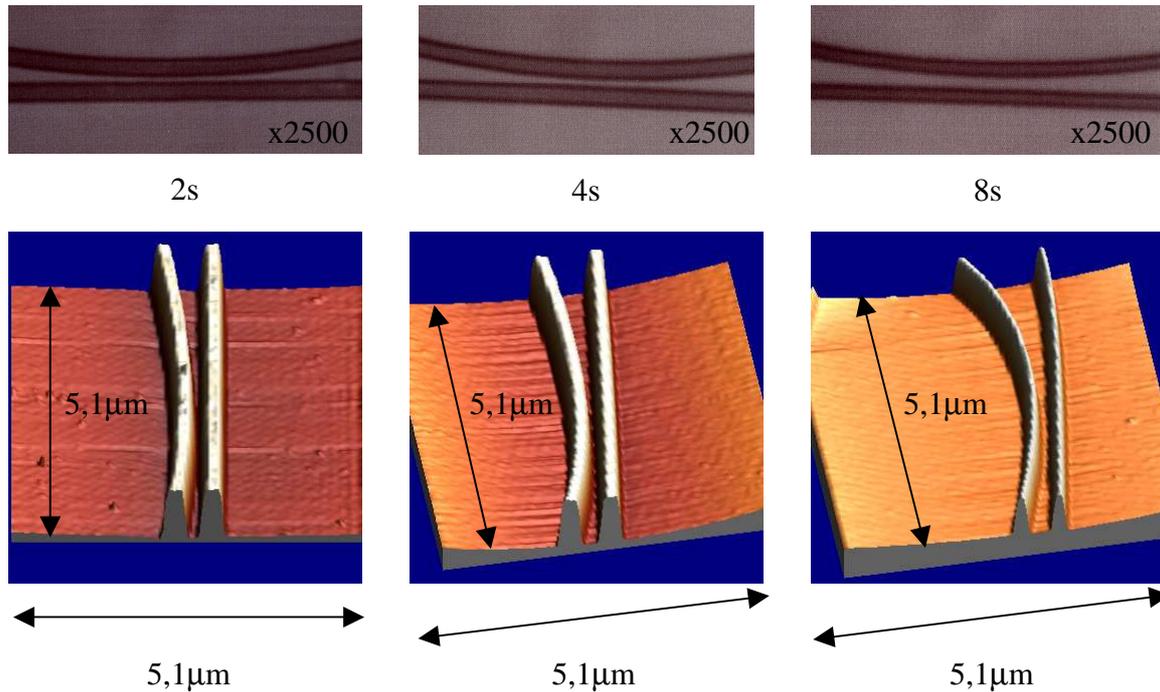


Figure II.47 : Evolution des dimensions des gaps et des guides en fonctions du temps d'insolation (2s, 4s, 8s). En haut photo en microscopie optique (x2500). En bas, image AFM sur des surfaces de  $5,1 \times 5,1 \mu\text{m}^2$ . L'espacement entre guide et anneau est d'environ  $0,8 \mu\text{m}$  et la largeur du guide est de  $1,2 \mu\text{m}$  sur le masque.

Ces premières tentatives d'estimation des largeurs de fentes se sont révélées infructueuses car les méthodes de mesures utilisées ne permettent pas d'avoir d'une manière précise la largeur de la partie insolée sur la couche inférieure de la résine. Pour cela des pointes AFM très fines permettraient d'explorer plus précisément le fond de l'échantillon ; pointes non disponibles au moment de la mesure. Néanmoins, il est possible d'affirmer sans se tromper beaucoup que les réflexions multiples sur le silicium sont très faibles car si l'énergie issue de ces derniers était suffisante toute la résine aurait dû être insolée pour le temps relativement long de 8s soit plus de 6 fois le temps d'insolation optimal.

### 8.3.2 Estimation de la taille des motifs sur le masque

De nos jours, il n'existe pas de méthodes courantes permettant d'estimer précisément la taille réelle des motifs sur les masques. La seule donnée accessible est la taille initiale prévue sur le papier et la précision de la technologie de réalisation des masques donnée par le fabricant. La méthode présentée ci-après pourrait servir pour l'estimation des motifs sur le masque.

Sachant que la taille originelle de la fente est égale à la taille de l'ouverture obtenue dans la résine à une énergie donnée à laquelle il faut ajouter le double de la partie non insolée (ou sur-insolée) soit :  $f = f_{\text{mesurée}} + 2 \cdot x_{f,a}$  (II. 40).  $x_{f,a}$  est la partie non insolée de la résine pour un coefficient  $a$  donné,  $a$  correspond à celui utilisé dans  $I/I_0=0,830/a$  pour le tracé des courbes de la Figure II.45.

Si le constructeur du masque annonce que les motifs sont réalisés avec une précision de  $0,1\mu\text{m}$  et en prenant le cas d'une fente de  $0,8\mu\text{m}$  on aura par exemple :

$$f_{0,8\mu\text{m}} = f_{\text{mesurée pour } a=1} + 2 \cdot x_{0,8 ; 1} \quad \text{II. 41}$$

$$f_{0,8\mu\text{m}} = f_{\text{mesurée pour } a=2} + 2 \cdot x_{0,8 ; 2} \quad \text{II. 42}$$

$$f_{0,8\mu\text{m}} = f_{\text{mesurée pour } a=3} + 2 \cdot x_{0,8 ; 3} \quad \text{II. 43}$$

etc.

Si toutes les valeurs de  $f_{0,8\mu\text{m}}$  tendent vers une valeur, il devient ainsi possible d'estimer la taille de la fente sur le masque (opération très difficile à réaliser normalement avec une méthode de mesure non destructive). Par ailleurs, si tous les  $f_{0,8\mu\text{m}}$  tendent vers une valeur  $v$  (par exemple  $v=0,7\mu\text{m}$ ) et étant donnée l'erreur annoncée par le constructeur, les calculs effectués avec  $f_{0,8\mu\text{m}}$  doivent être aussi vérifiés pour  $f_{0,7\mu\text{m}}$ .

### 8.3.3 Nouvelle définition de la résolution

Généralement, la résolution donnée en littérature est proportionnelle à  $\text{const} \cdot \sqrt{\lambda e}$  où  $\lambda$  est la longueur d'onde d'insolation,  $e$  l'épaisseur de la résine et  $\text{const}$  est une constante dans la plupart des cas égale à  $\sqrt{2}$  [132]. Or, en ayant étudié plus précisément le problème de diffraction, ces définitions sont valables lorsque l'épaisseur de la résine est suffisamment grande devant la taille de fente. Ces formules deviennent délicates à appliquer dans le cadre d'une épaisseur de résine de  $0,13\mu\text{m}$ .

En reprenant, l'équation II. 36 et en étudiant dans le cas général  $I/I_0$  en fonction de  $a$ , il est possible de donner l'évolution moyenne des fentes obtenues dans la résine en fonction des temps d'insolation. En effet, la valeur de  $a_1$  donne la valeur moyenne de la partie sous-insolée ou sur-insolée sur l'un des bords d'une fente  $f$ . Par la suite, pour avoir la taille de la fente réelle obtenue après insolation  $f_r$ , il suffit de soustraire  $2x_{a_1}$  à  $f$  (équation II. 44).

$$f_r = f - 2 \cdot a_1 \quad \text{II. 44}$$

Les valeurs réelles  $x_{f;a}$  oscillent autour de  $a_1$  avec une amplitude qui varie en  $1/a_4$  dont la valeur moyenne vaut  $6,3 \cdot 10^{-3}$  et l'écart type  $9 \cdot 10^{-4}$ . Ainsi, en effectuant un calcul sur la moyenne  $a_1$  au lieu des vraies valeurs de  $x_{f;a}$  l'erreur maximale résultante en valeur absolue sera de  $1,26 \cdot 10^{-2}$ . Cette valeur reste acceptable pour avoir un ordre d'idée de  $f_r$ .

Pour des valeurs très précises, les  $x_{f,a}$  présentées sur la Figure II.45 et obtenues grâce à l'équation II. 35 pourront être utilisées à la place de  $a_1$ .

### 8.3.4 Conclusion

Pour résumer, cette étude permettra tout d'abord d'estimer la taille des motifs en fonction de l'énergie d'insolation et non seulement pour des valeurs optimales de cette dernière.

Ensuite, les calculs effectués montrent qu'il est préférable d'insoler avec une énergie triple de la valeur optimale afin de se rapprocher au mieux des tailles de motifs présents sur le masque. Ceci a aussi été vérifié sur des épaisseurs de  $0,5\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ .

Par ailleurs, la souplesse que peut offrir l'optique en terme de largeur de guide (un guidage peut être monomode que pour une gamme de largeurs de guides), il devient possible d'estimer a priori le temps d'insolation afin d'agrandir la taille des fentes (tout en réduisant la largeur des guides). Ceci peut servir pour une étude rapide et ponctuelle sans pour autant réaliser un nouveau masque. De plus, il est montré (annexe II.6) qu'il peut être possible de réaliser des ouvertures dans la résine jusqu'à  $0,2\mu\text{m}$ . Bien évidemment ceci reste théorique et demande un excellent plaquage de la résine sur le masque pendant l'insolation sans intercalation d'impuretés d'une part, et d'autre part, tous les autres motifs doivent avoir des tailles surdimensionnés lors de la conception du masque afin d'atteindre par la suite avec une grande énergie d'insolation les motifs désirés.

Enfin, sous réserve d'être vérifiée pratiquement, nous proposons une méthode pour estimer la taille réelle des motifs sur le masque, en opérant avec plusieurs temps d'insolation.

### 8.3.5 Généralisation

#### N°1

Dans la plupart des cas, les fentes de  $0,9\mu\text{m}$  ne sont pas prévues sur le masque et le temps d'insolation optimal peut être estimé à partir des grandes fentes ( $>10\mu\text{m}$ ). Pour rappel, le temps d'insolation optimal choisi dans cette étude est celui qui est nécessaire pour insoler toute l'épaisseur de la résine (loin des bords des motifs), les motifs restant sous insolés sur les bords à cause de la diffraction.

Dans le cas où les grandes fentes sont prises en référence,  $I/I_0$  nécessaire pour insoler toute l'épaisseur de la résine n'est plus  $0,830$  mais  $0,911$  (premier minimum pour une diffraction par une fente  $f=10\mu\text{m}$ ). Il est alors possible de considérer la nouvelle variable

$$b = \frac{0,911}{0,830} a .$$

Par exemple, pratiquement s'il faut un temps  $t$  pour insoler toute l'épaisseur de la résine à travers une fente de  $0,9\mu\text{m}$ , l'étude précédente a montré qu'il faut insoler pendant  $3.t$  pour se rapprocher de la taille des motifs du masque.

Si maintenant le temps d'insolation optimal  $t'$  est trouvé à partir de grandes fentes ( $10\mu\text{m}$ ). Dans ce cas, afin de se rapprocher de la taille des motifs du masque pour toutes les tailles de fentes, il faut insoler pendant  $t.b$  en prenant  $a=3$ , soit  $3t \cdot \frac{0,911}{0,830} \approx 3,3t$  et non  $3t$ .

Cette remarque est évidemment valable lorsque le temps d'insolation optimal est obtenu à partir d'une couche de résine insolée en plein champ pour lequel  $I/I_0=1$ . Dans ce cas, la nouvelle variable devient :  $c = \frac{1}{0,830} a$  et pour se rapprocher de la taille des motifs du masque pour toutes les tailles de fentes, il faudra insoler pendant  $3,6t$ .

## N°2

Des comparaisons ont été aussi effectuées en prenant  $e=0,5\mu\text{m}$  et  $e=1\mu\text{m}$  d'une part, et, d'autre part en introduisant un indice de réfraction  $n=1,7$  dans les cas où  $e=0,13\mu\text{m}$ .

Pour des épaisseurs de  $0,5\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$  les évolutions de  $a_1$  suivent celles des équations II. 45 et II. 46 :

$$e=0,5\mu\text{m} : \begin{aligned} a_1 &= 0,14083 - 0,1436 \ln(a - 0,14859) \\ R^2 &= 0,99992 \end{aligned} \quad \text{II. 45}$$

$$e=1,0\mu\text{m} : \begin{aligned} a_1 &= 0,23633 - 0,2287 \ln(a + 0,12778) \\ R^2 &= 0,99939 \end{aligned} \quad \text{II. 46}$$

En introduisant maintenant un indice de réfraction  $n=1,7$  (indice de la résine utilisée dans cette étude), l'équation II. 32 devient :

$$\begin{aligned} \frac{I}{I_0} &= |B|^2 \lambda \cdot e \cdot \left[ \int_0^f \left[ \frac{1}{4\pi s^3} \cos\left(\frac{2\pi \cdot n}{\lambda} s\right) + \frac{1}{2\lambda} \frac{s+e \cdot n}{s^2} \sin\left(\frac{2\pi \cdot n}{\lambda} s\right) \right] d\xi \right]^2 \\ &+ \left[ \int_0^f \left[ \frac{1}{4\pi s^3} \sin\left(\frac{2\pi \cdot n}{\lambda} s\right) - \frac{1}{2\lambda} \frac{s+e \cdot n}{s^2} \cos\left(\frac{2\pi \cdot n}{\lambda} s\right) \right] d\xi \right]^2 \end{aligned} \quad \text{II. 47}$$

et dans ce cas, l'évolution de  $a_1$  suit l'équation II. 48 suivante :

$$a_1 = 0,04249 - 0,04499 \ln(a - 0,49178) \quad \text{II. 48}$$

$$R^2 = 0,99998$$

Il est possible de suivre l'évolution de la valeur moyenne  $a_1$  des parties sous-insolées ou sur-insolées en fonction de  $a$ ,  $e$  et  $n$  sur la Figure II.48. Les valeurs de  $I/I_0$  ont été déterminées pour chaque épaisseur. Ainsi, pour  $e=0,5\mu\text{m}$ ,  $I/I_0=0,700$  obtenu pour une fente de  $1,3\mu\text{m}$  et Pour  $e=1\mu\text{m}$ ,  $I/I_0=0,658$  obtenu pour une fente de  $1,7\mu\text{m}$ .

Rappelons que la valeur de  $I/I_0$  est celle nécessaire pour insoler toute l'épaisseur de la résine au centre des fentes et ce pour toutes les largeurs  $f$ .

Aucune équation permettant de relier  $a_1$  à  $\lambda$ ,  $e$  et  $n$  n'a pu être trouvée pour le moment.

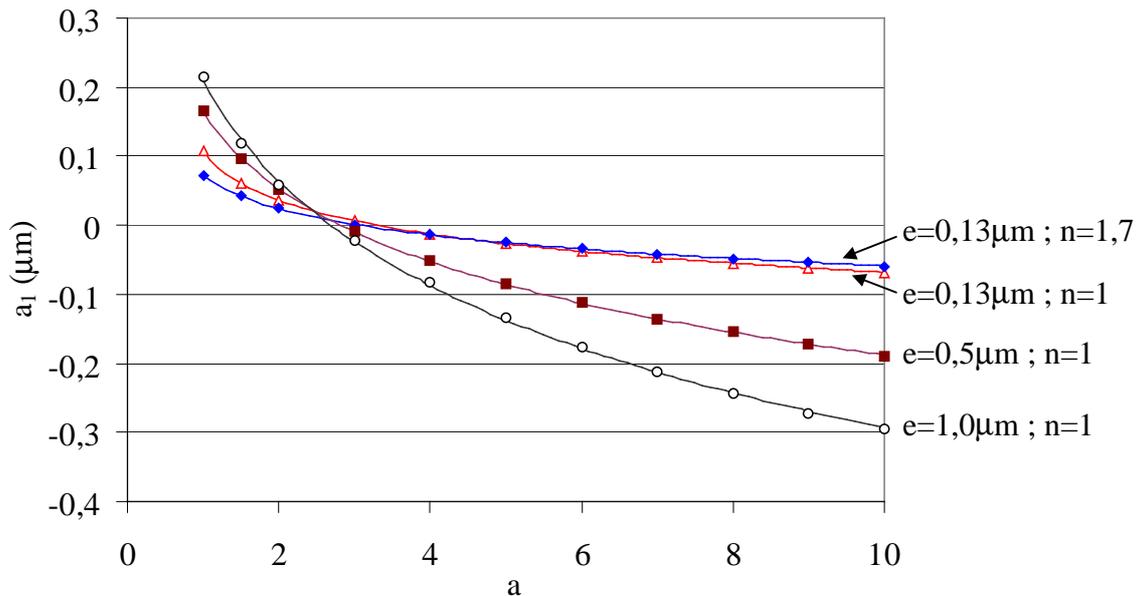


Figure II.48 : Evolution de  $a_1$  en fonction de  $a$ , de  $n$  et de  $e$ .

L'on constate que pour la faible épaisseur  $e=0,13\mu\text{m}$ , peu de différences existent dans l'évolution de  $a_1$  en fonction de  $a$  selon que l'on prenne en compte un indice de réfraction égal à 1 ou 1,7. De plus, dans ces cas, la décroissance de ces courbes en fonction de  $a$  est très lente. Ceci permet de pouvoir contrôler plus aisément la taille des motifs au final en agissant sur le temps d'insolation.

Notons que pour toutes les épaisseurs étudiées ici,  $a_1$  est proche de zéro pour  $a=3$ . Autrement dit, quelque soit l'épaisseur, le temps nécessaire pour se rapprocher de la taille des motifs du masque est trois fois le temps optimal nécessaire pour insoler toute l'épaisseur de la résine.

Toutefois, pour des épaisseurs plus grandes ( $0,5\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ ) l'évolution de  $a_1$  en fonction de  $a$  devient de plus en plus rapide avec l'augmentation de l'épaisseur. Ceci implique que la moindre variation dans le temps d'insolation engendre beaucoup de variation sur la taille du motif ; Ceci pourrait être utilisé pour faire varier la taille de larges motifs.

### 8.3.6 Limites

Dans le cadre de la diffraction étudiée précédemment et tant que la fente est grande devant la longueur d'onde, la diffraction a lieu sans déviation importante de la lumière. Et, plus la taille de la fente est faible plus la diffraction est importante jusqu'à remplir tout le demi-espace à  $\lambda/2$  [133] (voir Figure II.49a).

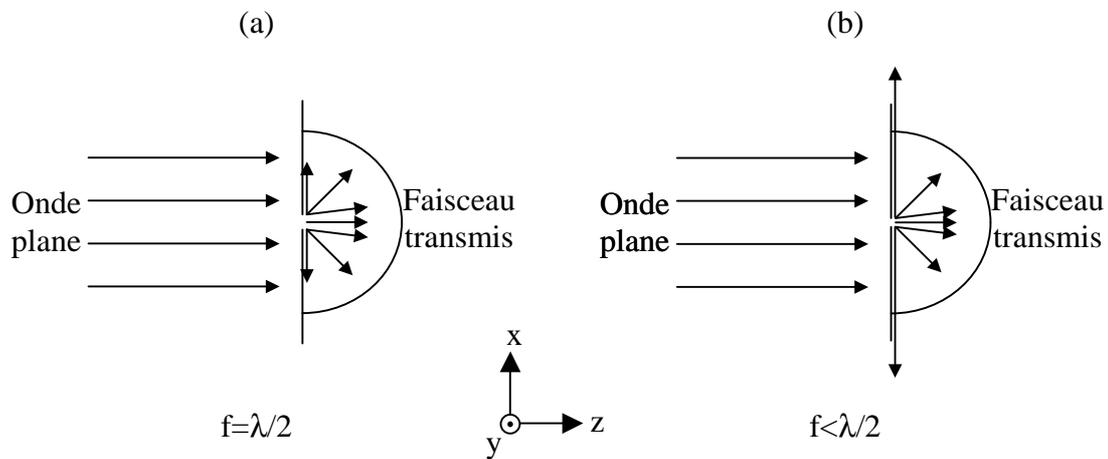


Figure II.49 : Représentation du faisceau transmis après diffraction par une fente. (a)  $f=\lambda/2$ . (b)  $f<\lambda/2$ . [133]

Pour des longueurs de fentes inférieures à  $\lambda/2$ , les vecteurs d'onde ont une composante suivant  $z$  purement imaginaire. Les champs sont très vite atténués suivant  $z$  et se propagent dans le plan  $xoy$  (Figure II.49b) [133].

Concernant la photolithographie à  $375\text{nm}$ , si tout est parfait (plaquage de la résine contre le masque, épaisseur de la résine très homogène), il est possible d'atteindre une résolution extrême d'environ  $0,3\mu\text{m}$  pour une épaisseur de résine d'environ  $0,13\mu\text{m}$ . Par contre pour les raisons avancées précédemment les fentes de  $0,2\mu\text{m}$  ne pourront jamais être réalisées avec cette longueur d'onde. Néanmoins, il reste possible d'atteindre cette valeur en jouant sur l'énergie d'insolation. Par exemple, une fente de  $0,4\mu\text{m}$  sous insolée peut au final donner une ouverture de  $0,2\mu\text{m}$  de largeur ; bien évidemment, toutes les dimensions par ailleurs devraient être sous proportionnées.

8.3.7 Comparaison avec la diffraction de Fresnel

L'étude précédente menée avec l'approximation de Fresnel appliquée à une fente, montre quelques différences avec les résultats issus de l'équation II. 32.

En effet, si l'on considère le cas d'une épaisseur de  $0,13\mu\text{m}$  et un indice de réfraction après la fente égale à 1 comme dans le cas étudié au départ, on constate que la valeur de  $I/I_0$  à utiliser n'est plus issue de la fente  $0,9\mu\text{m}$  mais de la fente  $f=1,3\mu\text{m}$ , ce qui nous donne  $I/I_0=0,585$ . En prenant cette valeur en compte pour le calcul de  $a_1$ , on s'aperçoit qu'un écart existe dans l'évolution de  $a_1$  en fonction de  $a$  par rapport au cas précédent. Ceci est illustré par la Figure II.50 et les valeurs de  $a_1$  sont données dans le Tableau II.19.

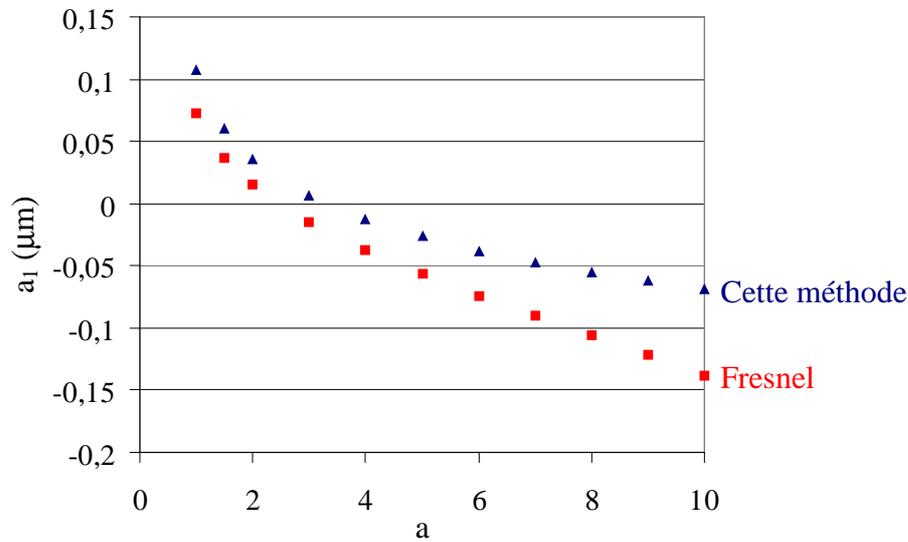


Figure II.50 :Evolutions de  $a_1$  en fonction de  $a$  obtenues par la méthode présentée dans ce paragraphe (en noir) et par l'approximation de Fresnel (en rouge).

a	$a_1$ (Fresnel)	$a_1$ (méthode actuelle)	différences
1	0,073	0,107	0,034
1,5	0,037	0,06	0,023
2	0,015	0,036	0,021
3	-0,015	0,006	0,021
4	-0,037	-0,013	0,024
5	-0,056	-0,026	0,03
6	-0,074	-0,038	0,036
7	-0,09	-0,047	0,043
8	-0,106	-0,055	0,051
9	-0,122	-0,062	0,06
10	-0,138	-0,069	0,069

Tableau II.19 : Valeurs de  $a_1$  en fonction de la méthode utilisée.

Ainsi suivant la précision recherchée, les valeurs issues de la théorie de diffraction de Fresnel peuvent suffire. Notons néanmoins, que si l'on considère la valeur  $2xa_1$ , la différence entre ces deux méthodes est  $0,042\mu\text{m}$  pour  $a=3$  à laquelle peuvent s'ajouter les erreurs d'approximation faites sur  $a_1$  (à comparer aux valeurs de  $x_{f,a}$ ).

Ainsi, la valeur de  $0,042\mu\text{m}$  représente environ 10% de la taille d'une fente de  $0,4\mu\text{m}$ , jusqu'à 5% de la taille d'une fente inférieure à  $0,9\mu\text{m}$  et jusqu'à 2% pour des fentes inférieures à  $2,2\mu\text{m}$ .

Pour finir, l'étude menée précédemment sur la diffraction a seulement pu être tester sur la résine 0.14 avec trois temps d'insolation différents. Cette étude reste à approfondir afin de pouvoir confirmer les résultats obtenus théoriquement. La maîtrise de la résolution de la photolithographie permettra d'améliorer les réponses spectrales des micro-résonateurs.

Par manque de temps, l'étude de l'influence des temps d'insolation sur les réponses spectrales des filtres à base de micro-anneaux n'a pas pu être réalisée pour le moment.

Néanmoins, la simple utilisation de la résine 0.14 avec un temps d'insolation de 1,5 fois le temps optimal a permis dans un premier temps de pouvoir améliorer sensiblement la résolution de la photolithographie permettant de se rapprocher de la taille des motifs présents sur le masque.

## 9. La gravure

Une fois l'étape de la photolithographie franchie avec une nette amélioration sur la résolution, suivra alors l'étape de gravure de l'échantillon afin d'obtenir les motifs finaux.

Pour commencer, la Figure II.51 montre clairement les étapes restantes. D'une part, le choix de la couche non organique et la méthode pour la graver. D'autre part, la gravure du polymère de cœur afin d'aboutir aux motifs désirés.

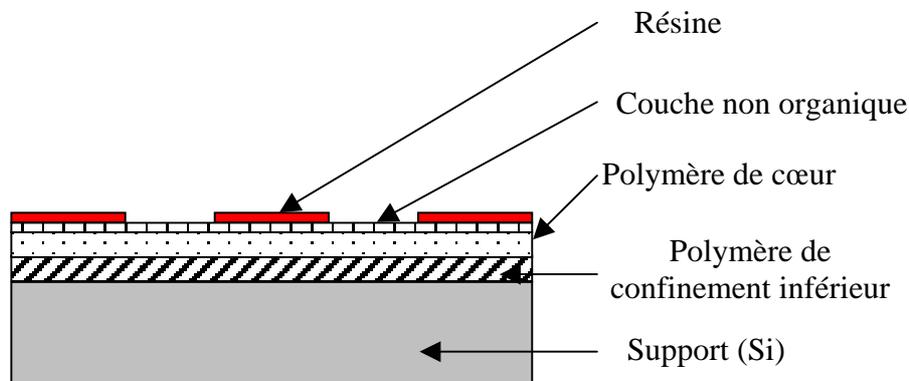


Figure II.51 : Représentation schématique des différentes étapes réalisées avant la gravure.

Il est donc nécessaire de faire une parenthèse sur le choix de la couche non organique et son dépôt avant de présenter la gravure.

Rappelons que la couche non organique à l'origine de toute l'étude thermique présentée précédemment est indispensable. Cette couche permet de protéger le polymère du solvant de la résine d'une part et, assurera le rôle de deuxième couche de masquage avec la résine pendant la gravure du polymère. En effet, avec une épaisseur de  $0,13\mu\text{m}$ , la résine seule ne suffit plus pour graver tout le polymère.

## 9.1 La couche non organique

De part un double rôle de protection et de masquage, la couche non organique s'avère indispensable dans le présent procédé de réalisation des fonctions optiques en polymères. Au départ, une étude a été réalisée sur des matériaux dont les cibles existent au CLO dans la machine de dépôt par pulvérisation cathodique. Ces matériaux sont Au, Si, Al,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et  $\text{SiO}_2$ .

De plus, une fois que cette couche a joué son rôle de protection contre le solvant de la résine et de masquage lors de la gravure RIE, elle jouera encore un dernier rôle de protection et de consolidation des guides gravés permettant un dépôt de superstrat (gaine supérieure) sans cassure des motifs. C'est pourquoi, au lieu d'éliminer cette couche une fois la gravure du polymère terminée, un second dépôt est réalisé afin de recouvrir les parties inter-motifs « nues » après la gravure RIE. Au final, le matériau non organique devra recouvrir entièrement les motifs.

Pour cette raison, sur le plan optique, la préférence s'est portée très rapidement sur la silice car au vu des polymères utilisés pour le cœur et la gaine, la silice (diélectrique) possède un indice de réfraction (Tableau II.20) intermédiaire permettant de garder des indices effectifs très proches de la modélisation effectuée en amont. Aussi, elle permet d'éviter les sauts d'indice brutaux (avec l'utilisation de Si ou  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ou des réflexions (voir des effets plasmon) avec les métaux.

Matériaux	Indices de réfraction ; n
Au	$1,44^*$ [134]
Si	$\sim 3,4$
Al	$0,18^*$ [134]
$\text{Si}_3\text{N}_4$	$\sim 2,0$
$\text{SiO}_2$	1.447
PMMA (matériau de cœur)	1.481
PMMI (matériau de cœur)	1.522
PMATRIFE (matériau de gaine)	1.409

Tableau II.20 : Indice de réfraction de divers matériaux.

\* Pour les métaux en général et particulièrement pour l'aluminium et l'or, les coefficients (ou indice) d'extinction k sont très élevés. k est égal à 16 pour l'aluminium et à 10,2 pour l'or. (l'indice complexe  $n_c = n + ik$ )

Une étude a cependant été réalisée sur chacun des matériaux non organiques afin d'obtenir les plus grandes vitesses de dépôts en premier lieu. Dans cette première étude, les différents dépôts ont été réalisés sur des substrats de silicium.

Cependant, lorsque ces couches non organiques ont été déposées sur une couche de PMMA dans les mêmes conditions, des apparitions de rides ont eu lieu, bien que la couche de polymère ait subi un traitement thermique optimisé (150°C/4h).

Par la suite et pour les raisons sur l'indice de réfraction avancées précédemment, seuls les dépôts de silice ont été optimisés afin de ne plus avoir de rides sur le PMMA.

Pour commencer, notons que dans la plupart des cas, lorsqu'il est nécessaire d'optimiser les conditions d'un dépôt, un plan d'expérience est mis en place. Ce dernier permet quelquefois avec très peu d'expérience, de choisir les différents paramètres nécessaires pour s'approcher des conditions initialement prévues pour le dépôt. Ces conditions peuvent par exemple être une grande vitesse de dépôt ou bien une grande homogénéité dans la couche déposée.

Un plan d'expérience a été réalisé pour l'étude menée précédemment pour l'obtention d'une grande vitesse de dépôt.

Par contre, concernant l'obtention des conditions de dépôt pour la silice et pour lesquelles les rides n'apparaissent plus sur le PMMA, quelques essais ont été suffisants.

Notons qu'à l'instar de la RIE utilisée par la suite pour la gravure, dans notre cas, la pulvérisation cathodique dépend de trois paramètres principaux sur lesquels un opérateur peut agir. Ces paramètres sont : la puissance, la pression de l'enceinte et les débits des gaz utilisés.

Du reste, le mécanisme de la pulvérisation reste très complexe. C'est pourquoi, afin de ne pas s'écarter du but de cette thèse, seuls des essais de dépôts ont été réalisés en faisant varier les trois paramètres présentés précédemment.

De cette manière, la meilleure vitesse de dépôt obtenue sans apparition de rides est de  $8\text{nm}\cdot\text{min}^{-1}$ , avec les paramètres suivants (machine utilisée : Plassys, MP550S) :

- Puissance RF (Radio Fréquence) : 600W
- Pression de l'enceinte : 10mTorr
- Débit d'oxygène :  $8\text{cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$
- Débit d'argon :  $\sim 68\text{cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$  cette valeur peut varier de  $\pm 2\text{cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$  ; ceci permet de régler la pression à 10mTorr.

Par ailleurs, un temps de dépôt de 2 minutes permet d'obtenir environ 16nm d'épaisseur de silice ; cette valeur semble suffisante car après le dépôt de la résine aucune interaction ne semble avoir lieu avec le polymère.

De plus, cette faible épaisseur permet amplement, en servant de couche de masquage de graver entre  $1\mu\text{m}$  et  $3\mu\text{m}$  de polymères (pour tous les polymères utilisés).

## 9.2 La gravure

A ce stade de la réalisation, les motifs sont alors en résine qui servira de couche de masquage pour un transfert de masque vers la couche non organique.

La dernière étape restante pour l'obtention des motifs désirés est la gravure. Un grand nombre de type de gravure existe ; voir chapitre I. Néanmoins, la RIE souvent adoptée pour la gravure des polymères est utilisée dans cette étude. L'équipement employé est une Nextral 110.

Bien que cette technique soit très couramment utilisée, les paramètres influençant la gravure sont à optimiser afin d'obtenir les motifs les plus proches de ceux désirés.

Toutefois, l'optimisation de ces paramètres doit se faire pour la gravure de deux matériaux différents : la silice et les polymères.

Semblablement au dépôt par pulvérisation cathodique, l'optimisation de la gravure s'est faite aussi grâce à des essais ciblés en faisant varier convenablement les paramètres accessibles (pression, puissance, débit des gaz).

### 9.2.1 Gravure de la silice

Pour graver la fine couche de silice selon les motifs désirés, la résine fine (~0,13µm) sert alors de couche de masquage.

Au départ, la couche de silice était gravée à l'aide d'une solution BOE\* (gravure humide).

Très rapidement, cette technique a été abandonnée au privilège de la gravure sèche (RIE) ; ceci évite la préparation et la manipulation d'une solution liquide relativement dangereuse.

Après quelques ajustements sur les différents paramètres, les conditions de gravure de la silice retenues sont les suivantes :

- Puissance : 100W
- Débit d'oxygène :  $1\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$
- Débit de  $\text{SF}_6$  :  $5\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$
- Pression de l'enceinte : 20mTorr.
- Temps de gravure 20s (pour l'épaisseur 16nm choisie précédemment)

---

\* BOE : Buffered Oxide Etch, ( $\text{NH}_4\text{-HF-H}_2\text{O}$ )

### 9.2.2 Gravure du polymère

Pour la silice, l'anisotropie de gravure n'était pas importante en raison de l'épaisseur très petites (16nm). En revanche, pour la gravure du polymère ce critère devient primordial. C'est pourquoi cette étape a nécessité une étude plus rigoureuse.

Au départ de cette thèse, un procédé de gravure était utilisé sans optimisation au préalable des différents paramètres. Ce procédé était le suivant :

- Puissance : 100W
- Débit d'oxygène :  $50\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$
- Pression de l'enceinte : 95mTorr.

Les guides obtenus étaient loin de posséder des flans droits (Figure II.52). Cet aspect correspond à des conditions où la gravure chimique est avantagée sur la gravure physique. Cette forme de gravure est plutôt isotrope.

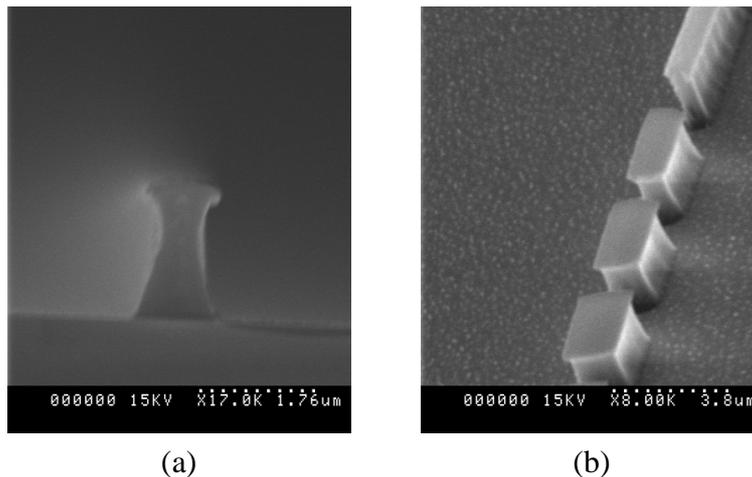


Figure II.52 : Photo MEB des motifs PMMA gravés avec la méthode gravure non optimisée. (a) Photo MEB(x17000) d'un guide droit. (b) Photo MEB (x8000) d'un adaptateur de mode segmenté.

Une étude du procédé de gravure est alors nécessaire pour l'optimisation des paramètres et ce afin d'obtenir une gravure anisotrope et par conséquent des flans de motifs les plus droits possibles.

Bien que les mécanismes de gravure soient complexes, nécessitant des études systématiques, il est possible d'optimiser rapidement les différents paramètres en se rappelant de quelques phénomènes généraux.

La pression est liée au libre parcours moyen des particules accélérées ; plus la pression est faible plus le libre parcours moyen est élevé favorisant une gravure plus énergique et

anisotrope (gravure physique). Il en est de même avec l'augmentation de la puissance. Quant au débit des gaz, ce dernier doit être suffisant pour assurer le renouvellement des espèces réactives.

Dans un premier temps, des essais ont été réalisés dans les mêmes conditions de puissance et débit de gaz qu'auparavant mais avec une pression d'enceinte faible (10mTorr).

L'on constate alors une nette amélioration dans le profil des motifs gravés (Figure II.53). Ceci se justifie par une gravure physique favorisée par rapport à la gravure chimique isotrope.

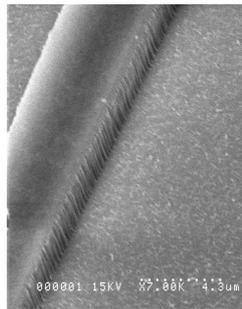


Figure II.53 : Photo MEB (x7000) d'un guide PMMA gravé sous une pression d'enceinte de 10mTorr.

Par la suite, cette dernière valeur de pression est utilisée afin de voir l'effet de la puissance sur la gravure.

Pour cet essai, les conditions de gravure sont les suivants :

- Puissance : 150W
- Débit d'oxygène :  $50\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$
- Pression de l'enceinte : 10mTorr.

Avec cette puissance, la gravure semble avoir gagné en anisotropie. Cependant, la surface supérieure des guides est complètement détériorée (Figure II.54). Ce phénomène correspond très probablement à l'abrasion de la couche de silice par bombardement ionique

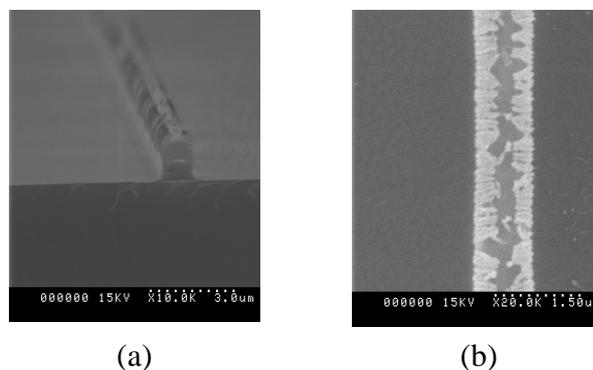


Figure II.54 : Photo MEB de motifs PMMI gravés avec une puissance de 150W. (a) guide vu en coupe. (b) guide vu de dessus.

Par la suite, et, tout en gardant la pression de 10mTorr, un plan d'expérience a été réalisé, dans les domaines de puissance et de débit d'oxygène suivants :

Puissance : entre 100W et 125W, afin d'éviter le problème rencontré précédemment.  
Débit d'oxygène : entre 20mTorr et 40mTorr

Les meilleures conditions de gravure ainsi obtenues sont :

- Puissance : 125W
- Débit d'oxygène :  $20\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$
- Pression de l'enceinte : 10mTorr

Le résultat de cette optimisation est donné en Figure II.55.

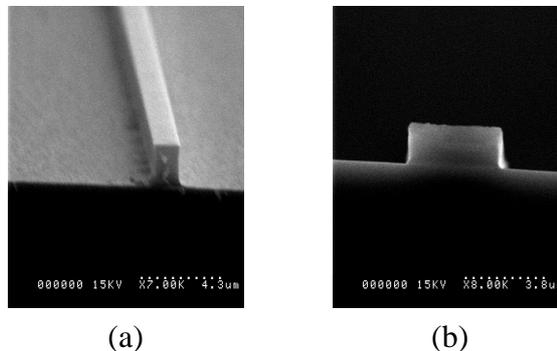


Figure II.55 : Photo MEB de guides droits. (a) guide PMMI ( $x7000$ ) ( $1,3 \times 1,5 \mu\text{m}^2$ ). (b) guide PMMA ( $x8000$ ) ( $4 \times 2,3 \mu\text{m}^2$ ).

Il est à noter que dans les mêmes conditions de gravure, la forme des motifs obtenus avec le PMMA et le PMMI est identique à la seule condition de faire la gravure du PMMA par étapes (un temps de gravure d'une minute suivi d'un temps de repos de 3 minutes ; ceci afin d'éviter l'échauffement de la surface, un phénomène que favorise l'apparition des rides).

La gravure du PMMI est faite par tranches de 120 secondes suivies de trois minutes de repos. La vitesse de gravure des polymères est d'environ  $0,25 \mu\text{m}.\text{min}^{-1}$ .

### 9.3 Conclusion sur la gravure

Malgré une riche littérature sur la gravure sèche physique et/ou chimique selon les gaz utilisés et les matériaux à graver, les différents paramètres influençant la gravure devaient néanmoins être optimisés dans le cadre particulier de notre étude.

L'optimisation de la pression de l'enceinte, de la puissance et des débits de gaz a permis d'obtenir au final une gravure d'une part, sélective pour la couche de silice grâce aussi à l'utilisation du gaz fluoré  $\text{SF}_6$ , d'autre part, anisotrope pour la couche de polymère.

Etant donnée les épaisseurs des couches de polymère à graver, l'utilisation d'un mélange  $O_2/CHF_3$  n'était pas nécessaires. Rappelons que ce mélange de gaz a fait l'objet d'une étude présentée en chapitre I permettant d'améliorer l'anisotropie de gravure [113].

Par ailleurs, plusieurs tentatives de mesures de la rugosité des flancs (Figure II.56) ont été entreprises en AFM sans succès. Ces échecs sont principalement dus aux épaisseurs faibles des guides ne permettant pas un accès facile pour la pointe de l'AFM. Pour cette raison, l'étude de l'évolution de la rugosité des flancs en fonction de divers recuits post gravure n'a pas été réalisée pour le moment.

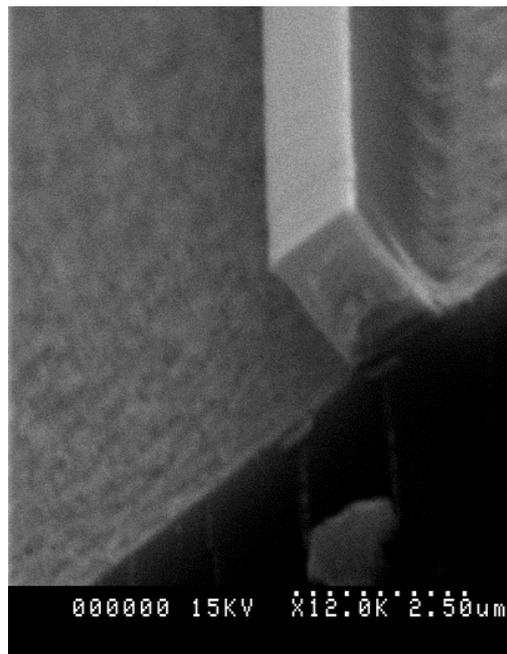


Figure II.56 : Photo MEB illustrant la rugosité des flancs d'un motif PMMI gravé dans les dernières conditions retenues

## **10. Dépôt de la couche de confinement supérieure**

L'ultime étape restante dans le procédé de réalisation est celle du dépôt d'une couche de confinement supérieure.

Cette couche s'est avérée utile pour relâcher, dans un premier temps, les contraintes géométriques. En effet, sans cette couche de confinement les contrastes d'indice entre l'air et les guides étaient élevés et requéraient la réalisation de fonctions optiques dont certaines dimensions étaient très petites ( $\sim 0,1\mu m$ ) et inaccessibles par la technologie de photolithographie standard utilisée ici. Le choix d'une couche de confinement supérieure sera détaillé, sur le plan optique, dans le chapitre III.

L'on retiendra simplement pour le moment que le polymère utilisé pour la gaine supérieur est le PMATRIFE qui sera présenté plus en détail dans le paragraphe 12.2 page 155.

Au niveau de la réalisation, le dépôt de cette couche à la tournette a tout de même posé un problème majeur ; celui de la cassure des motifs gravés (Figure II.57).

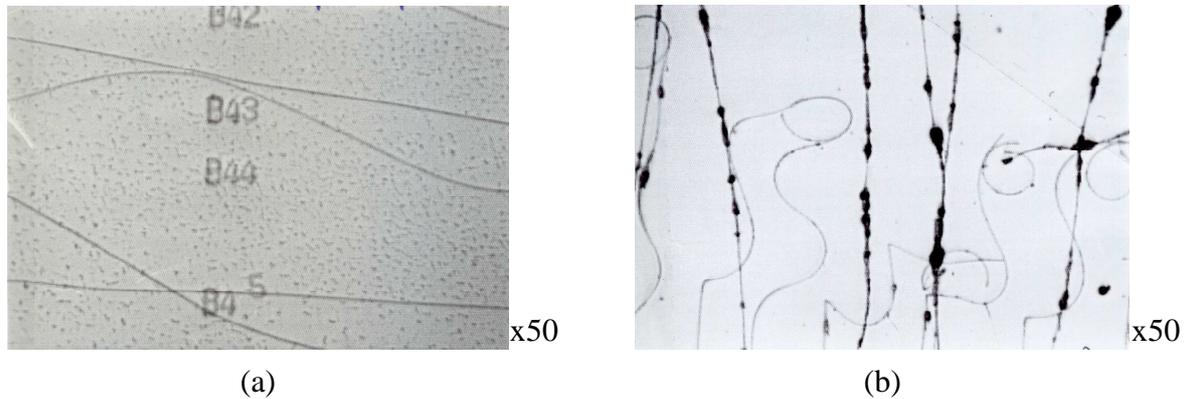


Figure II.57 : Photo au microscope optique (x50) de motifs cassés après dépôt du PMATRIFE

Ce phénomène est dû en grande partie à une faible dissolution des guides en PMMA ou en PMMI par le solvant THF<sup>1</sup> du PMATRIFE. De plus, les guides ont une largeur maximale inférieure à  $3\mu\text{m}$  pour la plupart et une épaisseur comprise entre  $1,4$  et  $2,2\mu\text{m}$ , d'une part et d'autre part lors du dépôt à la tournette les guides subissent des pressions mécaniques de la part de la solution PMATRIFE/THF. Notons que la concentration du PMATRIFE dans le THF est de  $500\text{g.L}^{-1}$ . Cette concentration permet d'avoir des dépôts de PMATRIFE d'environ  $6,5\mu\text{m}$  suffisants pour recouvrir tous les motifs. Toutefois, à cette concentration, la viscosité devient plus importante.

Toutes ces conditions réunies favorisent la cassure des guides voire leur déformation pour peu que l'adhérence sur la couche inférieure ne soit pas suffisante.

Quelques mesures sur la viscosité des solutions utilisées dans cette étude ont été entreprises. Toutefois, par manque de temps et de matériel calibré, aucune valeur de viscosité ne pourra être avancée pour le moment.

La solution est alors de protéger les motifs gravés et de les consolider. C'est pourquoi, un dernier dépôt d'environ  $10\text{nm}$  de silice est réalisé par pulvérisation cathodique après la gravure et avant le dépôt de la couche de confinement supérieure. Grâce, à ce dépôt ces problèmes de cassure de motifs ont disparus par la suite.

Etant donné la faible épaisseur de cette couche et l'indice de la silice intermédiaire entre celui du PMATRIFE et du PMMI (ou du PMMA), cette couche ne sera pas gênante optiquement.

<sup>1</sup> THF : Tétrahydrofurane ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ )

## **11. Conclusion sur la mise au point de la technologie de réalisation avec le PMMA**

Au départ de cette étude, la réalisation de guides d'onde gravés était une méthode nouvelle pour le CCLO. D'un autre côté, bien qu'un grand nombre d'études ait été présenté dans la littérature concernant la réalisation de guides gravés, une infime partie d'entre elles présente les problèmes liés à l'emploi de matériaux polymères d'une part, et ceux liés aux différentes étapes de réalisations d'autre part.

C'est pourquoi, chacune des étapes de réalisation a été étudiée sachant que dans un premier temps, il n'était pas question de changer les équipements existant au laboratoire, à savoir la tournette, l'aligneur de masque pour la photolithographie standard et la gravure RIE.

Tout d'abord, grâce à cette étude des dépôts d'une très grande homogénéité ont été obtenus (>96%).

De plus, l'emploi astucieux d'une fine couche de résine combiné à l'étude sur la diffraction ont permis de repousser les limites de résolution de la photolithographie utilisée et de pouvoir réaliser plus facilement des motifs de tailles submicroniques ; jusqu'à 0,3 $\mu$ m théoriquement.

La diminution de l'épaisseur de la résine n'a pu se faire qu'avec l'emploi rusé d'une seconde couche de masquage en silice.

L'optimisation des paramètres de gravure a permis aussi d'avoir des motifs dont la géométrie est très proche de celle attendue.

Enfin, le dépôt de la couche de confinement supérieure a pu être possible avec l'utilisation d'une couche de SiO<sub>2</sub>.

Ainsi, trois couches de polymères ont été déposées les unes sur les autres sans dégradation de la couche déjà existante et des fonctions optiques ont été réalisées avec le PMMA comme matériau de cœur. Les résultats des caractérisations optiques seront présentés en chapitre III.

Ainsi, la silice est utilisée pour divers rôles. Toutefois, l'emploi de cette dernière engendre la création de rides, des défauts inacceptables pour l'optique car ils occasionnent énormément de pertes par diffusion.

Pour cela, l'étude thermique menée sur le PMMA a permis d'améliorer les propriétés thermo-mécaniques de ce dernier en repoussant la transition vitreuse vers les hautes températures. Ainsi, cette étude a montré qu'il n'était pas systématique d'exclure les polymères dont la T<sub>g</sub> était basse. Notons qu'avant les optimisations des conditions de recuit le PMMA était juste bon à être mis à l'écart et les seuls polymères qui pouvaient correspondre étaient ceux dont les propriétés thermo-mécaniques étaient suffisamment élevées pour passer toutes les étapes de la réalisation sans apparitions de rides.

D'une autre côté, l'emploi de polymères à hauts T<sub>g</sub> reste privilégié car nécessitant en général moins d'étude pour l'optimisation des paramètres de traitement thermique.

C'est pourquoi, un autre polymère a été aussi étudié : le PMMI. La présentation de ce dernier ainsi que les problèmes qui lui sont propres sont donnés dans ce qui suit.

Un autre paragraphe sera consacré au PMATRIFE utilisé comme matériau de gaine optique.

Une fois, la présentation de ces derniers polymères exposée, un résumé est ensuite donné et concerne tous les paramètres optimisés et utilisés pour chaque étape de la réalisation.

Pour finir, un dernier paragraphe sera consacré à l'illustration par des photos (Microscope optique, MEB,...) des progrès réalisés dans chaque étape de la réalisation.

## **12. Etude de matériaux différents du PMMA**

Au départ, à cause des problèmes d'apparition des rides rencontrés avec le PMMA, la recherche de nouveaux polymères avec des propriétés thermo-mécaniques plus élevées était entreprise. Ainsi, avec une Tg annoncée  $>150^{\circ}\text{C}$ , le PMMI était un matériau intéressant.

Sur le plan optique, il était aussi important de trouver un polymère dont l'indice de réfraction est plus élevé que celui du PMMA. Ceci permet de procéder à de plus grande miniaturisation des fonctions. Le PMMI a un indice de 1,522 à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Ce dernier point sera discuté dans le chapitre III nommé « Caractérisation optique ».

Par ailleurs, dans la mesure où une couche de confinement optique est nécessaire, un matériau diélectrique de bas indice doit être utilisé. Le choix du PMATRIFE en tant que couche de confinement sera discuté par la suite.

### **12.1 Le PMMI**

Un des polymères les moins étudiés dans le domaine de l'optique guidée est le PMMI (Poly (N-methyl methacrylimide) = poly (méthacrylimide de méthyle)) connu notamment sous le nom commercial de KAMAX<sup>2</sup>. D'une manière plus rigoureuse le PMMI est aussi appelé poly(N-glutarimide de méthyle).

Certains laboratoires se sont intéressés à ce matériau pour la réalisation de guides d'ondes optiques par bombardement ioniques afin de changer l'indice de réfraction [96] [135]. Néanmoins, aux connaissances actuelles personne ne l'a utilisé en tant que matériau de cœur couplé avec un polymère d'indice plus faible servant de gaine optique.

Le PMMI est obtenu à partir d'une réaction d'aminolyse du PMMA avec par exemple la cyclohexylamine<sup>3</sup> ou la méthylamine<sup>4</sup>. R. Legay et al. [136] [137] ont étudié l'influence de l'amine primaire sur les fonctions obtenus par la suite ; car hormis la glutarimide d'autres espèces peuvent apparaître durant la synthèse comme les amides et les acides. De plus, ils ont pu mettre en évidence l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction de la composition chimique du polymère ainsi synthétisé et du traitement thermique utilisé pendant la synthèse. La température de transition vitreuse commence alors à des valeurs inférieures à  $130^{\circ}\text{C}$  pour de faibles taux en N-glutarimide de méthyle et peut atteindre  $190^{\circ}\text{C}$  dans des

---

<sup>2</sup> KAMAX : Le PMMI est commercialisé sous ce nom par la société Rohm & Haas

<sup>3</sup> Cyclohexylamine :  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NH}_2$

<sup>4</sup> méthylamine :  $\text{CH}_3\text{NH}_2$  (à l'état gazeux à température ambiante et sous pression atmosphérique)

conditions particulières d'une synthèse effectuée avec la cyclohexylamine ; avec la méthylamine elle peut atteindre 185°C. Dans ces études, les mesures de la Tg ayant été réalisées à l'aide la DSC.

Dans le cadre de cette étude, le PMMI utilisé possède une Tg annoncée sur l'échantillon de 160°C sans précision sur la méthode de mesure employée.

Toutes les études et caractérisations initiées et mises au point sur le PMMA ont été effectuées sur le PMMI. Les paragraphes qui suivent présenteront simplement les différents résultats obtenus sur ce dernier et mettront l'accent sur les nouvelles difficultés rencontrées avec le PMMI.

### *12.1.1 Mise en solution du PMMI*

Peu de données existent dans la littérature le concernant. N'ayant pu avoir accès à son paramètre de solubilité, des essais ont alors été effectués avec les solvants les plus couramment utilisés au laboratoire au moment de la manipulation à savoir : TCE, acétone, THF et alcool éthylique. Le TCE s'est avéré être un bon solvant pour ce dernier contrairement au trois autres. Néanmoins, la limite de solubilité est de 200g.L<sup>-1</sup> alors que le PMMA peut être dissout à plus de 300g.L<sup>-1</sup>. Malgré cela, les solutions obtenues se sont avérées suffisantes pour obtenir des épaisseurs jusqu'à 2,9µm ; 2,5µm étant l'épaisseur maximale nécessaire pour la réalisation des guides en PMMI dans cette étude.

Notons, à titre d'information que la masse moléculaire moyenne en poids  $\overline{M_w}$  du PMMI utilisés dans cette étude est d'environ 124000 g.mol<sup>-1</sup>. Cette valeur a été obtenue à l'aide d'analyses par chromatographie d'exclusion stérique.

### *12.1.2 Dépôt du PMMI*

L'étalonnage a été réalisé principalement avec deux vitesses de rotation de la tournette : 3500tr.min<sup>-1</sup> et 4000tr.min<sup>-1</sup>. L'évolution de l'épaisseur du PMMI en fonction de la concentration est montrée en Figure II.58a. De plus, un exemple de cartographie est donnée en Figure II.58b pour lequel le PMMI est déposée avec une solution de 190g.L<sup>-1</sup> à 3500tr.min<sup>-1</sup>. Pour ce dernier exemple, la moyenne des épaisseurs est de 2,51µm avec un écart type de 0,04µm. Par ailleurs, Les différentes moyennes des épaisseurs mesurées à l'aide d'un interféromètre à fibre optique et les écarts types sont donnés en Tableau II.21 et, pour quelques échantillons, une confirmation des valeurs a été réalisée à l'aide d'un spectromètre UV/VIS/NIR.

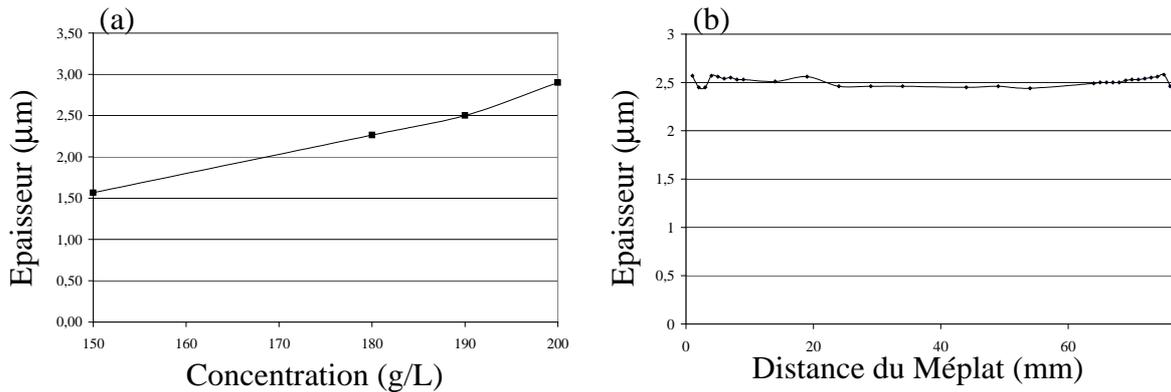


Figure II.58 : Caractéristique de dépôt du PMMI. (a) : Evolution de l'épaisseur du PMMI en fonction de la concentration pour une vitesse de rotation de la tournette de 3500tr.min<sup>-1</sup>. (b) : Cartographie d'un dépôt de PMMI (190g.L<sup>-1</sup> dans le TCE).

Vitesses de la tournette (tr.min <sup>-1</sup> )	Concentrations (PMMI/TCE) (g.L <sup>-1</sup> )	Mesures à l'interféromètre Epaisseurs(μm) (Ecart types)	Mesures au spectromètre Epaisseurs(μm) (Ecart types)
3500	150	1,68 (0,14)	1,57 (0,04)
	180	-	2,26 (0,01)
	190	2,51 (0,04)	2,50 (0,02)
	200	2,96 (0,12)	2,90 (0,03)
4000	150	-	1,55
	180	2,20 (0,13)	-
	190	2,33 (0,02)	-
	193	2,56 (0,07)	2,64 (0,02)
	196	2,58 (0,09)	-
	200	2,67 (0,12)	-

Tableau II.21 : Récapitulatifs des épaisseurs et des écarts types obtenus à l'interféromètre et au spectromètre pour différentes concentrations de PMMI/TCE.

Qu'ils soient déposés à 3500tr.min<sup>-1</sup> ou à 4000 tr.min<sup>-1</sup>, les dépôts sont d'une grande homogénéité au niveau des épaisseurs. Notons que pour les moyennes réalisées, l'effet de bord est compté.

En outre, après le dépôt à la tournette, le PMMI subi simplement un recuit à 120°C pendant 15minutes à l'étuve afin d'éliminer le solvant.

### 12.1.3 Etude thermique du PMMI

Les caractérisations thermiques du PMMI ont été réalisées aussi à l'aide de l'ATG et de l'ATM.

#### ATG

Concernant l'ATG, des mesures ont été faites non seulement sur le matériau brut mais aussi sur des solutions de PMMI/TCE. Les courbes représentatives sont données en Figure II.59.

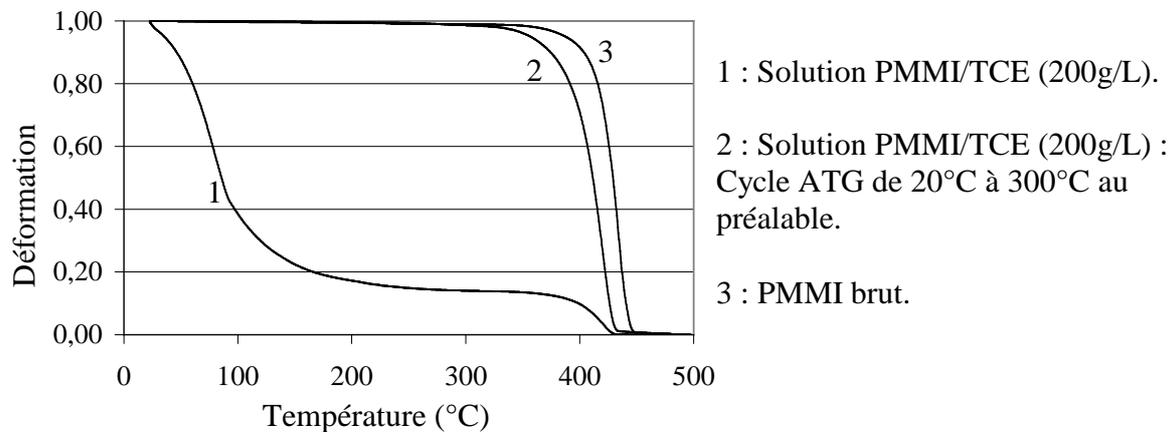


Figure II.59 : Courbes ATG du PMMI brut et en solution

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée avec une montée en température de  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  sur des échantillons posés dans des capsules en inox.

Cette analyse révèle l'existence d'une seule phase de perte de poids pour le PMMI brut sous forme de granules. Cette dernière correspond certainement à la décomposition du polymère.

Cette même analyse a été réalisée sur des solutions de PMMI/TCE ( $200\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) ayant subi des traitements thermiques à différentes températures au préalable. Il est ainsi possible de constater que la perte de poids continue jusqu'à environ  $250^{\circ}\text{C}$ . Cette perte est due à l'élimination du solvant. En effet, pour une concentration de  $200\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  (PMMI/TCE), le pourcentage de PMMI dans le mélange est d'environ 12% (en prenant la densité du TCE égale à 1,435). Lors d'une première montée en température jusqu'à  $300^{\circ}\text{C}$  la proportion de la partie restante est d'environ 14% et 15% sur deux échantillons.

Par ailleurs, lorsque la solution a subi un traitement thermique jusqu'à  $300^{\circ}\text{C}$  au préalable, pratiquement aucune perte de poids n'est constatée avant la décomposition du polymère autour de  $400^{\circ}\text{C}$ .

La partie restante à 500°C pour tous les échantillons est très faible (~0,1% du poids de PMMI initial). Autrement dit le PMMI se dégrade entièrement au delà d'environ 400°C comme la grande majorité des polymères amorphes.

Une dernière caractérisation ATG a été effectuée sur une solution de PMMI/TCE (200g.L<sup>-1</sup>) pour laquelle la température a été montée jusqu'à 120°C avec une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup>, ensuite une isotherme à 120°C a été effectuée pendant 15minutes avant d'augmenter la température jusqu'à 500°C avec une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup>. Les courbes ATG de trois solutions 200g.L<sup>-1</sup> dont le poids initial est différent sont données en Figure II.60. Rappelons que 120°C pendant 15minutes est les conditions de recuit du PMMI après le dépôt à la tournette.

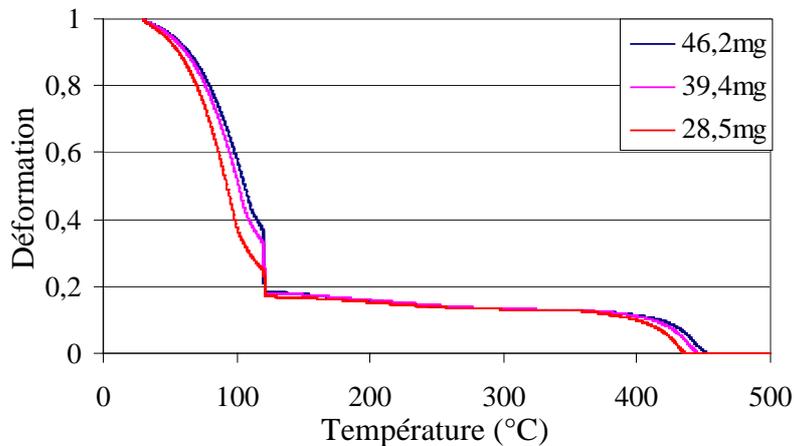


Figure II.60 : Courbes ATG de trois solutions (PMMI/TCE : 200g.L<sup>-1</sup>) de poids initiaux différents.

L'on constate alors que le pourcentage de perte en poids après l'isotherme à 120°C pendant 15minutes est dépendant du poids initial de la solution ; pour un poids initial de 46,2mg, la proportion restante est d'environ 18,5%, tandis que pour un poids initial de 28,5mg, la proportion restante est d'environ 17% (environ 18% pour le poids de 39,4mg).

Pour ces fortes épaisseurs de solutions, la proportion restante indique qu'il reste encore environ 5% de solvant. Toutefois, notons que lors du dépôt à la tournette, une très grande partie du solvant est évaporée pendant la rotation et il est permis de conclure que pour des épaisseurs de 1µm à 3µm, et après un recuit à 120°C pendant 15minutes, aucune trace de solvant ne subsiste.

### ATM

L'analyse thermomécanique effectuée sur le PMMI concerne simplement le temps et la température de recuit de ce dernier. Par la même occasion, cette étude permet aussi de comparer l'évolution des propriétés thermo-mécanique du PMMI avec celles du PMMA. La contrainte appliquée est toujours de 100mN et la vitesse de montée en température de 5°C.min<sup>-1</sup>.

Ainsi, l'évolution de la déformation en fonction de la température de recuit est donnée en Figure II.61 et celle en fonction du temps de recuit est donnée en Figure II.62.

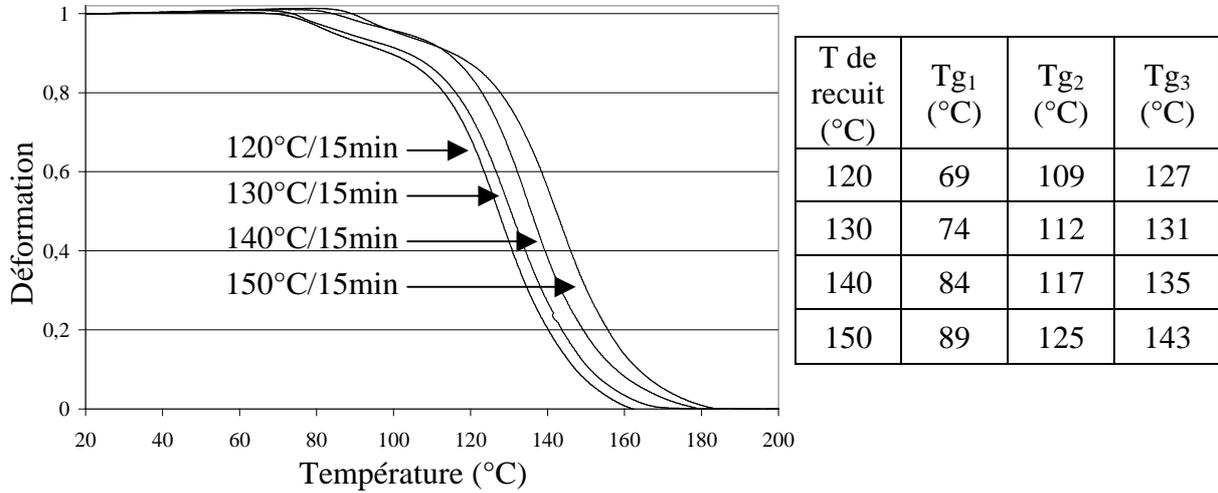


Figure II.61 : Evolution de la Tg du PMMI en fonction de la température de recuit.

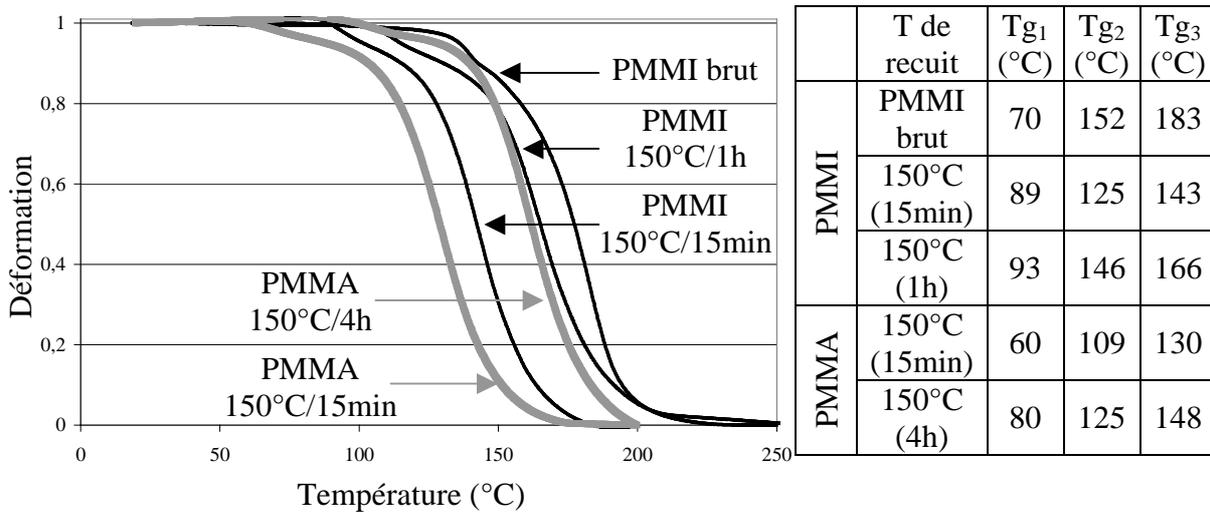


Figure II.62 : Evolution de la Tg du PMMI en fonction de temps de recuit à 150°C.

De la même manière que le PMMA, le PMMI semble avoir une évolution importante dans la transition vitreuse en fonction du temps et de la température de recuit. Dans le cas d'un recuit pendant 15 minutes à différentes températures, l'on constate que plus d'une quinzaine de degrés sépare les différents Tg<sub>i</sub> (i=1, 2 ou 3) d'un PMMI ayant subi un recuit à 120°C de celui à 150°C

Par ailleurs, la Figure II.62 montre clairement une température de transition vitreuse plus élevée pour le PMMI que pour le PMMA et ce pour les mêmes conditions de traitement

thermique (150°C/15min). De plus, un recuit relativement court (150°C/1h) permet au PMMI d'avoir pratiquement les mêmes  $Tg_i$  qu'un PMMA traité à 150°C pendant 4heures.

D'un autre côté, ces études avaient aussi pour but de comparer les évolutions du PMMA et du PMMI et de comparer les différentes transitions vitreuses de ces deux matériaux avec la température d'apparition des rides lorsqu'une couche plus rigide (l'or) est déposée au-dessus.

Pour un PMMI ayant subi un recuit à 120°C pendant 15 minutes et sur lequel une couche d'or (~5nm) est déposée par pulvérisation cathodique, la température d'apparition des rides est d'environ 117°C alors que pour un PMMA traité à 150°C pendant 15 minutes cette température est de 122°C. Notons alors que dans ces deux cas les  $Tg_2$  et  $Tg_3$  sont les mêmes et les températures d'apparition des rides sont très proches dans un régime continu où la vitesse de montée en température est de 5°C.min<sup>-1</sup>. Pourtant, lors du procédé de réalisation, les rides apparaissent sur l'échantillon de PMMA et non sur le PMMI. Or, dans le cadre de ce procédé, le temps de recuit nécessaire à 115°C est de 90 secondes et non plus un balayage en température. C'est pourquoi, des mesures ATM comparatives ont été menées et concernent l'évolution des déformations de ces polymères en fonction du temps (isotherme à 115,5°C et force constante 100mN).

La Figure II.63 montre alors les évolutions des déformations de PMMA ayant subi un traitement thermique à 150°C/15minutes et à 150°C/4heures et de PMMI à 120°C/15minutes.

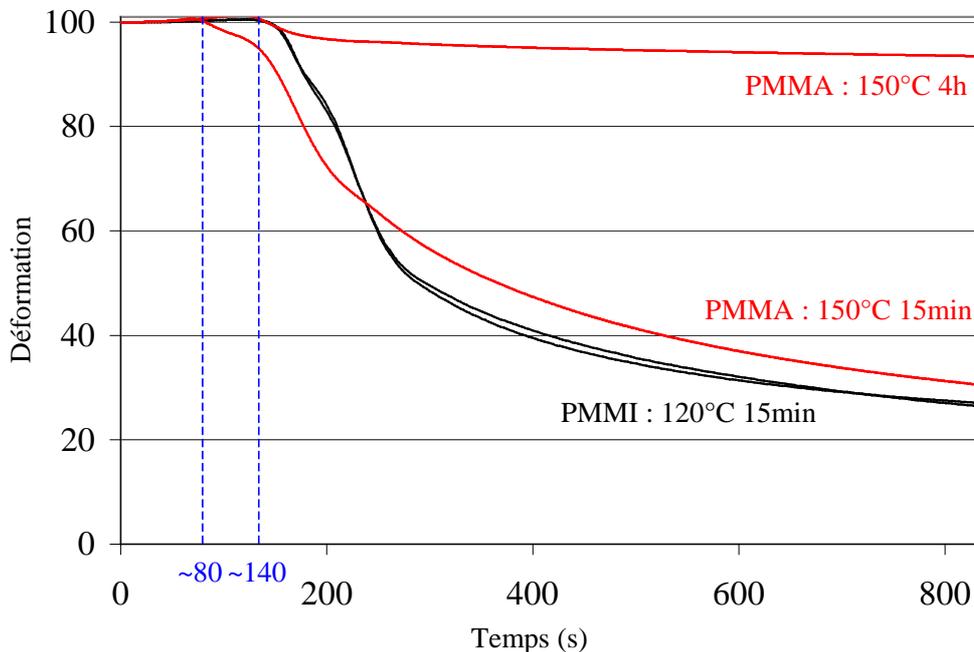


Figure II.63 : Evolution de la déformation en fonction du temps à température constante (115,5°C) et à force constante (100mN) du PMMI (120°C/15min) et le PMMA (150°C/15min et 4h).

Cette figure met en avant la plus grande stabilité dans le temps des PMMI (120°C/15min) et du PMMA (150°C/4h) par rapport au PMMA (150°C/15min). En effet,

pour les deux premiers, la déformation commence réellement à environ 140s tandis que pour le PMMA (150°C/15min) la déformation commence à environ 80s.

#### 12.1.4 Problèmes liés au PMMI

Au départ de l'étude, la silice avait été choisie comme matériau de gaine de confinement optique inférieure. Or, lorsque le PMMI est déposé sur ce substrat, des défauts circulaires apparaissent après développement de la résine comme le montre la Figure II.64.

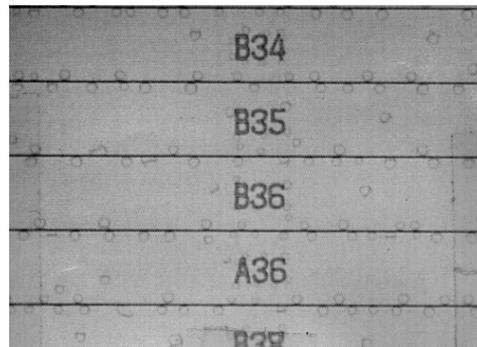


Figure II.64 : Photos (x50) au microscope optique des défauts apparus après dépôt du PMMI sur la silice.

Ce phénomène n'existe pas lorsque le PMMI est déposé sur d'autres substrats (Si, PMATRIFE). La qualité du dépôt de silice ainsi que sa propreté en surface ont été mises en doute. Toutefois, le phénomène apparaît sur des substrats de SiO<sub>2</sub>/Si qu'ils soient neufs ou recyclés et est amplifié autour des guides.

Il est vrai que la silice peut être choisie comme substrat et l'étude aurait pu être approfondie pour connaître la ou les raisons d'apparitions de ces défauts. Néanmoins, lors des caractérisations optiques sur des guides droits faits avec du PMATRIFE/PMMA/SiO<sub>2</sub>, les pertes optiques sont très grandes et n'ont pu être chiffrées tandis qu'avec le système PMATRIFE/PMMA/PMATRIFE, ces pertes sont comprises entre 1 et 2dB.cm<sup>-1</sup> à  $\lambda=1550$ nm.

Il est possible que lors de ces premiers essais, le manque d'adhérence (« optique ») sur la silice soit à l'origine de ces pertes anormalement élevées. En tout état de cause, l'étude a été très rapidement orientée vers d'autres types de substrats et notamment les substrats polymères. Avec un indice de réfraction à 1,411 à 1550nm, le PMATRIFE a été choisi après une rapide étude sur son dépôt et sa tenue thermomécanique.

Néanmoins, encore une fois, la surface après le dépôt du PMMI sur le PMATRIFE est très inhomogène. Des traces circulaires apparaissent au centre et deviennent de plus en plus allongées en se rapprochant du bord du substrat. Deux phénomènes ont été mis en cause : la non compatibilité du mélange PMMI/TCE avec le PMATRIFE d'une part et l'adhérence d'autre part.

Concernant cette dernière hypothèse, des mesures de mouillabilité ont été réalisées par la méthode présentée au début de ce chapitre (cf. § 3.2 page 68).

Des gouttes de PMMI dissout dans le TCE (Trichloroéthane) ont été déposées sur des substrats de silicium recouvert de PMATRIFE. Les mesures obtenues sont résumées dans le Tableau II.22. A pression atmosphérique, les angles  $\theta$  sont inférieurs à  $40^\circ$  : le mélange PMMI/TCE mouille la surface de PMATRIFE. Accessoirement, la même étude a été réalisée directement sur le silicium.

[PMMI] (g.L <sup>-1</sup> )	Angle de mouillabilité (°)	
	PMMI sur PMATRIFE	PMMI sur silicium
150	29	32
180	30	40
190	33	-
200	40	48

Tableau II.22 : Résumé des valeurs des angles de mouillabilité mesurés de solution de PMMI/TCE sur PMATRIFE et su silicium.

Le problème de mouillabilité n'étant pas le problème prépondérant, il reste alors à minimiser l'interaction chimique lors du dépôt. Il est donc nécessaire en premier lieu de vérifier si lors du dépôt, le PMATRIFE ne se dissout pas et dans quelle mesure.

Pour cela, des couches de PMATRIFE ont été réalisées sur des substrats de silicium et une quantité suffisante de TCE a été déposée dessus afin de recouvrir toute la surface et ce pendant des temps variables. Puis, le solvant est évaporé par rotation de la tournette.

Pour une couche de PMATRIFE ayant subi au préalable un traitement thermique à  $100^\circ\text{C}$  pendant 15 minutes, au bout de 5 secondes d'attente, les pertes en épaisseurs sont de l'ordre de 2% et passent à 4% pour 10 secondes d'attente. Pour un échantillon traité à  $150^\circ\text{C}$  pendant 15 minutes, les pertes sont de l'ordre de 2% pour un temps d'attente de 10 secondes (Tableau II.23).

Traitement thermique préalable	Temps d'attente après versement du TCE (secondes)	Perte d'épaisseur en %
$100^\circ\text{C}/15\text{min}$	5	~2
	10	~4
$150^\circ\text{C}/15\text{min}$	10	~2

Tableau II.23 : Pertes d'épaisseur en fonction de la durée d'exposition de couche de PMATRIFE au TCE et en fonction du traitement thermique de la couche de PMATRIFE au préalable.

Bien que les pertes en épaisseurs soient faibles, une interaction existe entre le TCE et le PMATRIFE entraînant l'apparition de défauts notamment sous la forme de « comètes » en surface.

Il s'avèrera par la suite que le traitement de surface du PMATRIFE pendant 30 secondes sous plasma  $\text{O}_2$  élimine l'apparition de ces défauts. De même, une mise en route très

rapidement de la tournette après le versement de la solution de PMMI/TCE élimine ce problème.

Le problème d'interaction avec la couche de PMATRIFE inférieur réglé, reste celui de l'interaction avec la couche de PMATRIFE supérieure. En effet, après le dépôt de cette dernière couche et après traitement thermique, des craquelures apparaissent d'une manière anarchique sur toutes la surface de l'échantillon (Figure II.65).

Au départ, le PMATRIFE supérieur est déposé directement sur une autre couche de PMATRIFE et sur les guides PMMI (Figure II.66 a) ; la couche d'or étant gravée au préalable par gravure humide (solution de KI).

Ce désagrément a été supprimé lorsqu'une couche de silice a été utilisée (Figure II.66 b) pour servir de couche barrière (cf. § 10 page 142).

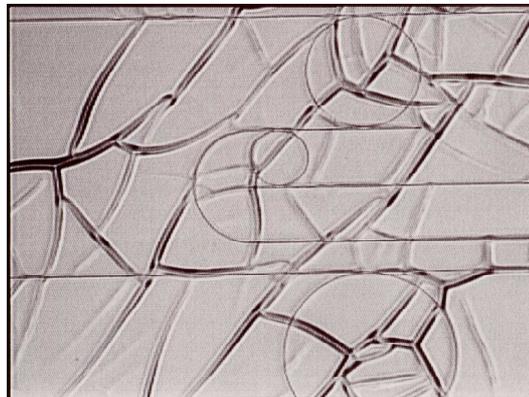


Figure II.65 : Photo au microscope optique (x50) des craquelures après dépôt du PMATRIFE sur les guides en PMMI.

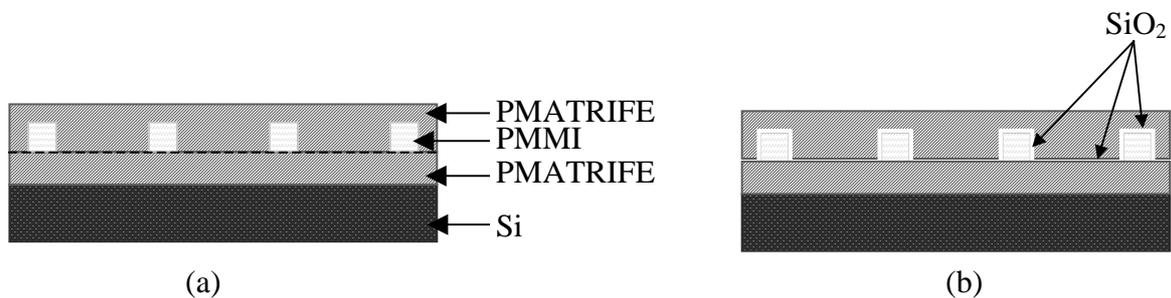


Figure II.66 : Représentation schématique des différentes couches déposées. (a) sans la couche de silice. (b) avec la couche de silice.

### **12.1.5 Conclusion sur le PMMI**

Le plus grand désagrément apparu avec ce matériau est celui des craquelures après le dépôt de la gaine supérieure en PMATRIFE. Cependant l'intercalation d'une fine couche de silice a fait disparaître ce phénomène tout en assurant une plus grande rigidité aux motifs.

Le PMMI avec un indice de réfraction (1,522 à  $\lambda=1550\text{nm}$ ) plus élevé que celui du PMMA et une  $T_g$  élevée est alors un bon matériau pour la réalisation et la densification de fonctions optiques intégrées en polymère.

## **12.2 Le PMATRIFE**

Avec l'utilisation du PMATRIFE en qualité de couches de confinement inférieure et supérieure, il devient ainsi possible de parler de structures tout polymère. Le PMATRIFE (Poly(2,2,2 méthacrylate de trifluoro-éthyle) fait partie de la famille des méthacrylate comme le PMMA et le PMMI. Ce matériau amorphe possède un indice de réfraction de 1,409 à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Le PMATRIFE est soluble très facilement dans le THF (Tétra Hydro-Furanne). Il a été possible de le dissoudre jusqu'à des concentrations de  $700\text{g.L}^{-1}$ . Malgré cette grande concentration, la limite de solubilité ne semble pas atteinte car le PMATRIFE se dissout encore complètement et très aisément après une trentaine de minutes sous agitation et à température ambiante. Par ailleurs, le dépôt effectué sur substrat de silicium révèle une grande homogénéité de l'épaisseur (>96%) semblable au dépôt de PMMA et PMMI.

Par ailleurs, les études thermomécaniques n'ont pas été réalisées d'une manière rigoureuse sur ce polymère ; en fonction de la température et du temps de recuit. Néanmoins, lorsqu'une couche d'un matériau dur comme l'or est déposée sur une couche de PMATRIFE, la température d'apparition des rides est relativement basse ( $\sim 88^\circ\text{C}$ ). Toutefois, cette faible valeur ne s'est jamais avérée être un obstacle durant le procédé de réalisation car le PMATRIFE n'est jamais en contact direct avec quelconque couche dure (or ou silice) sauf après dépôt de la dernière couche tampon de PMATRIFE. Dans les derniers procédés, cette dernière est déposée sur une couche de silice, et, lorsque le recuit de séchage a lieu à  $100^\circ\text{C}$ , des rides peuvent apparaître. Afin de pallier à ce problème, la température de  $85^\circ\text{C}$  a été utilisée.

## **12.3 Autres polymères**

A l'issue des problèmes rencontrés notamment avec le PMMA, le PMMI a été choisi comme substituant en premier lieu. Dans un second temps, de nouveaux matériaux sont en

cours d'étude et de synthèse dans le cadre d'une collaboration entre le CCLO et le laboratoire au Mans. Ces nouveaux matériaux devront non seulement être plus stable thermiquement que le PMMA mais permettront aussi d'avoir des contrastes d'indice supérieurs à 0,11 (PMATRIFE/PMMI).

Aussi, le PVCi un matériau photosensible déjà étudié au CCLO pourra être utilisé avec le PMATRIFE et permettra d'avoir des contrastes d'indice jusqu'à 0,17 pour un PVCi non insolé. De plus, l'exploitation de la photosensibilité aux rayonnements UV de ce matériau permettra de réaliser des ajustements locaux et post-production de l'indice de réfraction. Ainsi, il devient possible d'effectuer des réglages fins pour certaines fonctions comme les micro-résonateurs.

Toutefois, un inconvénient de poids accompagne l'utilisation du PVCi non insolé. Avec une  $T_g$  assez faible (inférieure à celle du PMMA : voir Figure II.67) et dont l'évolution en fonction du temps de recuit à 150°C reste très restreinte, ce matériau risque de continuer à poser des problèmes en tenue thermomécanique pendant le procédé et ce malgré un traitement thermique assez long au-delà de sa transition vitreuse.

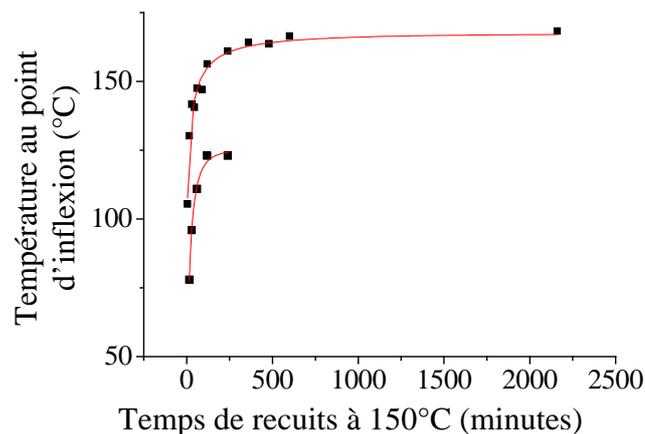


Figure II.67 : Evolution des  $T_{g3}$  (point d'inflexion) du PMMA et du PVCi en fonction du temps de recuit à 150°C

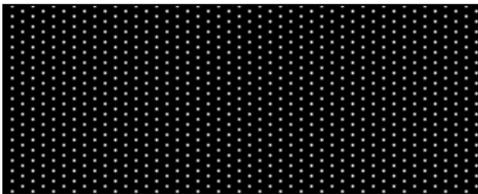
Néanmoins, l'étude très rapide sur le PVCi ne permet pas de conclure quant à la possibilité d'utilisation d'une température plus élevée pour effectuer les recuits. Par ailleurs, il a été vu auparavant qu'il est possible d'abaisser certaines températures pendant le procédé de réalisation comme celle du PEB après insolation de la résine photosensible tout en augmentant le temps de recuit.

Seule une étude thermomécanique plus complète permettra de statuer sur l'utilisation de ce matériau avec la technologie choisie dans cette étude. De plus, de part son indice de réfraction élevé (1,582), son caractère photosensible et le grand changement dans l'indice de réfraction après insolation, ce matériau gagne à être plus amplement étudié.

### 13. Résumé des procédés

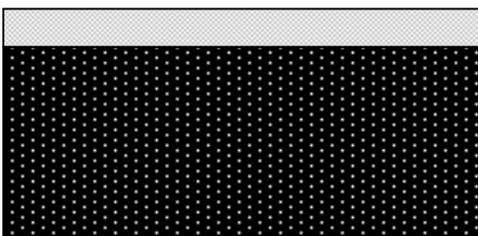
Ce récapitulatif permet d'avoir une vision globale du procédé de réalisation ; il est complété par un résumé des différents paramètres (de dépôt, de gravure,...) utilisés au final.

- Utilisation de substrat de silicium monocristallin poli sur une face ; l'épaisseur utilisée est autour de 200 $\mu\text{m}$ .



Si (e~200 $\mu\text{m}$ )

- Dépôt de PMATRIFE à la tournette



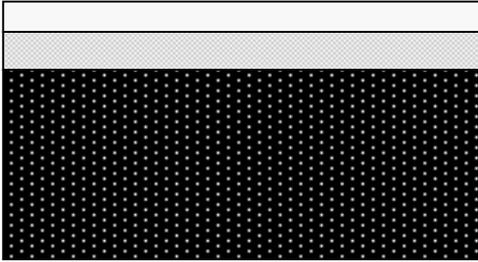
Solution :  
PMATRIFE/THF  
(500g.L<sup>-1</sup>)  
Filtrée à 0,2 $\mu\text{m}$   
(filtre en PTFE)

Condition de recuit :  
Plaque chauffante  
100°C/15minutes

Condition de dépôt à  
la tournette :  
Temps de rotation :  
6s  
Vitesse de rotation :  
4000tr.min<sup>-1</sup>  
Accélération :  
3000 tr.min<sup>-2</sup>

Epaisseur : ~6,5 $\mu\text{m}$

- Dépôt du polymère de cœur (PMMA ou PMMI) à la tournette



PMMA

Solution :  
PMMA/TCE  
(230g.L<sup>-1</sup>)  
Filtrée à 0,2µm  
(filtre en PTFE)

Condition de recuit :  
Plaque chauffante  
100°C/15minutes  
Etuve  
150°C/4 heures

Condition de dépôt à  
la tournette :  
Temps de rotation :  
6s  
Vitesse de rotation :  
4000tr.min<sup>-1</sup>  
Accélération :  
3000 tr.min<sup>-2</sup>

Epaisseur : ~2,2µm

PMMI

Solution :  
PMMI/TCE  
(190g.L<sup>-1</sup>)  
Filtrée à 0,2µm  
(filtre en PTFE)

Condition de recuit :  
Etuve  
120°C/15minutes

Condition de dépôt à  
la tournette :  
Temps de rotation :  
6s  
Vitesse de rotation :  
3500tr.min<sup>-1</sup>  
Accélération :  
3000 tr.min<sup>-2</sup>

Epaisseur : ~1,4µm

- Dépôt de la silice par pulvérisation cathodique



Condition de dépôt :  
Pression RF : 600W  
Pression : 10mTorr  
Débit d'argon : 68cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
Débit d'oxygène : 8cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
Temps de dépôt : 2min

Epaisseur : ~16nm

➤ Dépôt de la résine 0.14



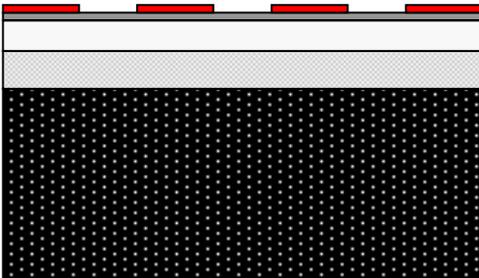
Solution :  
SPR700-0.8/Acétone  
(1 :10)  
Filtrée à 0,2 $\mu$ m  
(filtre en PTFE)

Condition de recuit :  
Plaque chauffante  
95°C/1min30sec  
ou  
85°C/1min30sec

Condition de dépôt à  
la tournette :  
Temps de rotation :  
30s  
Vitesse de rotation :  
5000tr.min<sup>-1</sup>  
Accélération :  
3000 tr.min<sup>-2</sup>

Epaisseur : ~0,13 $\mu$ m

➤ Insolation et développement de la résine

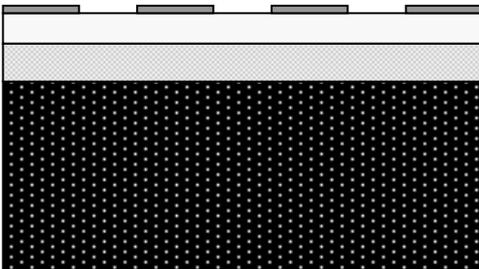


Condition  
d'insolation sous  
UV :  
Temps : 2s  
Puissance moyenne :  
13,8mW

PEB :  
115°C/1min30sec  
ou  
85°C/20minutes

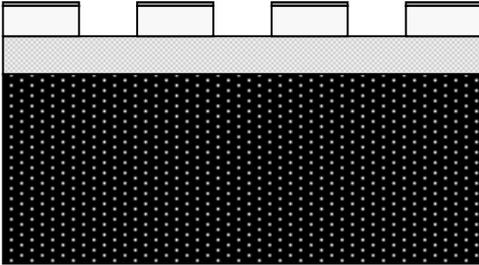
Condition de  
Développement  
2 bains de  
développement  
Temps :  
~(5+5)secondes

➤ Gravure de la silice en RIE



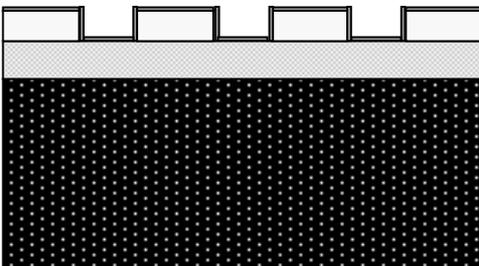
Condition de gravure :  
Puissance : 100W  
Pression : 20mTorr  
Débit de SF<sub>6</sub> : 5 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
Débit de O<sub>2</sub> : 1 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
Temps de gravure : 20secondes

➤ Gravure du polymère (PMMA, PMMI) en RIE



Condition de gravure :  
 Puissance : 125W  
 Pression : 10mTorr  
 Débit de O<sub>2</sub> : 20 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
 Vitesse de gravure :  
 ~0,25μm.min<sup>-1</sup>

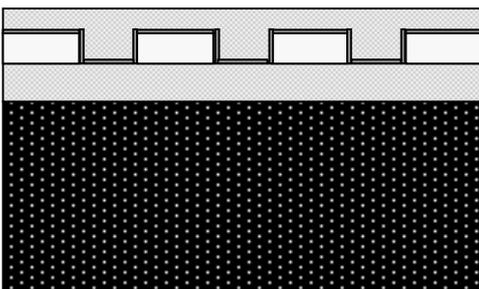
➤ Dépôt de la deuxième couche de silice



Condition de dépôt :  
 Pression RF : 600W  
 Pression : 10mTorr  
 Débit d'argon : 68cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
 Débit d'oxygène : 8cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>  
 Temps de dépôt : 1min16s

Epaisseur : ~10nm

10) Dépôt du PMATRIFE (gaine supérieure)



Solution :  
 PMATRIFE/THF  
 (500g.L<sup>-1</sup>)  
 Filtrée à 0,2μm  
 (filtre en PTFE)

Condition de recuit :  
 Plaque chauffante  
 100°C/15minutes

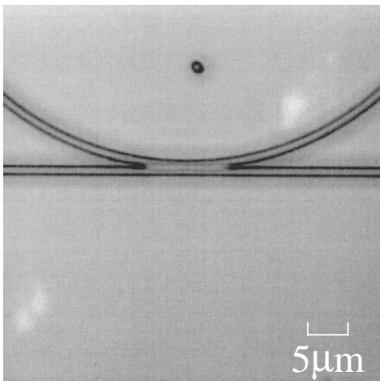
Condition de dépôt à  
 la tournette :  
 Temps de rotation :  
 6s  
 Vitesse de rotation :  
 4000tr.min<sup>-1</sup>  
 Accélération :  
 3000 tr.min<sup>-2</sup>

## 14. Evolution des différentes étapes : illustration par des photos

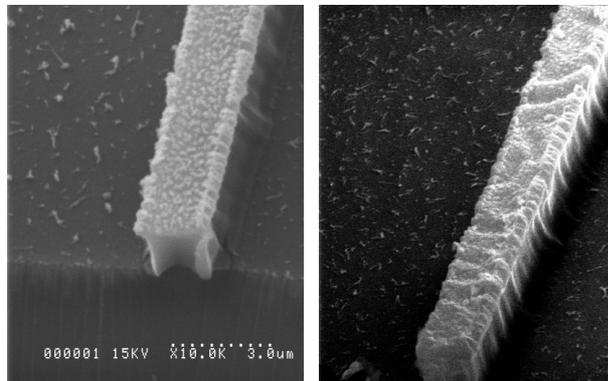
Au départ de cette étude, les problèmes majeurs rencontrés sont :

- La dissolution de la couche de polymère par le solvant de la résine photosensible.
- L'apparition des rides due à une interaction thermo-mécanique entre la couche souple en polymère et la couche dure en matériaux inorganiques : SiO<sub>2</sub>, Au.
- La limite de résolution de la photolithographie standard (~1µm).
- La gravure anisotrope : mauvais profil, mauvaise sélectivité, rugosité des flancs.

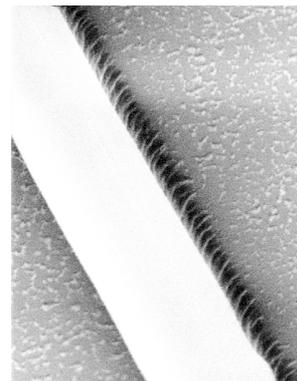
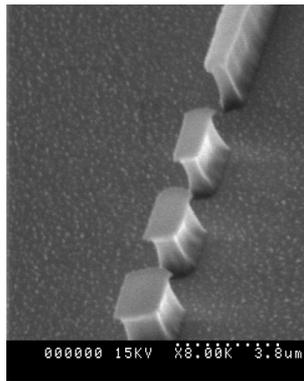
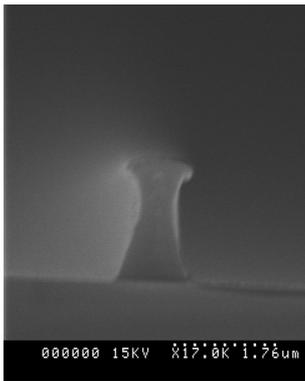
Au départ de l'étude :



Problème de résolution des motifs



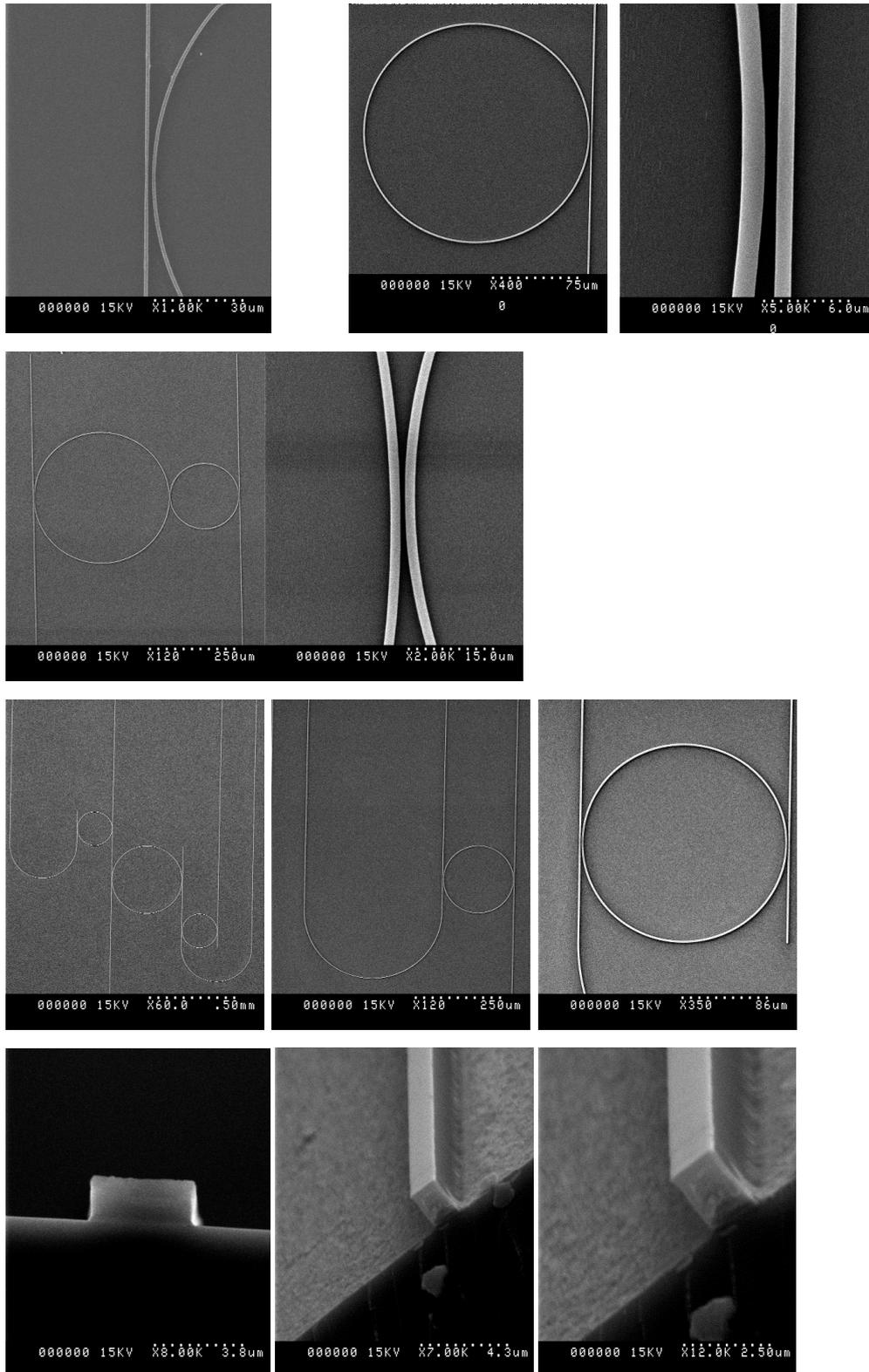
Problème des rides



Problèmes de gravure (profil, rugosité des flancs)

## CHAPITRE II. Technologie de réalisation de fonctions optiques intégrées polymères

A la fin de l'étude :



## **15. Conclusion du chapitre II**

Ce chapitre a été consacré exclusivement à la technologie de réalisation de fonctions optiques et surtout à l'étude, la compréhension et l'adaptation de certaines techniques et technologies aux matériaux polymères.

Le but de cette thèse est de réaliser des fonctions optiques en polymères et principalement des filtres en longueurs d'ondes à base de micro-anneaux. Toutefois, au départ de cette étude, cet objectif était loin d'être atteint d'une part avec l'utilisation d'un polymère peu stable thermiquement ; le PMMA et d'autre part, en se servant de la technique de photolithographie standard.

Dans ce chapitre, deux défis majeurs ont alors été relevés :

- Améliorer les propriétés thermo-mécaniques du PMMA, un polymère à bas Tg habituellement.
- Repousser la limite de la résolution de la photolithographie standard.

Ainsi, le point remarquable de cette étude est le fait de pouvoir réaliser des fonctions optiques en polymères avec une grande précision sans la nécessité d'utilisation d'équipements onéreux ou coûteux en temps : dépôt à la tournette, photolithographie standard et gravure RIE.

Par la suite, une méthodologie de travail peut être adoptée et ainsi tout nouveau polymère doit d'abord passer l'étape de la thermo-analyse surtout si ce dernier possède un bas Tg. De cette façon, si l'évolution de la transition vitreuse est aussi importante que celle du PMMA en fonction des traitements thermiques, le nouveau polymère est alors intéressant pour la réalisation de fonctions optiques. Cette étude permet alors de ne pas mettre d'emblée de côté des polymères qui possèdent des Tg annoncées basses à condition que les propriétés optiques de ces matériaux ne soient pas dégradées après le traitement thermique. Pour cela, des analyses plus poussées, par exemple la FTIR, pourraient s'avérer indispensables.

Par ailleurs, en travaillant en classe 100 ; ce qui est déjà le cas, l'on évite d'accumuler des poussières à la surface de l'échantillon et ainsi, espérer atteindre des résolutions submicroniques (jusqu'à 0,3 $\mu$ m théoriquement) en effectuant un bon plaquage du masque sur la résine photosensible.

Après toute la mise au point opérée sur le PMMA et quelques mises au point sur le PMMI, il a été possible de réaliser des guides d'ondes et surtout des fonctions optiques comme des filtres en longueurs d'ondes ou des micro-multiplexeurs à bases d'an anneaux. Certaines d'entre elles donnent de bons résultats qui seront exposées dans le chapitre III.

Notons par ailleurs que lorsque les différents masques pour la photolithographie avaient été conçus. Toute l'étude sur la diffraction n'était pas achevée. C'est pourquoi, les

gaps prévus sont tous supérieurs à  $0,8\mu\text{m}$  de crainte de ne pas pouvoir atteindre des tailles plus petites avec l'utilisation de la photolithographie dans les conditions normales (épaisseur de résine  $\sim 1\mu\text{m}$ ). Par ailleurs, pour les polymères utilisés, les contrastes d'indice ne nécessitent pas de gaps très petits (voir chapitre III). Toutefois, pour des contrastes d'indice plus élevés, ce besoin devient important et, profitant de la réalisation d'un nouveau masque, il pourra être prévu dans une petite zone de réaliser des gaps allant de  $0,1\mu\text{m}$  à  $1\mu\text{m}$  par pas de  $0,1\mu\text{m}$  et, ce afin de voir réellement la limite de la théorie sur la diffraction développée dans ce chapitre.

Il reste cependant un dernier point non résolu : trouver le moyen de réduire les défauts sur les faces des guides lors du clivage ou du sciage de l'échantillon. Ces défauts sont des sources d'incertitudes sur la mesure des pertes linéiques dans les guides par exemple (voir chapitre III).

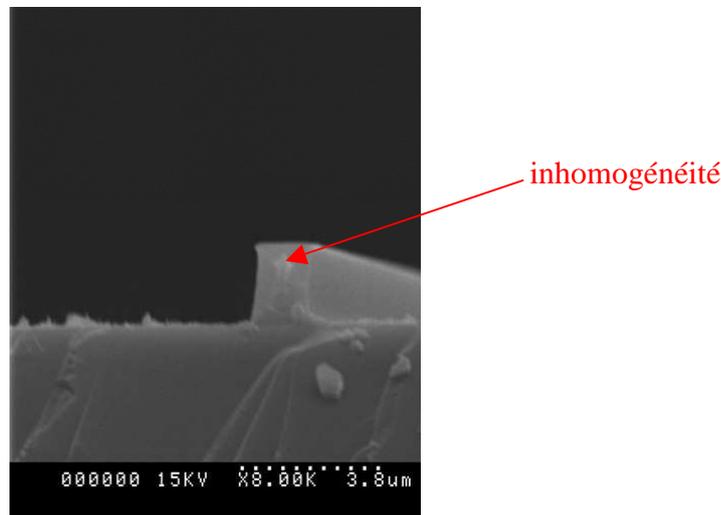


Figure II.68 : Exemple de défaut qui peut être présent après le clivage d'un échantillon (guide PMMI).

Notons cependant que les différents traitements thermiques, notamment à haute température, semblent avoir amélioré l'adhérence principalement sur le substrat de silicium. C'est pourquoi, il peut être envisagé désormais de scier les échantillons sachant qu'il existe dans le commerce des machines de sciage permettant simultanément de polir les faces sciées des guides.

Une autre solution a été envisagée et est en cours d'étude : mettre au point des microlentilles adaptatrices de mode qui puissent être collées directement à l'entrée du guide. Ceci permettrait entre autre de minimiser les pertes par diffusion dues à ces défauts.

Un dernier désagrément existe aussi et concerne la rugosité des flancs des motifs. Puisque dans un premier temps il est difficile d'analyser la rugosité sur les flancs, il pourra alors être envisagé par la suite, de réaliser des traitements thermiques post gravure et de voir l'influence de ce dernier en effectuant des caractérisations optiques.

## **CHAPITRE III : CARACTERISATIONS OPTIQUES ET MESURES DE PERTES**

Les caractérisations optiques des fonctions réalisées constituent en quelque sorte l'étape décisive permettant de juger des progrès effectués dans le procédé de réalisation et sont en partie la finalisation de cette étude.

Dans une première partie, un résumé de la modélisation et des calculs effectués en amont sera présentés.

Un court exorde sur les méthodes de mesures utilisées sera fait dans une deuxième partie.

Enfin, une troisième partie sera consacrée aux différents résultats expérimentaux obtenus. Dans cette dernière partie, nous avons apporté une contribution pour la détermination des différents facteurs de pertes dans les guides d'ondes optiques en polymères d'une part, et nous avons pu mesurer les réponses spectrales de quelques micro-résonateurs en PMMA et en PMMI d'autre part. Aussi, dans cette partie, des résultats obtenus à l'aide de la technique de réflectométrie optique à faible cohérence seront présentés.

### **1. Bref résumé sur les modélisations et calculs effectués en amont**

Dans le cadre de cette étude, les fonctions étudiées sont principalement des micro-résonateurs. Ces fonctions à réaliser doivent satisfaire aux exigences d'un cahier des charges préalablement constitué.

Dans le but d'être intégrée dans les réseaux des télécommunications, les fonctions étudiées doivent tout d'abord avoir une distribution monomode du champ (polarisé TE pour les modélisations et calculs effectués). De plus, les micro-résonateurs sont calculés notamment pour le filtrage en longueurs d'ondes voire le multiplexage (micro-résonateurs en cascade) dans les réseaux des télécoms. Or, dans les bandes C et L des télécoms, fréquemment utilisées, un spectre WDM classique (fréquence =100GHz) est constitué d'un peigne de longueurs d'onde réparties tous les 0,8nm sur une bande de 30nm environ. Ce dernier impose alors le choix d'une largeur de filtrage maximale de 1,4nm et un ISL minimale de 30nm. Ainsi, il deviendra possible d'extraire une seule longueur d'onde sur l'intervalle de 30nm et ce sans toucher à ses voisins. Le cahier des charges orienté télécoms est pour cette étude une référence mais l'utilisation de ces micro-résonateurs pourrait concerner d'autres domaines comme celui des capteurs.

Les structures doivent être par ailleurs les plus petites possibles par souci de miniaturisation. Ainsi, un guide semi-enterré (Figure III.1a) réalisé à l'aide du PVCi donne un écart d'indice avec l'air de 0,58 permettant la réduction du rayon de courbure jusqu'à 15 $\mu$ m.

Cependant, avec l'utilisation de très grands contrastes d'indice, certaines dimensions géométriques comme par exemple l'espacement entre le guide et l'anneau (gap) devaient être nécessairement submicroniques (voir proche de  $0,1\mu\text{m}$ ) afin de remplir le cahier des charges.

Notons, qu'une étude complète avait été réalisée avec la configuration ( $\Delta n=0,6$ ) dans le cadre d'une thèse soutenue en 2004 par Carol Arnaud [4]. Or, la technologie utilisée, connue traditionnellement pour avoir des résolutions de l'ordre du micron ne permet pas ce genre de prouesse et ce type de structure a été abandonné, en tout cas momentanément, le temps de progresser en réalisation technologique.

Par la suite, une autre étude ponctuelle a été réalisée en utilisant des guides enterrés (Figure III.1b). Avec les matériaux utilisés, les contrastes d'indice sont de l'ordre de 0,1 à 0,2. En conséquence, les tailles géométriques les plus petites, à savoir celles des gaps, doivent être de l'ordre du micromètre voire légèrement submicroniques. Les améliorations apportées à la photolithographie classique dans le cadre de cette thèse ont alors permis aisément d'avoir une résolution submicronique mais ne permettent toujours pas d'atteindre  $0,1\mu\text{m}$  ; voir Chapitre II : Amélioration de la résolution.

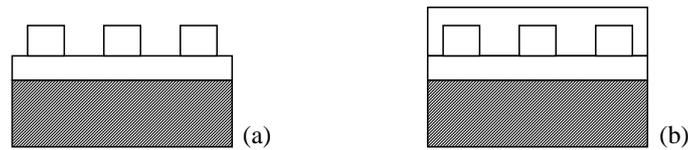


Figure III.1 : Représentation des guides utilisés dans cette étude. a) guide en relief. b) guide enterré à partir d'un « ridge »

Cette dernière étude a permis d'avoir des grandeurs géométriques pour la réalisation de guides enterrés. Toutefois, ces différentes simulations avaient eu lieu durant les premiers mois de notre étude, et, à cette période le choix des matériaux venait seulement d'être fait sans étude approfondie. Pour cette raison, les indices de réfraction choisis pour les calculs sont approximatifs mais néanmoins proches des valeurs mesurées par la suite.

En outre, les différents calculs effectués avaient donné des résultats disparates selon le modèle de calcul utilisé. Ceci peut être dû probablement à leurs limites d'utilisation. En effet, par exemple, pour le calcul des pertes aux courbures et par la suite pour déterminer les rayons de courbures minimaux, deux méthodes avaient été utilisées : celle de Marcuse et celle de Marcatili et Miller. La première est basée sur l'hypothèse que la courbure d'un anneau est suffisamment faible pour que les conditions de propagation soient les mêmes que pour un guide droit plan (infini sur l'épaisseur); même distribution du champ électromagnétique et même vitesse de phase que pour un guide droit. Quant à la seconde, l'approximation de Marcatili [138] peut être utilisée si la différence d'indice entre le cœur et la gaine est inférieure à 0,08. En annexe III.1, se trouvent quelques éléments de l'approximation de Marcatili permettant d'avoir la valeur limite de 0,08 pour le contraste d'indice.

Après confrontation des différents résultats issus des différents calculs, un choix de valeurs a été fait afin de permettre la réalisation des structures par la suite.

Les conditions qui ont motivées ce choix sont :

- Avoir des structures permettant un guidage monomode
- Avoir des rayons de courbures pour les anneaux pour lesquels les pertes aux courbures ne dépassent pas  $0,01\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$
- Avoir des valeurs de gap ou d'espacement entre guide et anneau permettant un taux de couplage de l'ordre de 20%. Ceci permet par la suite d'obtenir des finesses de 10 suffisantes pour l'extraction d'une longueur d'onde d'un spectre WDM sans toucher à ces voisines.

Par ailleurs, une solution a été trouvée afin de pouvoir extraire une longueur d'onde et une seule sur un peigne de longueurs d'ondes. L'exemple d'un multiplexeur/démultiplexeur à 4 longueurs d'ondes sera présenté par la suite.

Les différentes grandeurs caractéristiques pour les guides et les micro-résonateurs étudiés ici sont résumées en Tableau III.1. Les valeurs de  $a_{\text{max}}$  sont celles au-delà desquelles le guidage dans un guide carré de côté  $a$  devient multimode. Les valeurs des  $R$  et  $\text{Gap}$  correspondent aux rayons de courbures des anneaux et aux espacements entre les guides et les anneaux.

Les différentes valeurs des indices de réfractions (mode TE) sont aussi données dans le Tableau III.1. En outre, en annexe III.2, se trouve un résumé plus complet des indices de réfraction à  $\lambda=632,8\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$  avec les différents écarts types.

Par ailleurs, l'intervalle spectral libre pour chaque anneau estimé à partir de  $\text{ISL} \approx \lambda^2/(2\cdot\pi\cdot N\cdot R)$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde,  $N$  l'indice du matériau constituant le cœur de la structure et  $R$  le rayon de l'anneau.

Un dernier paramètre est aussi donné dans le Tableau III.1 et concerne le taux d'intégration (TI) des anneaux en fonctions du contraste d'indice dans un centimètre carré. Le taux d'intégration est calculé à partir de l'équation III. 1.

$$\text{TI} = \frac{1}{[2(R+a)]^2} \quad \text{III. 1}$$

Matériaux	PMATRIFE (gaine)	PMMA (cœur)	PMMI (cœur)	PVCi (cœur)
Indice (à $\lambda=1550\text{nm}$ )	1,409	1,481	1,522	1,582
Contraste d'indice avec le PMATRIFE (à $\lambda=1550\text{nm}$ )	-	0,072	0,113	0,173
$a_{\text{max}}$ ( $\mu\text{m}$ )	-	2,5	1,5	1,4
$R$ ( $\mu\text{m}$ )	-	170	90	40
Gap ( $\mu\text{m}$ )	-	1	0,8	0,7
ISL (nm)	-	1,5	2,8	6,0
$\text{TR}_1$ ( $\text{cm}^{-2}$ )	-	~850	~3000	~15500

Tableau III.1 : Récapitulatif des différents paramètres concernant les micro-résonateurs.

## 1.1 Conception d'un premier masque

A partir des différentes grandeurs géométriques retenues, un masque nommé « RAM01 » avait été réalisé (Annexe III.3).

Sur ce dernier, quatre zones différentes avaient été prévues et elles correspondent aux trois contrastes d'indices présentés dans le Tableau III.1 et au contraste d'indice 0,48 que fait le PMMA avec l'air (guide semi enterré).

Sur ce masque se trouvent des guides droits de largeurs différentes et des micro-résonateurs de tailles différentes, des « tapers » segmentés et des guides effilés. Ces différentes fonctions existent sur les quatre zones. Toutefois, seule une zone correspond exactement à un contraste d'indice donné. Malgré cela, pour ne pas gaspiller les trois quarts de l'échantillon, les fonctions sur les autres zones peuvent être utilisées à la condition de savoir que certains guides peuvent être en limite de non-guidage ou en limite d'être multimodes. En effet, afin d'exploiter au mieux toute la surface du masque, un compromis sur la taille des guides des différentes zones avait été trouvé sauf pour le contraste 0,48.

Dans le Tableau III.2 suivant sont présentées schématiquement les différentes fonctions présentes sur le masque « RAM ».

Fonction	Représentation
Guide droit	
Taper segmenté	
Micro-résonateur simple n°1 (Anneau et guide droit)	
Micro-résonateur simple n°2 (Anneau et guide droit effilé sous l'anneau)	
Disque et guide droit	
Double micro-résonateur (fonction d'insertion/extraction à double anneau)	
Anneau et deux guides droits (fonction d'insertion/extraction)	

Tableau III.2 : Résumé des différentes fonctions prévues sur le masque RAM.

## 1.2 Les différentes fonctions prévues à l'étude

Le premier masque « RAM » a été conçu afin d'explorer le maximum de fonctions possible et de pouvoir sélectionner les plus intéressantes à étudier. Les différentes fonctions représentées dans le Tableau III.2 ont été sélectionnées et ce choix a été motivé par les raisons qui seront détaillées dans les paragraphes qui suivent concernant chaque type de fonction.

### 1.2.1 Les guides droits

Des guides droits de différentes largeurs ont été réalisés (de  $0,6 \mu\text{m}$  à  $1,8 \mu\text{m}$ ). Notons qu'un autre masque existait déjà au CCLO avec des guides de largeurs de  $2\mu\text{m}$  et  $5\mu\text{m}$ . L'ensemble permet d'avoir une grande gamme de largeurs de guides.

La caractérisation de ces fonctions simples permettra d'une part de connaître le diamètre du mode et sa forme (circulaire ou elliptique) à l'aide de la méthode de caractérisation du diamètre de mode mesuré en champs proche (le détail sur cette méthode est donnée dans le paragraphe « 3. caractérisation optique »). D'autre part, ces guides droits permettront l'évaluation globale des pertes optiques de propagation.

### 1.2.2 Les tapers segmentés

Les tapers sont des fonctions qui permettent de changer le diamètre d'un mode guidé. Cependant, dans le cas des tapers traditionnels le changement de dimension de ce mode ne peut s'effectuer que dans la direction où l'élargissement dimensionnel a lieu ; par exemple, si l'on abaisse progressivement la largeur du guide, celle du mode sera affectée de la même manière. Par contre, si ce changement doit se faire sur la hauteur du guide, il est aisé d'imaginer les difficultés associées lors de la réalisation technologique. Afin de réaliser un confinement/dé-confinement du mode dans les deux directions (x, y si z est la direction de propagation) sans changer la hauteur du guide, il est possible d'utiliser les tapers segmentés (adaptateurs séquentiels). En effet, ces derniers par le biais d'une succession périodique de segments de même épaisseur (Figure III.2) permettent ce double changement de dimension pour les modes guidés.

Ces derniers tapers peuvent au départ être formés par des segments de rapport cyclique constant et ensuite par une série de segments dont le rapport cyclique ( $T_1/T_2$ ) varie d'une manière croissante ou décroissante si le taper réduit ou élargie les dimensions du champ.

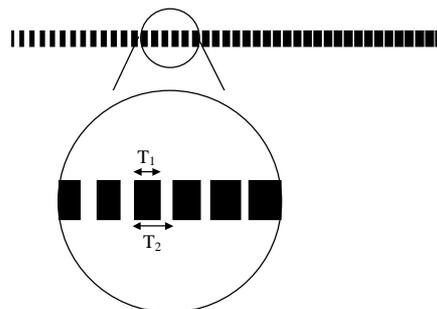


Figure III.2 : Représentation schématique d'un taper segmenté.

Sur le plan purement optique, il est indéniable que ces fonctions peuvent être d'une très grande aide pour l'injection de la lumière dans les petits guides. Néanmoins, sur le plan pratique, leur utilisation reste délicate. En effet, en tenant compte de la longueur de ces fonctions (quelques dizaines de micromètres) et sachant que lorsque l'on clive les échantillons, l'opération se fait au millimètre près si ce n'est plus ; il n'a alors jamais été possible d'avoir un taper segmenté entier pour le caractériser.

L'obtention par ailleurs, de petits modes à l'aide des fibres microlentillées a amené à délaisser, du moins pour le moment les tapers segmentés.

### *1.2.3 Les micro-résonateurs simples*

L'état de l'art de ces fonctions ainsi que leur mode de fonctionnement ont été présentés dans le chapitre I.

Une fois la technologie de réalisation des guides droits et autres fonctions optiques étudiée et optimisée, le fait de parvenir à avoir des micro-résonateurs fonctionnels est une valeur ajoutée à cette thèse encourageante à poursuivre les réalisations de fonctions plus complexes par la suite tels que les multiplexeurs. Les différents résultats mesurés sont présentés et comparés à la théorie dans la partie 3 nommée « Les caractérisations optiques ».

### *1.2.4 Les guides effilés*

La dimension critique dans la réalisation des fonctions tels que les micro-résonateurs, est le gap.

Au départ, avant l'amélioration de la résolution, pour pouvoir réaliser des micro-résonateurs il était nécessaire d'avoir des gaps dont la largeur soit de l'ordre du micromètre voire supérieure à cette valeur.

Pour cela, sachant que le couplage entre le guide et le micro-résonateur se fait par onde évanescente, il est alors question de déconfiner le champ en réduisant la largeur des guides à l'endroit du couplage avec l'anneau.

Ainsi, avec cette opération la largeur du gap peut être augmentée et devient moins contraignante pour la réalisation.

Les différents calculs font partie d'une étude interne au CCLO à l'aide d'un logiciel de BPM (Beam Propagation Method). Les différentes valeurs des gaps nécessaires pour des largeurs  $a_{\text{réduit}}$  des guides effilés à l'endroit du couplage avec l'anneau sont données en Annexe III.4.

Ces différentes valeurs permettent d'avoir un taux de couplage entre le guide et l'anneau de  $20\% \pm 2\%$ .

Loin de l'endroit du couplage entre le guide et l'anneau, les guides utilisés sont carrés de côté  $a$ . Là encore, l'étude de ces structures ayant été réalisée avant l'étude des différents

matériaux, les indices utilisés étaient approximatifs. C'est pourquoi, les contrastes d'indice  $\Delta n$  sont 0,08 ; 0,12 et 0,18 et non pas les valeurs données précédemment en Tableau III.1.

### ***1.2.5 Les fonctions d'insertion/extraction***

Cette catégorie de fonctions regroupe notamment les micro-résonateurs avec au moins une entrée « In » et deux sorties « Out » et « Drop ». Une deuxième entrée peut être utilisée, le « Add » ; elle consiste à additionner deux signaux optiques. Cette dernière ne sera pas caractérisée dans le cadre de cette étude. Deux configurations de fonctions d'insertion/extraction à base de micro-résonateurs ont été réalisées sur ce premier masque ; avec anneaux simples ou avec doubles anneaux.

## **1.3 Réalisation d'un second masque**

Tout d'abord, le premier masque avait été réalisé afin de tester plusieurs variétés de fonctions d'optique guidée intégrée en polymère. Cependant, beaucoup de fonctions et notamment la plupart des micro-résonateurs étaient inexploitable car la définition des fonctions sur ce masque était insuffisante et certaines petites dimensions comme les gaps ou les tapers segmentés étaient mal définies.

Par ailleurs, les sorties « Drop » des micro-résonateurs étaient du même côté que les entrées « IN » rendant difficile l'alignement de deux fibres optiques sur le même côté ; une fibre pour l'injection de la lumière et l'autre pour récupérer le signal « Drop » vers l'analyseur de spectre.

Malgré ce désagrément, certains micro-résonateurs « simple anneau » avec des gaps de l'ordre du micromètre ont pu être caractérisés et seront présentés par la suite.

Pour cette raison, un second masque appelé « RING » avait été réalisé avec une résolution de  $0,1\mu\text{m}$  (Annexe III.3). Sur ce dernier, se trouvent principalement des micro-résonateurs, des guides droits de largeurs allant de  $0,8\mu\text{m}$  à  $10\mu\text{m}$ , des guides courbes ainsi que des multiplexeurs.

Avec l'utilisation des fibres microlentillées, les tapers segmentés ont été mis de côté temporairement et n'ont pas été prévu sur le nouveau masque. De plus, les guides effilés ont eux aussi été abandonnés car l'amélioration de la résolution permet à ce stade de descendre en dessous du micromètre.

Les guides courbes ont des largeurs de  $1,2\mu\text{m}$ ,  $1,4\mu\text{m}$ ,  $2\mu\text{m}$  et  $2,2\mu\text{m}$  et des rayons courbures allant de  $50\mu\text{m}$  à  $400\mu\text{m}$ . Ces derniers ont été prévus afin d'estimer les pertes aux courbures dans les micro-résonateurs en fonctions du rayon de l'anneau.

## 2. Les méthodes de caractérisations optiques utilisées dans cette étude

Les caractérisations optiques consistent à évaluer les différentes fonctions réalisées ; tester leur bon fonctionnement et les comparer à la théorie d'une part ou bien estimer les différentes pertes optiques engendrées par l'ensemble du système (pertes inhérentes aux matériaux, à la technologie ou à la géométrie des fonctions).

Dans les paragraphes qui suivent sont exposées très succinctement les différentes méthodes utilisées pour effectuer les diverses caractérisations optiques dans le cadre de cette étude.

### 2.1 Les M-lines

Les « M-lines » sont la méthode de choix pour la détermination en couche mince des indices de réfraction des matériaux utilisés et de l'épaisseur déposée.

Sur la Figure III.3 se trouve une représentation du principe de fonctionnement de la méthode des M-lines.

Pour une position  $\theta$  de la lumière incidente, un couplage peut avoir lieu dans la couche mince ; cette énergie couplée correspond alors à un mode excité dans le guide plan. Ainsi, en effectuant un balayage en  $\theta$  et en recueillant l'énergie réfléchi sur la base du prisme, un spectre modal de la couche guidante peut être enregistré par l'intermédiaire d'une photodiode. Ce spectre est constitué de lignes brillantes (réflexion totale à la base du prisme) et de lignes sombres (couplage dans la couche mince). La position des modes permet de déterminer le couple (indice de réfraction + épaisseur) de la couche guidante. Au minimum deux modes sont nécessaires pour effectuer l'estimation. Néanmoins, si l'un des deux paramètres (indice de réfraction ou épaisseur) est connu, un seul mode suffit.

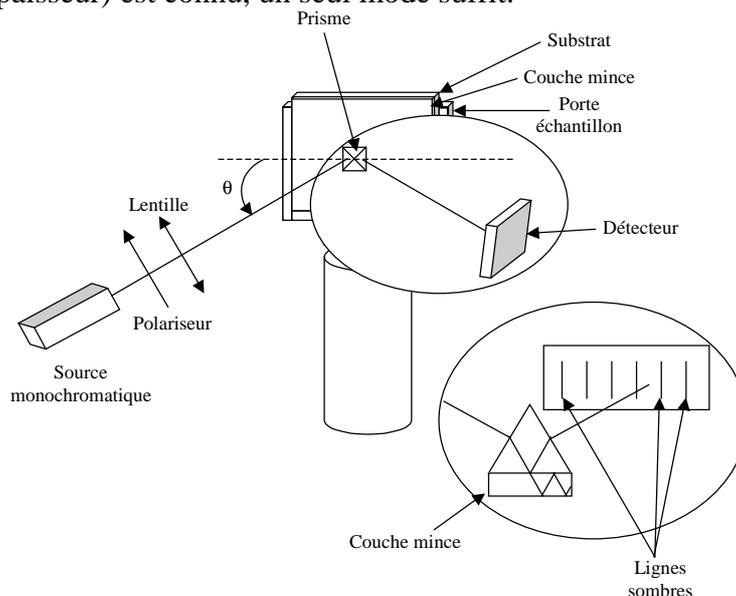


Figure III.3 : Représentation schématique du fonctionnement de la méthode de caractérisations « m-lines ».

## 2.2 Injection par le prisme et méthode du « cut back »

La méthode de l'injection par le prisme est basée sur le même principe à la différence que l'énergie mesurée est celle propagée dans la couche pour une position  $\theta$  donnée ; généralement, la position de  $\theta$  choisie est celle correspondant au mode fondamental. Cette méthode peut être assimilable à celle du « cut back » puisque le prisme est placé à différentes positions le long d'un axe.

La méthode du « cut back » consiste à faire des mesures sur un même échantillon dont la longueur est raccourcie d'une mesure à l'autre.

Idéalement, ces deux méthodes permettent d'avoir les pertes propres à la propagation dans un guide d'onde en se soustrayant des pertes engendrées par l'injection (couplage, réflexion de Fresnel). Toutefois, ces deux méthodes s'avèrent être d'application très difficile.

Concernant la méthode du « cut back », il est nécessaire de faire des mesures sur des longueurs d'échantillon de plus en plus petites sans changer les conditions d'injection de la lumière dans le guide analysé. Pour cela, et dans le cadre de la technologie utilisée (dépôt sur un substrat de silicium), l'échantillon est clivé. Malheureusement, cette opération doit s'effectuer hors du banc de caractérisation et engendre donc un dérèglement dans les alignements. Ceci sans compter que le clivage génère des surfaces de guide en sortie non nécessairement identiques d'une fois à l'autre.

Aucune mesure par la méthode du « cut back » n'a pu être réalisée correctement pour le moment. Notons toutefois que sur le dernier masque, plusieurs séries de guides droits de différentes largeurs sont prévues. Ceci permet alors de réaliser un grand nombre de mesure puis d'effectuer une étude statistique sur les pertes. Par manque de temps, ces mesures n'ont pas été encore réalisées.

Bien qu'il n'y ait pas de besoin de cliver l'échantillon dans le cadre de l'utilisation de la méthode de l'injection par le prisme, cette dernière est aussi délicate à manipuler. En effet, désormais la longueur du guide est raccourcie par le déplacement du prisme. Or, pour déplacer ce dernier, il est nécessaire de l'éloigner de la couche mince afin de pouvoir le plaquer dans un autre endroit. Cette opération de plaquage du prisme contre la couche mince s'avère être la source des petits désagréments constatés au départ. Néanmoins, grâce à cette méthode, des mesures ont pu être effectuées sur des couches polymères et donnent les résultats présentés dans le paragraphe «4.1.5 Mesures des pertes sur les guides plans ».

Notons, par ailleurs que cette méthode est très difficilement applicable aux guides « ridge » d'une part à cause de la difficulté de l'ajustement de l'injection dans les structures de très petites tailles (quelques micromètres) à partir d'un prisme et d'autre part, en raison de la fragilité de ce type de guides.

## 2.3 Le champ proche

Le but de cette méthode est l'évaluation de la taille du mode en sortie d'un guide d'onde. Le schéma de principe est donné en Figure III.4. L'injection dans le guide est effectuée à l'aide d'une fibre microlentillée ou non selon la taille du guide. Ensuite, le faisceau en sortie est focalisé sur une caméra IR par l'intermédiaire d'un objectif de

microscope. Le signal recueilli sur le détecteur de la caméra est visualisé sur l'écran d'un ordinateur ce qui permet d'avoir la taille du mode à la sortie du guide d'onde à  $1/e^2$ . En mesurant ce paramètre, il devient possible alors de choisir une fibre microlentillée dont le diamètre de mode en sortie est très proche voire identique à celui du guide. Par ce biais, les pertes dues au couplage sont minimisées.

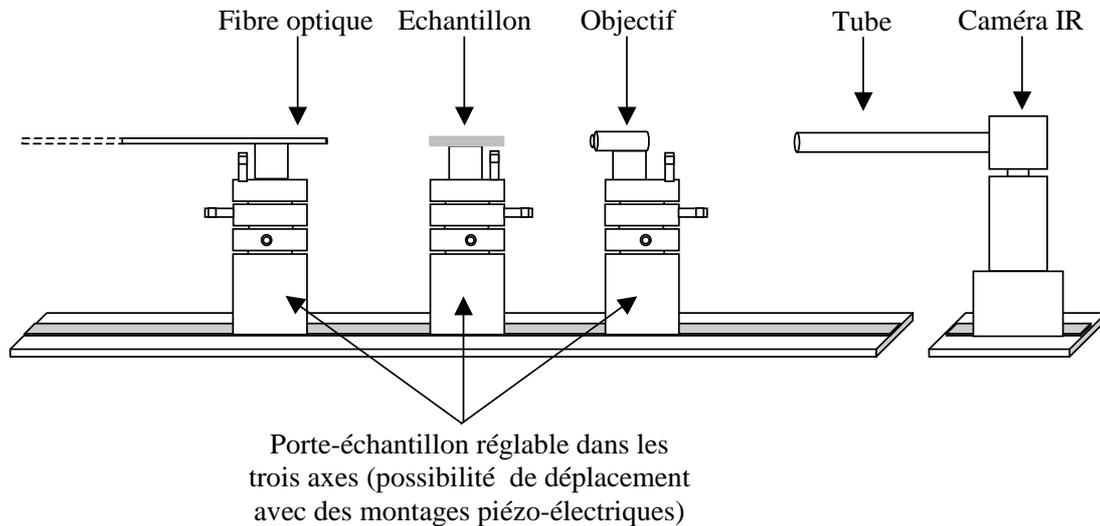


Figure III.4 : Représentation schématique du banc de caractérisation par la méthode du champ proche.

## 2.4 Analyseur de spectre et puissance-mètre

Dans le cas des caractérisations des pertes de propagation dans les guides d'ondes il a été nécessaire de mesurer la puissance du faisceau injectée et celui se trouvant à la sortie du guide d'onde. Pour cela, l'objectif de microscope de la Figure III.4 est remplacé par une fibre optique (monomode) elle-même reliée à un puissance-mètre (dans le cas de mesure de pertes optiques) ou à un analyseur de spectre (dans le cas de la caractérisation des micro-résonateurs).

## 2.5 La technique de réflectométrie optique à faible cohérence

Le sigle OLCR (Optical Low Coherence Reflectometry = réflectométrie optique à faible cohérence) est très souvent utilisé. Cette technique s'est révélée être très intéressante pour l'étude de la dispersion de vitesse de groupe dans les fibres optiques. Cette dispersion engendre un élargissement temporel des impulsions lumineuses du signal optique.

Ce dispositif a pu être testé sur les guides d'ondes réalisés durant cette thèse sur le banc et avec l'équipe de l'ENST de Paris.

L'OLCR de l'ENST se compose de deux interféromètres de Michelson (Figure III.5); l'un en lumière cohérente (632,8nm) et l'autre en lumière incohérente.

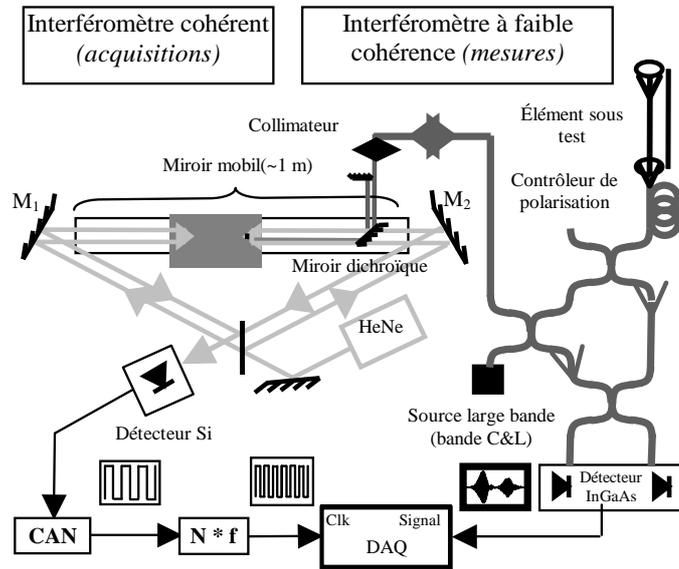


Figure III.5 : Schéma du montage OLCR utilisé à l'ENST de Paris. (Reproduit avec l'autorisation des auteurs)

Le premier interféromètre permet d'avoir un échantillonnage spatial régulier tous les 40nm permettant de repérer la position du miroir mobile monté sur un chariot coulissant sur coussin d'air. Ce premier interféromètre constitue l'horloge du dispositif pour le système d'acquisition des données. Le second permet la détection de la position du dioptre (zone de rétrodiffusion) au sein de l'échantillon testé. Il comprend notamment une source large bande ( $\Delta\lambda \approx 80\text{nm}$ ) émettant autour de 1550nm. L'utilisation d'une source large bande donc à faible cohérence temporelle permet d'obtenir des interférogrammes localisés et une grande résolution spatiale [139] ( $30\mu\text{m}$  dans l'air).

Ce dernier est doté d'une détection synchrone permettant la séparation du signal utile de la puissance optique moyenne reçue ; grâce à cette détection synchrone le dispositif OLCR de l'ENST de Paris possède une grande sensibilité de mesure (une dynamique de 60dB). En outre, le signal mesuré est séparé en ses deux composantes : le signal en phase et le signal en quadrature.

A l'aide du miroir mobile, un balayage est réalisé sur toute la longueur de l'élément à tester permettant l'obtention de l'ensemble des interférences et notamment celles ayant lieu sur les faces avant et arrière des guides d'ondes. En comparant les réflectogrammes des faces avant et arrière des guides d'ondes, il peut être possible d'analyser la dispersion de groupe. Le contrôleur de polarisation n'est pas utilisé pour cette analyse.

Tout d'abord, les expressions de ces réflectogrammes sont données en fonction de la différence de trajet optique  $\tau$  dans l'équation III. 2.

$$I(\tau) \propto \frac{1}{4\pi} \Re \left\{ \int_{-\infty}^{+\infty} S(\omega) \tilde{r}(\omega) e^{j\omega\tau} d\omega \right\} \quad \text{III. 2}$$

avec  $S(\omega)$  l'intensité du spectre source et  $\tilde{r}(\omega) = \left| \tilde{r}(\omega) \right| \exp[j\phi(\omega)]$  la réflectivité complexe.

Il peut être montré, par ailleurs que le réflectogramme est essentiellement une transformée de Fourier de la réflectivité complexe sur une des faces (avant et/ou arrière) du guide d'onde. Un algorithme de transformée de Fourier est alors appliqué aux réflectogrammes pour chaque face avant et arrière. Ainsi un temps de groupe  $t_g$  peut être obtenu en faisant la différence entre les phases  $\phi_{\text{arrière}}$  et  $\phi_{\text{avant}}$  des réflectivités de chacune des faces arrière et avant respectivement. L'expression de  $t_g$  est donnée par l'équation III. 3.

La Figure III.6, présente un exemple d'une étude menée par Y. Jaouën et al. Ceci permet de mieux apprécier les équations données dans ce paragraphe.

$$t_g = \frac{d}{d\omega} [\phi_{\text{arrière}}(\omega) - \phi_{\text{avant}}(\omega)] \quad \text{III. 3}$$

La dispersion de la vitesse de groupe ou GVD (Group Velocity Dispersion) est alors donné par :

$$\text{GVD} = \frac{1}{2L} \cdot \frac{dt_g}{d\lambda} \quad \text{III. 4}$$

D'une manière générale, lorsque le temps de groupe varie d'une manière significative avec  $\lambda$ , la dispersion de groupe obtenue avec l'équation III. 4 peut être approchée par une fonction polynomiale.

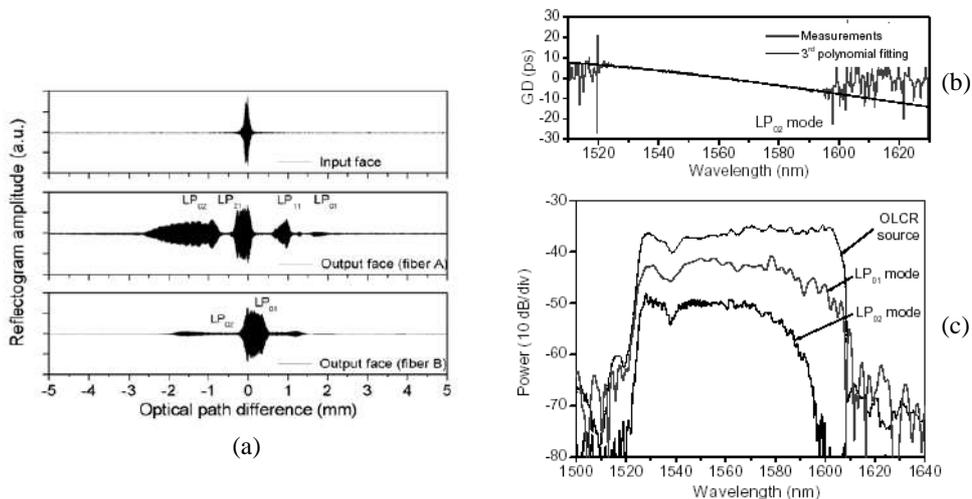


Figure III.6 : (a) Représentation de différents réflectogrammes en entrée et sortie d'une fibre. (b) Représentation du temps de groupe en fonction de  $\lambda$ . (c). Différents spectres de réflectivité [140].

Dans le cas où le composant à mesurer serait biréfringent, le réflectogramme varie en fonction de la position du polariseur. Lorsque le polariseur est à 45°, les champs réfléchis par chaque polarisation interfèrent et le spectre du réflectogramme présente des extinctions pour certaines longueurs d'ondes. L'intervalle spectral entre 2 minima consécutifs nous permet de calculer la biréfringence selon l'équation III. 5.

$$B = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda \cdot 2L} \quad \text{III. 5}$$

Où  $\Delta\lambda$  est l'intervalle spectral entre deux minima consécutifs et L la longueur du guide d'onde.

Pour résumer, tout d'abord les différents spectres de réflectivité des faces de sortie des guides seront comparés au spectre de la source afin d'examiner le guidage en fonction de la longueur d'onde. Ensuite, l'étude des courbes GVD en fonction de la longueur d'onde permettra de conclure sur l'importance de la dispersion de groupe. Enfin, l'étude des réflectogrammes de sortie et des spectres de réflectivités en fonction de la polarisation permettra de conclure sur l'existence d'une quelconque biréfringence.

### **3. Introduction sur les caractérisations optiques effectuées**

Dans ce qui suit, seront présentées les différentes caractérisations optiques réalisées et les différents résultats expérimentaux obtenus. Afin de faciliter la présentation, ces caractérisations seront exposées dans des parties séparées. Ainsi, la première partie sera consacrée aux évaluations des pertes dans les matériaux ainsi que dans les guides plans et « ridge ». Une seconde partie sera consacrée à l'exploitation des réponses spectrales des micro-résonateurs. Enfin, une dernière partie montrera les résultats des mesures effectuées par OLCR.

### **4. Mesures des pertes**

Les pertes globales dans les structures réalisées peuvent avoir diverses origines :

- Pertes intrinsèques dues à la formulation chimiques des polymères utilisés (absorption, diffusion).
- Pertes dues aux impuretés.
- Pertes dues à la technologie utilisée (rugosité de surface, décollement entre couche).
- Pertes dues à la géométrie des structures (pertes aux courbures, pertes de couplage pour les micro-résonateurs).
- Pertes dues aux méthodes de caractérisations (pertes de couplage entre fibre et guide, pertes par réflexion Fresnel).

Afin de pouvoir séparer les différentes pertes, une étude, tout d'abord menée sur le PMMA, vise à mesurer séparément les pertes dues à ce matériau en premier lieu. Ensuite, les pertes dans les guides d'onde sont mesurées en même temps que les pertes de couplages entre la fibre optique et les guides d'ondes.

Toutefois, la priorité dans cette étude de thèse était principalement l'étude et l'amélioration de la réalisation technologique par les techniques présentées en chapitre II. C'est pourquoi, très peu de mesures sur les pertes par propagations dans les guides droits ont été réalisées et les principales caractérisations optiques se sont portées sur les micro-résonateurs.

### 4.1 Mesures des pertes dans les matériaux

L'étude des pertes dans les matériaux comprend l'ensemble des pertes intrinsèques dues à la formulation chimique. L'on inclura aussi dans ces pertes celles dues aux impuretés présentes dans les matériaux de départ bien que celles-ci leur soient extrinsèques.

Tout d'abord, les pertes par diffusion intrinsèque dans les polymères sont très faibles ; elles sont de l'ordre de  $10^{-4}$  dBcm<sup>-1</sup> dans le visible [71] et deviennent insignifiantes à 1550nm.

Les deux autres sortes de pertes à estimer sont donc : les pertes extrinsèques dues aux impuretés et celles, intrinsèques dues à l'absorption par des vibrations de liaisons.

#### 4.1.1 Pertes dues aux impuretés

Pour commencer, des analyses par chromatographie d'exclusion stérique effectuées sur le PMMA révèlent l'existence d'un seul composé dont la masse moléculaire moyenne en poids  $\overline{M}_w$  est d'environ 106000g.mol<sup>-1</sup>.

En partant du principe que les poussières sont les seules impuretés présentes en quantité suffisante pour engendrer des pertes optiques, il reste alors la diffusion et l'absorption dues à ces poussières et l'absorption due aux vibrations moléculaire dans le PMMA.

Concernant les premiers types de pertes, une étude a été effectuée sur des solutions de PMMA dissout dans le TCE (100g.L<sup>-1</sup>) en fonction du diamètre des pores des filtres (0,2 $\mu$ m ; 0,45 $\mu$ m ; 0,8 $\mu$ m ; 1,2 $\mu$ m ; 5 $\mu$ m et sans filtration). Les résultats sont présentés en Figure III.7. Ces différentes mesures ont été réalisées sur des solutions contenues dans des cuves de 5cm de longueurs.

Afin de réduire les incertitudes sur les mesures, la même solution de PMMA/TCE a été divisée en six échantillons puis chaque échantillon a été filtré à un degré de filtration

différent en salle blanche (classe 100). Les filtres utilisés sont en PTFE\*, un matériau très résistant à tous les solvants utilisés dans cette étude.

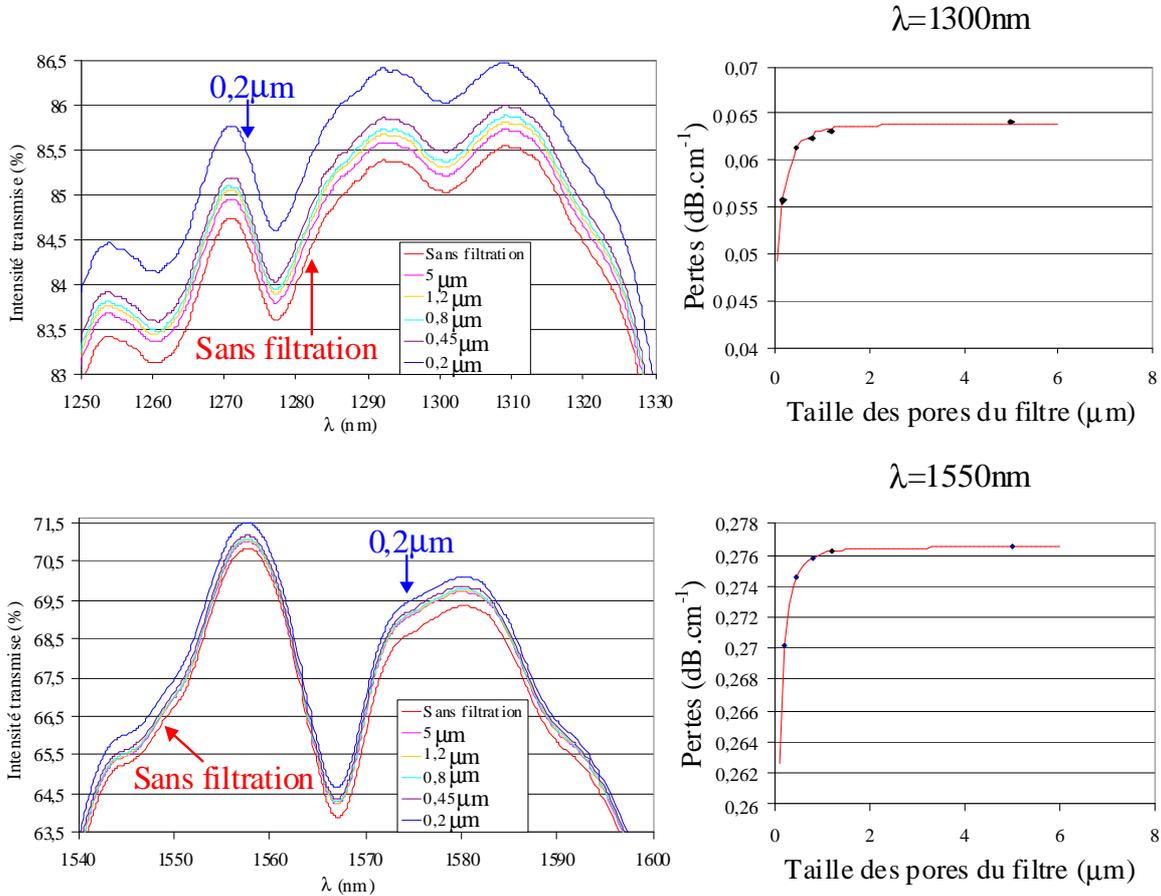


Figure III.7 : A gauche, évolution des intensités relatives en fonction des diamètres des pores des filtres (en  $\mu\text{m}$ ). A droite, évolution des pertes totales (moins les pertes par réflexion Fresnel) en fonction des diamètres des pores des filtres, ces évolutions sont montrées à  $\lambda=1300\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

La Figure III.7, à gauche, montre que plus le diamètre des pores du filtre est petit, plus l'intensité transmise est élevée. Ceci est vrai à toutes les longueurs d'onde et notamment à 1300nm et à 1550nm.

Ces mesures, réalisées au départ sur des diamètres de pores différents pour mettre en évidence l'effet de la filtration, ne permettent pas de donner des moyennes sur les différentes valeurs bien que sur chaque échantillon, deux mesures aient été effectuées.

\* PTFE : le Polytétrafluoroéthylène est découvert en 1938 par R. J. Plunkett. Il est commercialisé sous différents noms notamment le Teflon®.

Malgré cela, il est possible de remarquer que les pertes optiques (pertes par réflexion Fresnel ôtées) semblent diminuer d'une manière exponentielle au fur et à mesure que le diamètre des pores diminue. Ces évolutions sont données en Figure III.7 (à droite). Ces pertes sont d'autant plus faibles que le diamètre des pores est petit et semblent présenter une saturation au-delà d'environ  $2\mu\text{m}$  pour les diamètres des pores.

Les courbes dont l'équation est du type  $a \cdot (1 - e^{-(k \cdot x)^d})$  s'avèrent bien représenter cette évolution. Les valeurs des constantes  $a$ ,  $k$  et  $d$  sont résumées dans le Tableau III.3 et  $x$  représente le diamètre des pores des filtres utilisés.

$\lambda$	$a$	$d$	$k$	$R^2$
1300nm	0,06377	0,49244	22,10490	0,99025
1550nm	0,27649	0,33454	265,12294	0,99998

Tableau III.3 : Récapitulatif des constantes  $a$ ,  $d$  et  $k$  utilisées dans l'équation  $a(1 - e^{-(k \cdot x)^d})$ .

Toutefois, étant donné un faible nombre de points de mesure, principalement pour les faibles degrés de filtration, aucun commentaire ne sera fait sur ces évolutions exponentielles. Notons tout de même que depuis peu, des filtres PTFE à  $0,1\mu\text{m}$  sont disponibles à l'achat. Toutefois, faute de temps, des mesures n'ont pu être réalisées avec ces filtres. Une mesure supplémentaire à ce niveau de filtration permettrait certainement d'avoir une meilleure estimation de l'évolution des pertes par diffusion.

#### 4.1.2 Pertes dues aux vibrations de liaisons

Au niveau des matériaux, les pertes les plus élevées semblent être issues de l'absorption due aux vibrations moléculaires dans le domaine du proche infra rouge et notamment autour de  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Tel qu'il a été montré dans le chapitre I, les liaisons entrant en jeu dans le domaine des longueurs d'ondes concernées sont principalement les liaisons C – H. Un spectre d'absorption d'une pastille de PMMA donné en Figure III.8 montre les différentes bandes d'absorption entrant en jeu dans le domaine 900nm-1700nm. Lorsque l'on s'intéresse simplement aux longueurs d'ondes autour de 1300nm et 1550nm (bandes O et C des télécoms), aucune harmonique de vibration moléculaire n'existe. Toutefois, le niveau des pertes d'absorption dans ces zones intermédiaires est influencé par celui des pics d'absorption aux alentours.

Néanmoins, étant donné le niveau d'absorption généralement très bas de ces zones inter-bandes, il est extrêmement difficile de les évaluer par des méthodes connues comme celle utilisant la loi de Beer-Lambert avec des solutions très diluées.

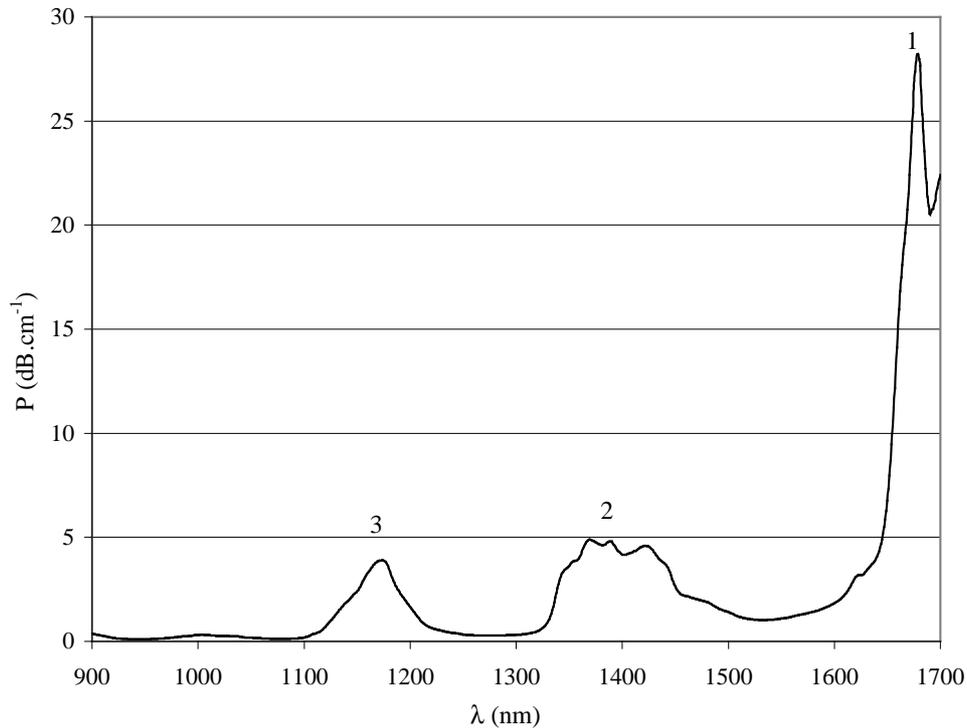


Figure III.8 : Spectre d'absorption sur le PMMA en pastille. Bandes d'absorption dues aux harmoniques de vibration de liaisons C-H dans le plan. Massif 1 = 2<sup>ième</sup> harmonique. Massif 2 = bande de combinaison. Massif 3 = 3<sup>ième</sup> harmonique

Afin d'estimer ces pertes, différentes approches de caractérisations ont été envisagées. Chacune de ces approches permet de s'affranchir de quelques inconvénients mais peut aussi avoir certains désagréments

Ces méthodes sont :

- La spectroscopie infra rouge sur des pastilles.
- La spectroscopie infra rouge sur des solutions.
- L'injection par le prisme sur des guides plans.

#### 4.1.3 La spectroscopie infra rouge sur pastilles

Le but de cette méthode est de pouvoir s'affranchir de toutes sources de pertes autres que celles dues au polymère et vraisemblablement aux poussières. Pour cela, les pastilles ont été préparées à partir du polymère brut compressé sous 15 tonnes ; la seule action de la pression n'est pas suffisante car les pastilles obtenues étaient opaques dans le visibles et

blanches car formée de poudre frittée. Ce type de pastille engendre d'énormes pertes par diffusion.

Afin d'homogénéiser la pastille, la poudre subit un recuit à 150°C pendant 2heures (pour le PMMA) avant la mise sous pression à chaud.

Notons que la mesure de perte la plus faible obtenue sur une des premières pastilles de PMMA réalisées (pertes par réflexion Fresnel soustraite) est de 0,31dB.cm<sup>-1</sup> à λ=1550nm. Par la suite, aucune mesure n'a pu donner de pertes aussi basses ; cette mesure est alors mise en doute.

Afin de s'affranchir des pertes Fresnel et celle dues aux éventuelles inhomogénéités de surface, le procédé adopté est celui de réaliser des pastilles de plusieurs épaisseurs.

Une première série de mesure a été effectuée sur des pastilles de PMMA ayant subi un recuit à 200°C pendant 1 heure et compressé aussitôt à chaud sous 15tonnes. Les pastilles sont des cylindres de diamètre 29mm.

Une deuxième série a été réalisée avec des pastilles ayant subi un traitement thermique à 150°C pendant 2x1heure et compressé à chaque fois sous la même masse qu'auparavant.

Les résultats sont montrés en Figure III.9. Les courbes en rouge correspondent aux recuits à 200°C et celles en noir aux recuits à 150°C. Les équations des droites sont données en bas de la Figure III.10 pour λ=1300nm et en haut pour λ=1550nm. Les moyennes des écarts types sont de 0,0026 et 0,0022 à λ=1300nm et λ=1550nm respectivement.

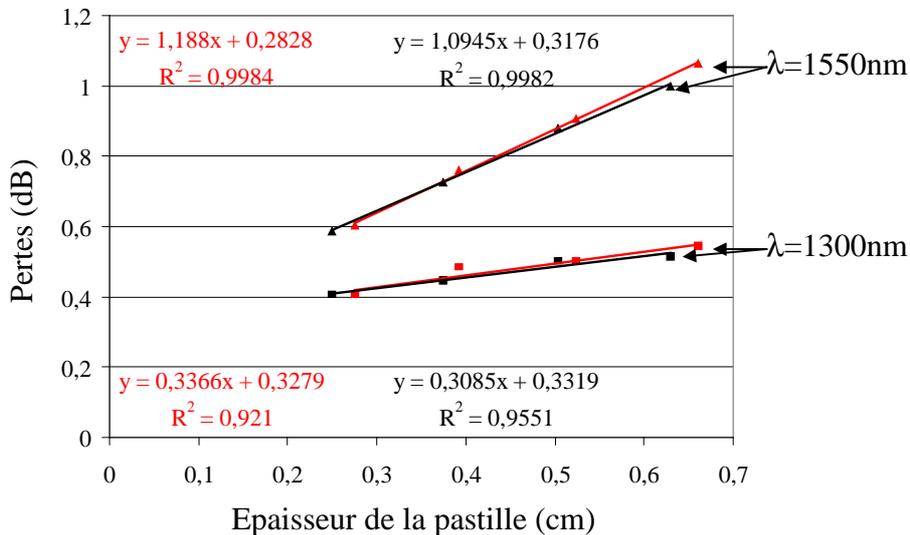


Figure III.9 : Evolution des pertes totales en fonction de l'épaisseur des pastilles de PMMA. En rouge traitement thermique à 200°C et en noir à 150°C.

Les pertes ainsi mesurées sont de l'ordre de 0,3 dB.cm<sup>-1</sup> et 1,1dB.cm<sup>-1</sup> aux longueurs d'onde 1300nm et 1550nm respectivement et ce pour les deux séries de mesures. Cette étude montre par ailleurs que le PMMA ne subit pas à 200°C une augmentation notable des pertes

optiques. Ceci est à mettre en lien avec l'étude thermomécanique réalisées sur le PMMA à 200°C dans le chapitre II.

Cette méthode de mesure a aussi été utilisée pour estimer les pertes optiques sur des pastilles de PMMI. Les pertes ainsi mesurées sur ce matériau sont semblables à celles mesurées sur le PMMA (Figure III.10). Les pastilles ont subi un traitement thermique à 200°C pendant 2x1heure et compressé à chaque fois sous 15 tonnes. Les moyennes des écarts types sont de 0,0006 et 0,0010 à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $\lambda=1550\text{nm}$  respectivement.

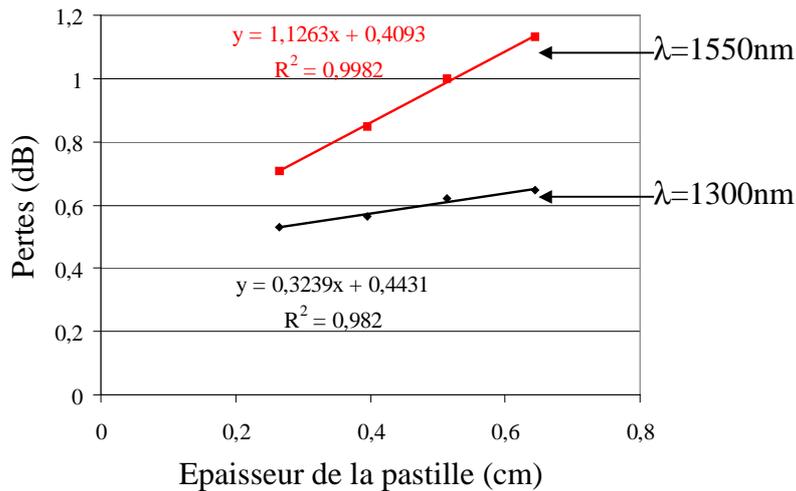


Figure III.10 : Evolution des pertes totales en fonction de l'épaisseur des pastilles de PMMI.

Par cette méthode, les pertes obtenues sont une estimation des pertes totales : absorption + diffusion. Il est toutefois utile de signaler que ces estimations sont des majorations des valeurs des pertes dues à l'absorption des vibrations moléculaires. Les autres formes de pertes peuvent être dues à la diffusion et/ou à l'absorption par les impuretés mais aussi peut être à une mauvaise compaction des pastilles.

Aussi, en parallèle à l'étude menée sur les pastilles, des mesures sur des solutions de PMMA et de PMMI dissous dans le TCE ont été entreprises. Cette seconde méthode présentée dans le paragraphe suivant a permis une estimation plus fine des pertes notamment pour le PMMA.

#### 4.1.4 La spectroscopie infra rouge sur des solutions

Cette étude a été réalisée au départ sur des solutions de PMMA filtrées à 0,2 $\mu\text{m}$ , dissous dans le TCE à différentes concentrations et avec des cuves de différentes longueurs. Ensuite, cette méthode a été utilisée pour estimer les pertes optiques du PMMI. L'innovation apportée ici est celle de pouvoir estimer les pertes dans les matériaux polymères avec les solvants utilisés par la suite pour réaliser des dépôts de couches minces et non nécessairement des solvants fluorés ou chlorés qui s'avèrent être parfois des mauvais solvants pour les polymères utilisés.

Présentation de la méthode

Dans un premier temps, un bilan entier a été réalisé sur les intensités optiques : réflexion, absorption, diffusion et transmission. Les différentes notations utilisées pour les intensités sont représentées sur la Figure III.11. Les indices t, A et D correspondent respectivement à la transmission, l'absorption et la diffusion.  $n_0$ ,  $n_v$  et  $n_p$  représentent respectivement les indices de réfraction de l'air, du verre (ou des parois de la cuve) et du polymère (ou d'une manière générale de la solution).

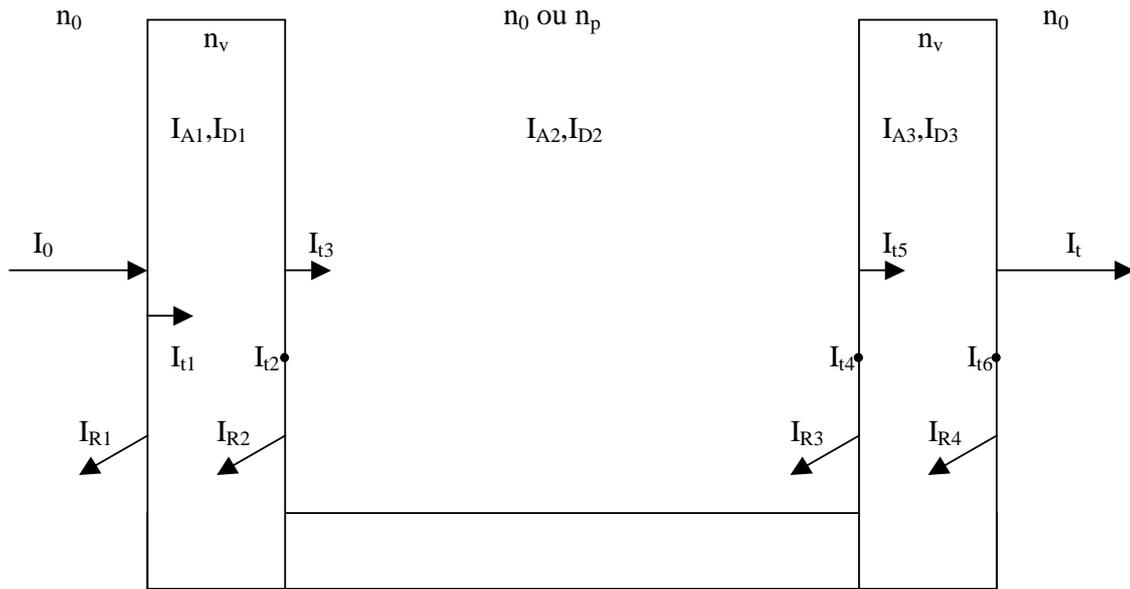


Figure III.11 : Représentation schématique des différentes notations des intensités lumineuses prises en compte dans cette étude.

On pose tout d'abord,  $\alpha$  et  $\beta$  les coefficients de transmission après une réflexion de Fresnel sur les parois externes et internes de la cuve respectivement.

$$\text{Soit alors } \alpha = \frac{4 n_0 n_v}{(n_0 + n_v)^2} = \frac{I_{t1}}{I_0} = \frac{I_t}{I_{t6}} \quad \text{III. 6}$$

$$\text{et } \beta = \frac{4 n_p n_v}{(n_p + n_v)^2} = \frac{I_{t3}}{I_{t2}} = \frac{I_{t5}}{I_{t4}} \quad \text{III. 7}$$

Par ailleurs, en faisant le bilan des intensités lumineuses dans les parois de la cuve et à l'intérieur de cette dernière on obtient :

$$I_{t2} = I_{t1} - I_{A1} - I_{D1} \quad \text{III. 8}$$

$$I_{t4} = I_{t3} - I_{A2} - I_{D2} \quad \text{III. 9}$$

$$I_{t6} = I_{t5} - I_{A3} - I_{D3} \quad \text{III. 10}$$

Et, à partir des équations III. 6 à III. 10, on trouve finalement :

$$I_t = \alpha^2 \beta^2 I_0 - \alpha \beta^2 (I_{A1} + I_{D1}) - \alpha \beta (I_{A2} + I_{D2}) - \alpha (I_{A3} + I_{D3}) \quad \text{III. 11}$$

Cette dernière est alors l'équation bilan de toutes les intensités lumineuses prises en compte dans cette étude. Notons que  $I_0=100\%$ , car avant les différentes mesures un ajustement (autozéro) des niveaux maximal et minimal de l'intensité transmise dans l'air est effectué.

Si maintenant l'on considère séparément la cuve vide et la cuve remplie d'une solution, l'équation III. 11 peut être réécrite sous les deux formes présentées ci-après en III. 13 et III. 15.

**Cuve vide (air) :**

Dans ce cas  $\alpha = \beta ; I_{A2} = I_{D2} = 0$

Par ailleurs, en considérant que les pertes par absorption et par diffusion sont identiques sur les deux parois de la cuve, l'on peut alors noter :

$$I_{A1} = I_{A3} \text{ et } I_{D1} = I_{D3}$$

L'équation III. 11 devient :

$$I_{ta} = \alpha^4 I_0 - (\alpha^3 + \alpha)(I_{A1} + I_{D1}) \quad \text{III. 12}$$

Soit alors

$$A = \frac{\alpha^4 - B}{\alpha^3 + \alpha}$$

III. 13

avec  $A = \frac{I_{A1} + I_{D1}}{I_0}$  ;  $B = \frac{I_{ta}}{I_0}$  ;  $\alpha = \frac{4 n_0 n_v}{(n_0 + n_v)^2}$  et  $I_{ta}$  l'intensité mesurée en sortie de la cuve vide

**Cuve remplie :**

Ici  $\alpha \neq \beta ; I_{A2} \neq I_{D2} \neq 0$

Et  $I_{A1} = I_{A3}$  et  $I_{D1} = I_{D3}$

L'équation III. 11 devient

$$I_{tp} = \alpha^2 \beta^2 I_0 - \alpha(\beta^2 + 1)(I_{A1} + I_{D1}) - \alpha \beta (I_{A2} + I_{D2}) \quad \text{III. 14}$$

Soit alors

$$\frac{\alpha^2 \beta^2 - \alpha(\beta^2 + 1)A - B'}{\alpha \beta} = A'$$

III. 15

$$\text{avec } A = \frac{I_{A1} + I_{D1}}{I_0} ; A' = \frac{I_{A2} + I_{D2}}{I_0} ; B = \frac{I_{tp}}{I_0} ; \alpha = \frac{4 n_0 n_v}{(n_0 + n_v)^2} ; \beta = \frac{4 n_p n_v}{(n_p + n_v)^2} \text{ et } I_{tp}$$

l'intensité mesurée en sortie de la cuve remplie.

Dorénavant, le but est d'estimer les valeurs des pertes par encadrement. Pour cela,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $n_v$  et  $n_p$  sont calculés pour différentes valeurs de A et A' ;  $I_{ta}$  et  $I_{tp}$  sont les valeurs de  $I_t$  mesurées sur des cuves vides ou remplies d'une solution respectivement. Ces différents calculs permettent d'avoir principalement un encadrement des valeurs  $\alpha$  et  $\beta$  pour des indices de réfraction des cuves et des solutions inconnues.

En prenant l'exemple d'une cuve de 50mm vide,  $B=0,8570$  (mesurée à  $\lambda=1550\text{nm}$ ) et la même cuve de 50mm remplie de PMMA/TCE ( $100\text{g.L}^{-1}$ ),  $B'=0,6708$  (mesurée à  $\lambda=1550\text{nm}$ ). Les différentes valeurs de  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $n_v$  et  $n_p$  ont été obtenues à partir des équations III. 13, III. 15, III. 6 et III. 7 respectivement et sont données dans le Tableau III.4 et le Tableau III.5; seules les solutions positives et plausibles sont gardées.

La petite inconnue dans ces calculs est la valeur de l'indice de réfraction des solutions. Le but des calculs suivants est d'encadrer au mieux les différentes valeurs.

A	(3) $\Rightarrow \alpha$	(4) $\Rightarrow n_v$
0	0,9622	1,4827
$10^{-7}$	0,9622	1,4827
$10^{-6}$	0,9622	1,4827
$10^{-5}$	0,9622	1,4827
$10^{-4}$	0,9622	1,4827
$10^{-3}$	0,9627	1,4787
$10^{-2}$	0,9674	1,4407
$10^{-1}$	1,0155	(pas de solution)

Tableau III.4 : Récapitulatifs des différentes valeurs de  $\alpha$  et  $n_v$  en fonction de A.

Sachant que l'indice du verre à 1550nm est d'environ 1,48, il est alors possible de dire que la valeur de A est inférieure à  $10^{-3}$ . Cette valeur reconforte l'hypothèse selon laquelle les pertes dues aux cuves autres que les pertes par réflexion de Fresnel sont négligeables.

De plus, le but de cette étude est d'avoir un ordre de grandeur des pertes totales (absorption+diffusion) dans le PMMA. Or, les pertes les plus élevées pour le PMMA seront obtenues pour  $I_{A1}=I_{A3}=I_{D1}=I_{D3}=0$ . On a ainsi dans le pire des cas,  $A=0$ . Soit dans l'exemple précédent  $\alpha=0,9622$ .

Par la suite, seul le cas  $A=0$  sera pris en compte.

A'	$\beta$	$n_p$
De 0 à $10^{-5}$	0,8512	3,3449
$10^{-4}$	0,8513	3,3439
$10^{-3}$	0,8517	3,3399
$10^{-2}$	0,8564	3,2921
$10^{-1}$	0,9048	2,8059
$2.10^{-1}$	0,9615	2,2066
$2,1.10^{-1}$	0,9673	2,1373 ou 1,0286
$2,2.10^{-1}$	0,9732	2,0632 ou 1,0655
$2,3.10^{-1}$	0,9791	1,9839 ou 1,1081
$2,4.10^{-1}$	0,9850	1,8966 ou 1,1591
$2,5.10^{-1}$	0,9910	1,7935 ou 1,2258
$2,6.10^{-1}$	0,9970	1,6545 ou 1,3287
$2,7.10^{-1}$	1,0030	(pas de solution)

Tableau III.5 : Récapitulatifs des différentes valeurs de  $\beta$  et  $n_p$  en fonction A'.

Afin d'avoir toujours le même encadrement, la valeur de  $\beta$  sera par la suite comprise entre la valeur supérieure 1 et la valeur inférieure permettant d'avoir un indice  $n_p=1,7$  tel que

$$\beta = \frac{4.1,7 \cdot n_v}{(1,7+n_v)^2}.$$

Ainsi en ayant les valeurs de  $\alpha$ ,  $n_v$ ,  $I_{ta}$  et  $I_{tp}$  ainsi qu'un encadrement des valeurs de  $\beta$  et de  $n_p$  il devient possible de compléter le Tableau III.6. L'exemple sera poursuivi par le remplissage de ce tableau ( $I_0$  étant égale à 100%).

Cuve : 50mm PMMA/TCE ( $100g.L^{-1}$ )	
B = 0,8570	B' = 0,6708
$I_{t1}/I_0 = \alpha = 0,9622$	
$I_{t2} = I_{t1} = 96,22$	
$I_{t3}/I_{t2} = \beta \in [0,9953 ; 1]$	
$I_{t3} \in [95,77 ; 96,22]$	
$I_{t4} = I_{t5}/\beta = I_{t6}/\beta$	
$I_{t6} = I_{t4}/\alpha = 69,72$	
$I_{t4} = I_{t6}/\beta \in [69,72 ; 70,05]$	
$I_{t4}/I_{t3} \in [0,7246 ; 0,7314]$	
Pertes par diffusion et par absorption [1,3585 ; 1,3990] dB	
En dB/cm : [0,2717 ; 0,2798]	

Tableau III.6: Récapitulatif des différents calculs réalisés pour obtenir les pertes en  $dB.cm^{-1}$  pour une solution donnée (ici PMMA/TCE  $100g.L^{-1}$ ).

Ces différents calculs ont ensuite été effectués sur trois concentrations (100g.L<sup>-1</sup>, 200g.L<sup>-1</sup> et 300g.L<sup>-1</sup>). Rappelons que toutes les solutions sont filtrées à 0,2μm. Par la suite, une programmation a été faite et les valeurs mesurées sont prises en compte sans approximation.

Afin de pouvoir exploiter ces résultats, une nouvelle représentation graphique a été envisagée.

Pour cela, un nombre de moles de PMMA  $N_{PMMA}$  a été calculé pour chaque concentration et ce pour un litre de TCE (Tableau III.7). Ensuite, une fraction molaire de PMMA  $x_{PMMA}$  a été obtenue. Enfin, les valeurs des pertes obtenues par la méthode présentée précédemment ont été tracées en fonction des fractions molaires de PMMA (Figure III.12). Les masses molaires du PMMA et du TCE sont respectivement 100g.mol<sup>-1</sup> et 133,5g.mol<sup>-1</sup> et la masse volumique du TCE est 1,435g.cm<sup>-3</sup>. En procédant ainsi, on fait l'hypothèse dans un premier temps que les pertes issues des interactions entre le solvant et le soluté sont négligeables.

Concentration (g.L <sup>-1</sup> )	$N_{PMMA}$ (mol)	$N_{TCE}$ (mol)	$x_{PMMA}$	$x_{TCE}$	Pertes à $\lambda=1300nm$ (dB.cm <sup>-1</sup> ) (Ecart type)	Pertes à $\lambda=1550nm$ (dB.cm <sup>-1</sup> ) (Ecart type)
100	1	10,75	0,0851	0,9149	0,06458 (0,0039)	0,2755 (0,0044)
200	2	10,75	0,1569	0,8431	0,1033 (0,0040)	0,3468 (0,0044)
300	3	10,75	0,2182	0,7818	0,0947 (0,0038)	0,3760 (0,0044)

Tableau III.7 : Résumé des différentes grandeurs retenues pour l'estimation des pertes dans les solutions (PMMA/TCE) à différentes concentrations.

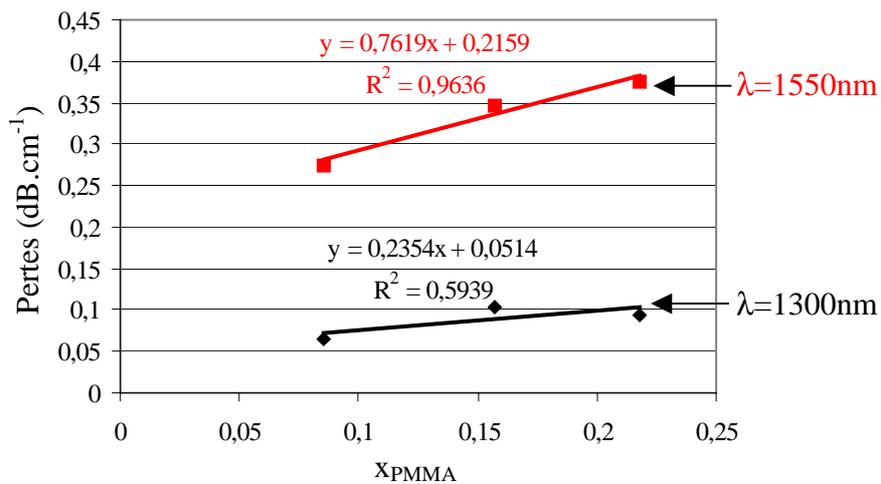


Figure III.12 : Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMA à  $\lambda=1300nm$  et à  $\lambda=1550nm$ .

### CHAPITRE III. Caractérisations optiques et mesures de pertes

Par ce biais, la valeur de l'ordonnée à l'origine correspond aux pertes dues au TCE seul ( $x_{\text{PMMA}}=0$ ) et la pente des droites présentées en Figure III.12 correspond aux pertes dues au PMMA ( $x_{\text{PMMA}}=1$ ).

Au départ, cette étude a été menée sur seulement trois concentrations de PMMA dans le TCE et sur cinq longueurs de cuves (0,5cm, 1cm, 2cm, 5cm et 10cm). Les mêmes calculs ont été réalisés sur ces différentes cuves afin de confirmer les valeurs de pertes obtenues précédemment.

Les différentes valeurs des ordonnées à l'origine (b) ainsi que celles des pentes (a) des différentes droites ainsi obtenues avec les différentes cuves sont résumées dans le Tableau III.8. Les différents coefficients de détermination  $R^2$  sont dans la dernière colonne de ce tableau.

Longueurs de la cuve (cm)	Longueurs d'ondes (nm)	a	b	$R^2$
0,5	1300	0,1816	0,0199	0,8571
	1550	0,8293	0,1358	0,9737
1	1300	0,2041	0,0205	0,4379
	1550	0,7484	0,1798	0,9396
2	1300	0,2451	0,0783	0,3591
	1550	0,7601	0,2314	0,9037
5	1300	0,2354	0,0514	0,5939
	1550	0,7619	0,2159	0,9636
10	1300	0,2805	0,0474	0,9589
	1550	0,7751	0,2160	0,9941
Moyenne (Ecart type)	1300	0,2293 (0,0381)	0,0435 (0,0244)	-
	1550	0,7750 (0,0318)	0,1958 (0,0385)	-

*Tableau III.8 :Récapitulatifs des pertes obtenues à  $\lambda=1300\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$  en fonction de la longueur de la cuve utilisée.*

Au vu des résultats donnés dans les tableaux précédents, les différences dans les pertes totales (absorption+diffusion) dans le PMMA sont très faibles en fonctions des différentes cuves utilisées. Ces pertes sont d'environ  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et d'environ  $0,8\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Cette méthode a aussi été appliquée sur le TCE seul et les valeurs des pertes sont données dans le Tableau III.9 ci-après.

Pertes à $\lambda=1300\text{nm}$ ( $\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) (Ecart type)	Pertes à $\lambda=1550\text{nm}$ ( $\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) (Ecart type)
0,0361 (0,0130)	0,1980 (0,0281)

Tableau III.9: Valeurs des pertes mesurées sur des cuves remplies de TCE seul à  $\lambda=1300\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Les valeurs de l'ordonnée à l'origine  $b$  et les valeurs mesurées directement sur le TCE seul sont très proches ce qui permet de conclure sur la non existence d'autres formes de pertes constantes comme celles dues à des imperfections à la surfaces de la cuve par exemple.

Notons toutefois, que les résultats des pertes à  $\lambda=1300\text{nm}$  sont très dispersés surtout pour les cuves de petites longueurs. Afin de confirmer les résultats précédents, une seconde série de mesures a été réalisées sur huit concentrations différentes mais seulement sur une cuve de longueur 5cm.

Seconde série de mesure sur le PMMA en solution

Sur chaque échantillon une série de trois mesures a été effectuée. Les résultats sont présentés en Figure III.13. Les moyennes des écarts types sont de 0,0036 et 0,0044 à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $\lambda=1550\text{nm}$  respectivement.

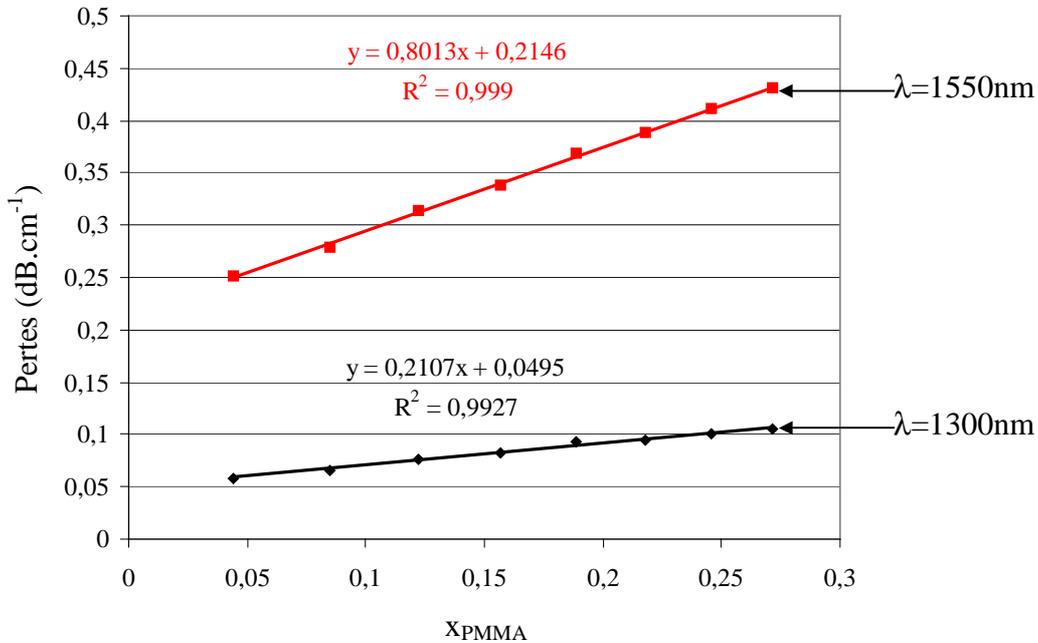


Figure III.13 : Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMA à  $\lambda=1300\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$  (deuxième série).

Ces dernières mesures confirment les valeurs de pertes obtenues précédemment sur le PMMA avec moins de dispersion sur les mesures.

A l'aide de cette méthode de mesure, il devient possible d'avancer des pertes maximales dans le PMMA de l'ordre de  $0,2 \text{ dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et de  $0,8\text{dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

#### Mesure sur le PMMI en solution dans le TCE

Cette même méthode a aussi été appliquée par la suite sur dix échantillons de PMMI dissous dans le TCE. Les résultats obtenus sont présentés en Figure III.14 et les pertes sont d'environ  $0,35\text{dB.cm}^{-1}$  et  $1.3 \text{ dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $\lambda=1550\text{nm}$  respectivement. Les moyennes des écarts types sont de  $0,0036$  et  $0,0043$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $\lambda=1550\text{nm}$  respectivement.

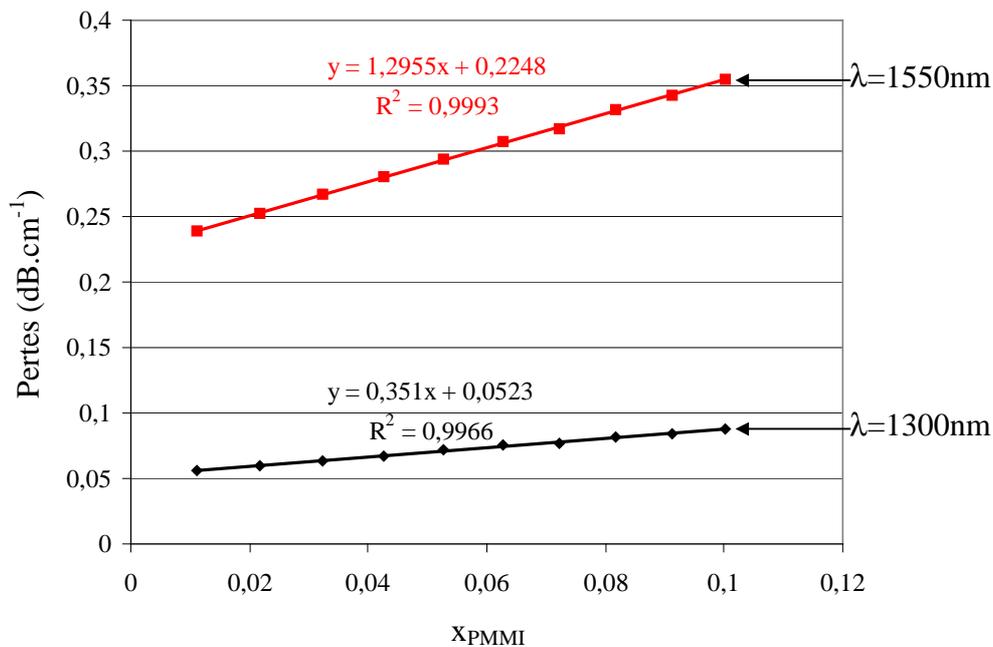


Figure III.14 : Evolution des pertes en solution en fonction de la fraction molaire de PMMI à  $\lambda=1300\text{nm}$  et à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Pour conclure, de part une représentation graphique originale des résultats, il a été possible de donner une estimation des pertes optiques dues notamment à l'absorption dans les polymères utilisés et, ce à partir de mesures en solutions effectuées avec des solvants hydrogénés.

Concernant les valeurs de pertes dans les polymères, l'on constate que pour le PMMA les valeurs obtenues en solutions sont plus faibles que celles obtenues avec les pastilles, contrairement au PMMI.

En prenant alors en compte les résultats des deux études menées sur les solutions et sur les pastilles, il est possible de donner des majorations pour les pertes linéiques dans les deux polymères utilisés.

D'une part, à  $\lambda=1300\text{nm}$  ces pertes sont au maximum de  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  pour le PMMA et de  $0,3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  pour le PMMI. Quant aux valeurs maximales de pertes linéiques à  $\lambda=1550\text{nm}$ , elles sont de  $0,8\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  pour le PMMA et de  $1,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  pour le PMMI.

### 4.1.5 Mesures des pertes sur les guides plans

Ce type de mesure est très délicat pour plusieurs raisons. Nous sommes aperçus qu'il faut bien maîtriser la pression du prisme de couplage et la concordance de la zone de couplage et la section du spot. D'un autre côté, nous avons observé, pour être sûr de bien exciter les modes du guide, de tester avant chaque mesure en infrarouge, le guidage du rouge dans le plan. Les réflexions parasites hors du plan de l'échantillon doivent être éliminer.

Pour assurer un bon guidage et éviter des pertes radiatives dans les substrats nous avons pris des substrats  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  avec  $12\mu\text{m}$  d'épaisseur de silice. L'épaisseur du film de polymère a aussi son importance. Nous avons testé des films d'épaisseurs  $2\mu\text{m}$  à  $4\mu\text{m}$  représentatifs des épaisseurs utilisés pour les guides ridge, par ailleurs.

Beaucoup d'essais avaient été faits au laboratoire sans ces précautions et avaient donné des résultats incohérents.

Cette méthode est sensible, même sur des échantillons préparés en salle blanche, à des défauts ponctuels dans et sur les films. Il paraît difficile de savoir si tel ou tel point de mesure est aberrant ou correspond aux pertes linéiques moyennes.

Toutefois, la répétabilité des mesures est nettement améliorée, avec une erreur de  $\pm 0,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  due principalement à l'erreur de positionnement  $\pm 1\text{mm}$ .

Ainsi, après ces optimisations, différentes mesures ont été réalisées sur le PMMA. Sur la Figure III.15, sont représentées trois séries de mesures effectuées sur un dépôt de PMMA ayant subi un recuit à  $100^\circ\text{C}$  pendant 15minutes.

Les pertes linéiques dans ces guides sont très élevées malgré des résultats plus homogènes. Elles sont supérieure à  $2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $\lambda=1550\text{nm}$ .

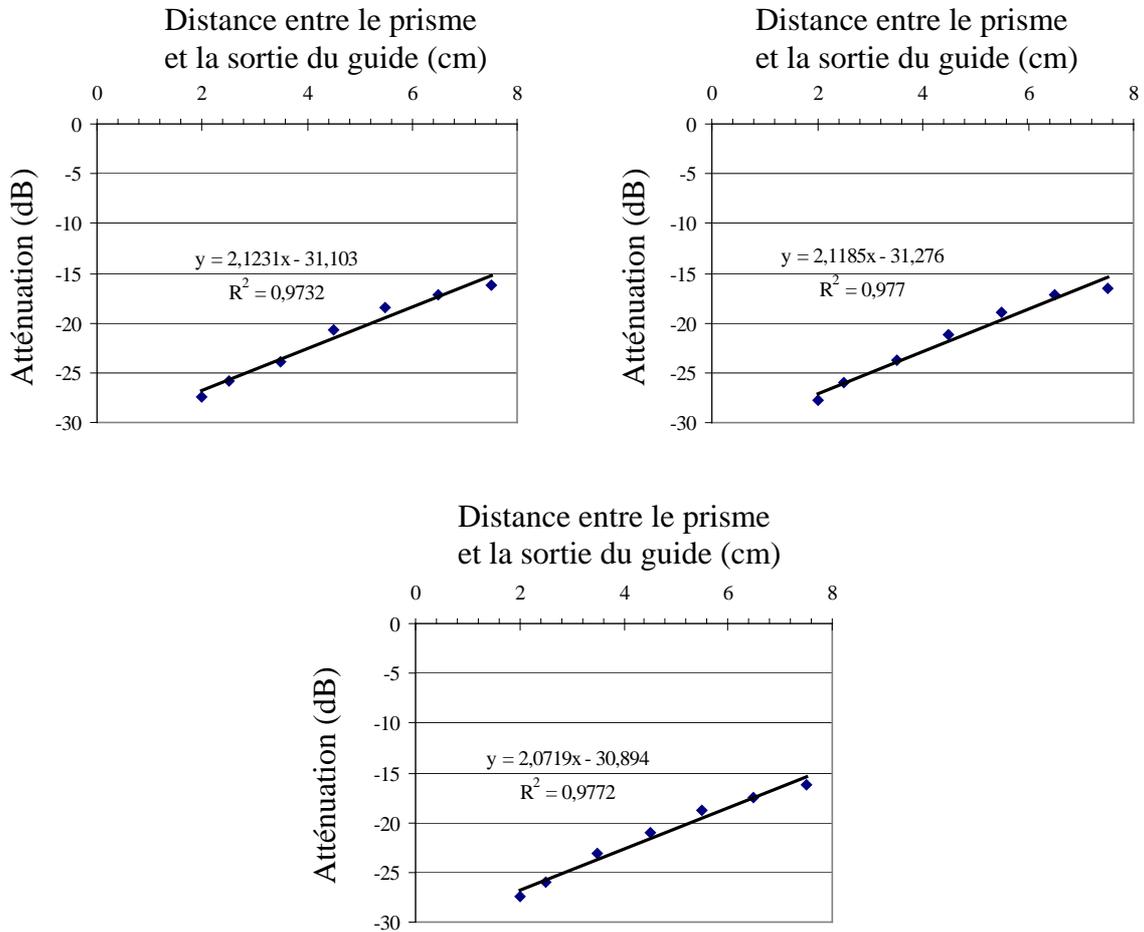


Figure III.15 : Evolution des pertes en fonction de la distance entre le prisme et la sortie du guide pour un guide plan PMMA/SiO<sub>2</sub> (recuit à 100°C/15min) à  $\lambda=1550\text{nm}$  (trois séries de mesures).

Une toute dernière série de mesure effectuée sur un PMMA ayant subi un recuit à 150°C pendant 4 heures donne des valeurs de pertes plus faibles. Ces résultats sont montrés sur la Figure III.16. Deux séries de mesures ont été effectuées sur cet échantillon  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Les pertes linéiques sont de l'ordre de  $0,8\text{-}0,9\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  et semble en accord avec les valeurs de pertes trouvées sur le PMMA en solution à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

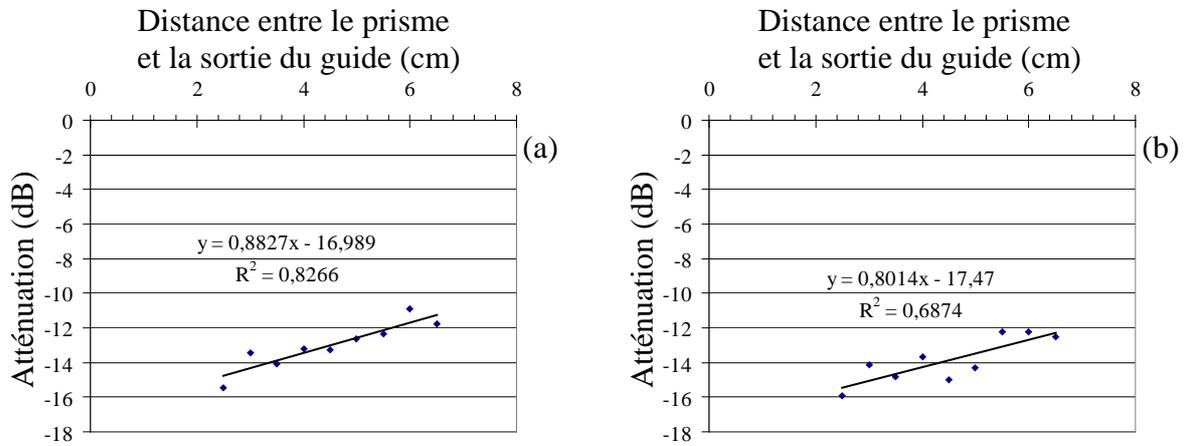


Figure III.16 : Evolution des pertes en fonction de la distance entre le prisme et la sortie du guide pour un guide plan PMMA/SiO<sub>2</sub> (150°C/4h) à  $\lambda=1550\text{nm}$  (deux série de mesures).

Pour finir, cette méthode a permis pour le moment de donner un ordre de grandeur des pertes linéiques sur des guides plans en PMMA déposés sur de la silice. Ces pertes sont très probablement inférieures à  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$  (et  $\lambda=1300\text{nm}$ ). Les mesures sur le PMMI restent à faire ainsi que les différentes mesures à  $\lambda=1300\text{nm}$ .

Il est à noter toutefois, une nette baisse des pertes linéiques après un recuit à  $150^\circ\text{C}$  pendant 4heures. Ceci est probablement du à un meilleur plaquage du PMMA sur la silice favorisant une meilleure « adhérence optique ».

Malgré les différentes optimisations, la grande difficulté dans cette méthode demeure celle de pouvoir reproduire constamment le même plaquage du prisme sur l'échantillon, et par la même occasion obtenir le même couplage dans la couche à caractériser.

Dans le futur, ce banc de caractérisation sera installé en salle blanche (classe10000). Ceci minimisera le dépôt de poussière à la surface de l'échantillon et permettra très certainement de procéder à de meilleurs plaquages du prisme sur la couche de polymère. Des mises au point sur certaines pièces sont aussi en cours.

#### 4.1.6 Conclusion

Afin de donner un ordre de grandeur des pertes maximales dans les polymères utilisés, il peut être intéressant de se servir des résultats obtenus avec les trois méthodes précédentes à savoir la spectroscopie sur des pastilles et sur des solutions ainsi que l'injection par le prisme dans des guides plans.

Tout d'abord, les pertes obtenues sur des pastilles correspondent à celles dues à l'absorption intrinsèque des polymères mais aussi aux poussières puisque ces pastilles sont obtenues à partir des poudres brutes.

Ensuite, la spectroscopie en solution a permis de donner des valeurs de pertes correspondant à l'absorption intrinsèque des polymères mais aussi à la diffusion par des poussières dont le diamètre est en moyenne inférieur à  $0,2\mu\text{m}$  (solutions filtrées).

Enfin, l'injection par le prisme donne les résultats les plus dispersées des trois. Par principe, cette méthode est beaucoup plus sensible au moindre centre diffusant.

En comparant maintenant les différentes valeurs obtenues par ces trois méthodes, l'on peut donner des majorations des pertes pour chaque polymère et à chaque longueur d'onde. Ainsi, les pertes réelles dans les matériaux utilisés sont au maximum égales à ces valeurs majorées. Ne seront prises en compte dans les majorations que les valeurs issues de grandes séries de mesures.

En conséquence, le PMMA possède des pertes linéiques maximales de  $0,2\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $0,8\text{ dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Quant au PMMI les valeurs de pertes linéiques maximales sont de  $0,3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $1,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Une fois les pertes dans les matériaux estimées, il reste à connaître les pertes linéiques dues aux géométries des structures utilisées. Les premières mesures réalisées sur ce type de pertes concernent les guides droits.

## 4.2 Mesures effectuées sur les guides droits

La première caractérisation effectuée sur les guides droits est la méthode de mesure par champ proche pour estimer leur diamètre de mode. Ces résultats permettent d'une part de comparer les valeurs mesurées à celles calculées et d'autre part, en connaissant ces valeurs, il devient possible de choisir des fibres microlentillées dont le diamètre de mode en sortie est très proche de celui du guide à caractériser, lorsque cela est possible. Les fibres microlentillées les plus courantes au CCLO ont des diamètres de mode supérieurs à  $2,5\mu\text{m}$ .

La deuxième caractérisation effectuée sur les guides est la mesure de pertes linéique. Cette mesure permettrait, après les différentes mesures effectuées par ailleurs (pastille, en solution, guide plan) de voir l'évolution des pertes en fonction de la géométrie de la structure. Là encore, il a été très difficile d'avoir des mesures permettant de quantifier d'une manière catégorique les pertes linéiques dans les guides droits.

### 4.2.1 Mesures par champ proche

La mesure par la méthode du champ proche est utilisée généralement pour déterminer les diamètres des modes des différents guides. Les résultats présentés ci-après concernent

seulement les derniers échantillons réalisés en PMMA et PMMI sur lesquels des guides de différentes largeurs existent. Les images des modes en sortie de guide sont enregistrées à l'aide d'une caméra infrarouge suivi d'un traitement numérique et le comptage des pixels permet d'avoir le diamètre de mode après avoir étalonné avec un diamètre de mode connu (celui d'une fibre microlentillée ou SMF).

Très rapidement, l'on distingue les limitations de cette méthode de caractérisation. En effet, lorsque le diamètre du mode devient petit, une diffraction a lieu dans l'objectif de microscope utilisé. De plus, lorsque le guidage est multimode, la mesure du diamètre du mode fondamental devient très difficile et les valeurs ainsi obtenues sont erronées.

Afin de pouvoir faire une comparaison avec les diamètres de mode obtenus par le calcul, les allures des modes mesurés ont été toutefois normalisées puis approchées par des courbes gaussiennes.

La Figure III.17 montre d'une part des photos des modes en sorties des guides en PMMA entourés de PMATRIFE de largeurs  $3\mu\text{m}$ ,  $4\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$  et d'épaisseurs environ  $2,2\mu\text{m}$ . D'autre part, en dessous des photos, les allures des modes correspondant sont montrées en bleu et les courbes gaussiennes approchées en rose. Même remarque pour la Figure III.18 sauf que les guides sont en PMMI entourés de PMATRIFE de largeur  $2\mu\text{m}$ ,  $2,2\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$  et d'épaisseur  $1,4\mu\text{m}$ .

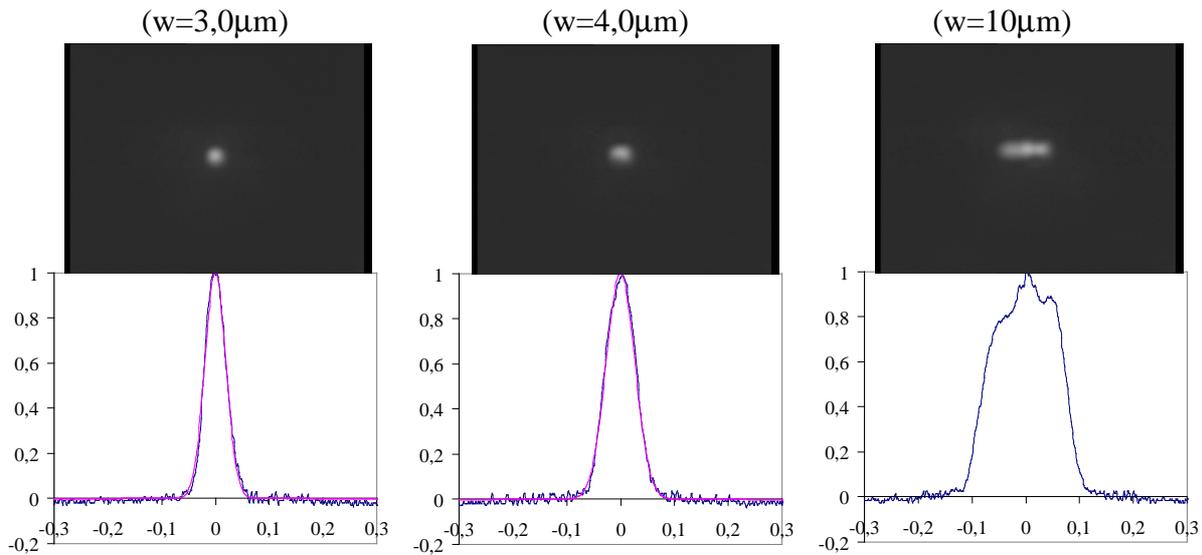


Figure III.17 : En haut : photos de la lumière en sortie de guide en PMMA de différentes largeurs ( $w$ ) et d'épaisseurs  $2,2\mu\text{m}$ . En bas, allures des modes en bleu, courbe gaussienne approchée en rose.

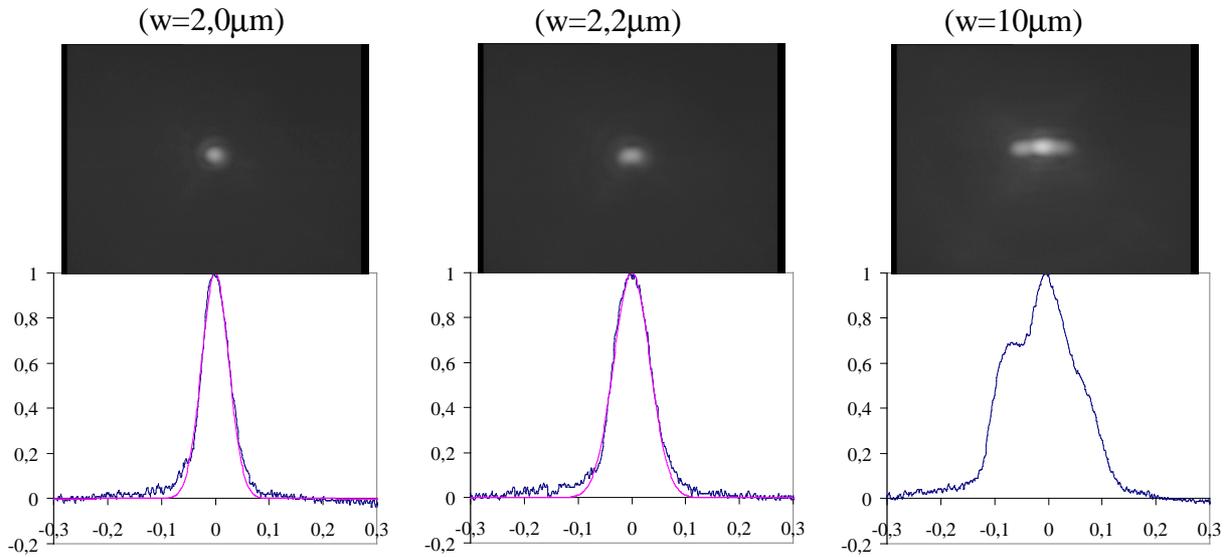


Figure III.18 : En haut : photos de la lumière en sortie de guide en PMMI de différentes largeurs ( $w$ ) et d'épaisseurs  $1,4\mu\text{m}$ . En bas, allures des modes en bleu, courbe gaussienne approchée en rose.

Tout d'abord, en regardant les différentes photos ci-dessus, l'on s'aperçoit que seulement pour les guides en PMMI, des anneaux de diffraction existent.

Concernant les guides en PMMA, il est très difficile de distinguer l'existence d'un deuxième mode et ce jusqu'à des largeurs de guides de  $3\mu\text{m}$  tandis qu'en théorie, le deuxième mode devrait apparaître autour de  $2,5\mu\text{m}$ .

Pour les guides PMMI, la distinction est rendue légèrement plus difficile du fait de l'existence de la diffraction. Néanmoins, sur une grande partie le signal reste symétrique jusqu'à des largeurs de guides de  $2\mu\text{m}$ . Au-delà, un élargissement dissymétrique commence à apparaître.

Dans le Tableau III.10, sont alors résumés les diamètres de modes de différents guides.  $\Phi_{\text{mode}}$ ,  $\Phi_{\text{mode Gaussienne}}$  et  $\Phi_{\text{calculé TE}}$  correspondent respectivement au diamètres des modes mesurés directement en  $1/e^2$  (courbes bleus des Figure III.17 et Figure III.18), aux diamètres des modes obtenus à partir des courbes gaussiennes (courbes roses) et les diamètres de modes calculés avec le mode quasi TE. L'épaisseur des guides en PMMA est de  $2,2\mu\text{m}$  et celui des guides en PMMI de  $1,4\mu\text{m}$ ,  $w$  la largeur étant variable.

	w (μm)	Φ <sub>mode</sub> (μm)	Φ <sub>mode Gaussienne</sub> (μm)	Φ <sub>calculé TE</sub> (μm)
PMMA	2,4	3,4	3,3	2,9
	2,8	3,7	3,6	3,2
	3	3,9	3,9	3,3
	4	4,7	4,8	-
	10	9,2	-	-
PMMI	1,6	5,0	3,8	2,2
	1,8	4,4	4,4	2,3
	2	5,6	4,5	2,4
	2,2	7,1	6,1	2,5
	2,4	6,4	5,8	2,7
	2,6	6,2	6	2,8
	2,8	5,6	4,9	2,9
	3	8,3	-	3,1
	10	10,7	-	-

Tableau III.10 : Récapitulatif des différents diamètres de modes mesurés ( $\Phi_{mode}$ ), obtenus à l'aide d'une gaussienne ( $\Phi_{mode Gaussienne}$ ) et calculés ( $\Phi_{calculé TE}$ ).

Les diamètres des modes verticaux sont pour le PMMA  $\Phi_{mode}=3,5\mu\text{m}$  et  $\Phi_{mode Gaussienne}=3,3\mu\text{m}$ .

Pour les PMMI, il n'a pas été possible d'estimer les diamètres de modes directement à partir des mesures. Après des approximations par des gaussiennes, le diamètre de mode généralement obtenu est  $\Phi_{mode Gaussienne}=3,8\mu\text{m}$ .

Les écarts existants avec les valeurs théoriques surtout pour les guides PMMI de petites dimensions sont dues aux figures de diffraction qui entraînent une surestimation lors de la mesure. Pour le reste, l'existence du mode TM mais aussi d'autres modes que le fondamental peuvent expliquer ces écarts. Rappelons qu'en théorie, les guides PMMI ne sont plus en guidage monomode à partir de  $1,5\mu\text{m}$  et pour les guides en PMMA à partir de  $2,5\mu\text{m}$ .

La limite de la diffraction dans l'objectif du microscope semble apparaître lorsque les diamètres des modes sont de l'ordre de  $3\mu\text{m}$ . Dans le futur, il serait plus adéquat d'utiliser une autre méthode de caractérisation. Un nouveau banc de caractérisation par la méthode du champ lointain a été mis en place au CCLO. Cette méthode est beaucoup mieux adaptée aux mesures de petits diamètres de mode et permettra par la suite d'avoir des valeurs plus proches de la réalité.

**4.2.2 Mesures des pertes dans les guides**

Les mesures de pertes linéiques dans les guides d'ondes n'ont pas fait l'objet de beaucoup d'étude permettant de donner des valeurs moyennes et des écarts types. Ceci a été fait au profit de l'étude de la technologie de réalisation pour l'obtention de filtres en longueurs d'ondes à base de micro-résonateurs notamment.

Cependant, des mesures ont été effectuées sur des guides en PMMA et en PMMI de plusieurs largeurs. Les épaisseurs sont toujours de 2,2µm pour les guides en PMMA et 1,4µm pour ceux en PMMI. Les valeurs de pertes issues de ces séries de mesures sont résumées dans le Tableau III.11.

	Largeur du guide (µm)	Pertes totales (dB)	Pertes linéiques (dB.cm <sup>-1</sup> )
PMMA	1,2	9,9	4,0
	1,4	7,0	1,3
	1,6	7,0	1,3
	1,8	6,9	1,3
	2	4,0	(-1,5)
	2,2	4,2	(-1,3)
	2,4	3,3	(-2,0)
	2,6	3,3	(-1,9)
PMMI	1	18,5	11,2
	1,2	15,5	8,5
	1,4	15,1	8,0
	1,6	15,2	8,2
	1,8	5,4	(-1,5)
	2	4,4	(-2,4)
	2,4	6,7	(0,3)
	2,6	4,7	(-1,5)
	2,8	10,0	(3,8)
	3	7,3	(1,4)
	10	2,6	(0,0)

Tableau III.11 : Récapitulatif des pertes mesurées sur des guides en PMMA et en PMMI.

Etant données les difficultés rencontrées pendant les caractérisations par la méthode du champ proche à discerner la limite du guidage monomode d'une part et à estimer correctement les diamètres de mode d'autres part, une estimation des pertes par couplage entre la fibre et le guide sera effectuée à partir des diamètres de modes calculés. Les pertes linéiques estimées dans les différents guides, une fois les pertes de couplage enlevées sont données dans la dernière colonne du Tableau III.11.

L'on remarque alors dans cette dernière colonne, que certaines valeurs de pertes linéiques sont négatives. Ceci est certainement dû à un guidage multimode pour lequel le calcul effectué sur les pertes par insertion entre fibre et guide devient faux.

Si maintenant l'on considère simplement les guides dans lesquels le guidage est monomode, l'on s'aperçoit que pour les guides PMMA, la valeur de  $1,3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  semble s'imposer et pour les guides PMMI, la valeur d'environ  $8\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  semble l'emporter. Cette étude doit être menée sur de plus grandes séries de mesures afin de pouvoir dégager des tendances globales et non des valeurs particulières. En effet, une autre forme de pertes non estimable par cette méthode peut exister et concerne les pertes dues à un mauvais couplage entre la fibre et le guide qui peut être engendrée par des guides incorrectement clivés (Figure III.19).

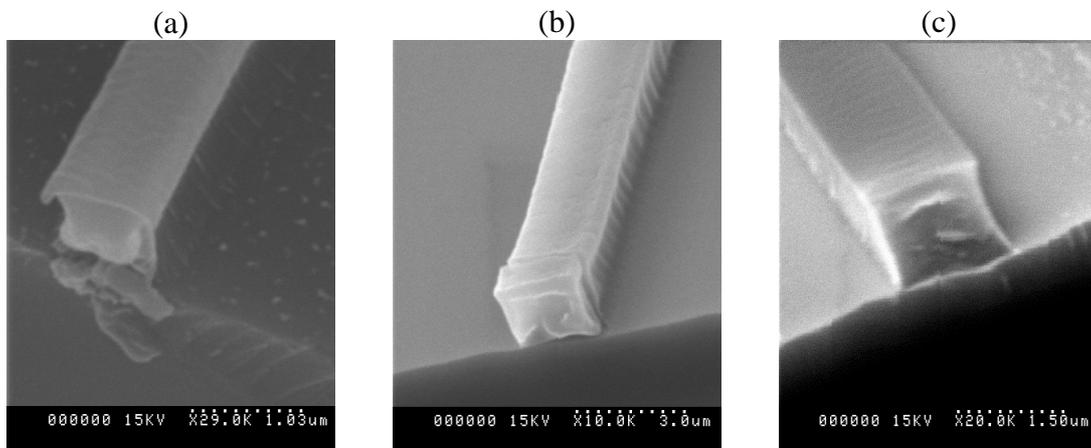


Figure III.19 : Photo MEB de guides mal clivés. (a) et (b) en PMMA. (c) en PMMI.

Afin d'obtenir de meilleures surfaces en entrée des guides d'onde, plusieurs essais de sciage ont été effectués au CCLO. Toutefois, l'eau utilisée pour refroidir la lame pendant le sciage entraîne aussi des décollements dans les couches. Par ailleurs, des lames existent désormais sur le marché et permettent de scier et de polir en même temps. Ce genre de machine s'avère être utilisé pour le sciage de guides d'ondes réalisés avec des semi-conducteurs notamment. Des essais pourraient être envisagés dans le futur, ils permettraient d'avoir des qualités de surfaces sciées équivalentes pour la majorité des guides.

Notons qu'une autre solution est à l'étude au CCLO pour pouvoir coller la fibre microlentillée sur les guides à analyser. Ceci permettra d'atténuer énormément les pertes dues aux irrégularités présentes sur les faces d'entrée des guides.

Par ailleurs, une autre voie a été explorée pour la détermination des pertes linéiques dans les guides d'ondes droits. Cette méthode est présentée ci-après.

### 4.2.3 Mesures de pertes par OLCR

Ces mesures ont été réalisées au CCLO sur un OLCR commercial (Photonetics WIN R-15) ayant néanmoins une sensibilité de mesure allant jusqu'à  $-100\text{dB}$  à comparer au  $-60\text{dB}$  de l'OLCR de l'ENST Paris. En contrepartie, la résolution spatiale est de  $50\mu\text{m}$  et l'échantillonnage est commandé par une horloge électronique.

Notons que les informations accessibles par ces deux OLCR ne sont pas les mêmes ; l'étude menée à l'ENST de Paris sera présentée à la fin de ce chapitre.

Grâce à la sensibilité de l'OLCR du CCLO, il a été possible de mesurer une décroissance dans la puissance mesurée en fonction de la distance à laquelle a lieu l'interférence dans le guide. L'exemple d'une mesure effectuée sur un guide PMMA ( $2 \times 2,4\mu\text{m}^2$ ) est donné en Figure III.20.

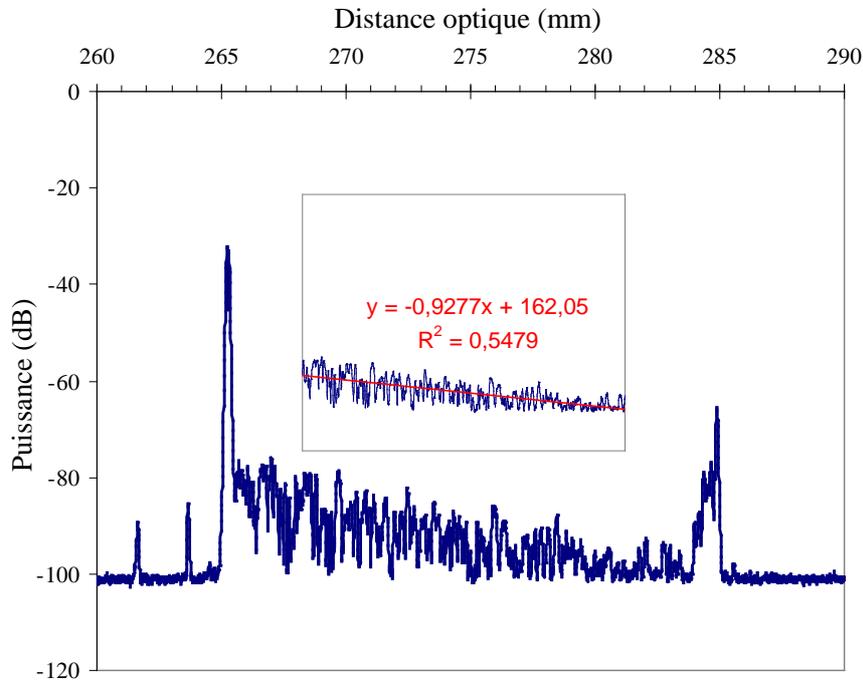


Figure III.20 : Réflectogramme d'un guide PMMA ( $2 \times 2,4\mu\text{m}^2$ ) mesuré au CCLO. La figure à l'intérieur correspond à un ajustement linéaire de la partie central du spectre.

Avec ce type de représentation de spectre, l'on a directement l'évolution de l'intensité lumineuse en décibel en fonction de la longueur du guide. Ainsi, le coefficient d'absorption  $\alpha'$  est égal à la pente de la droite tracée en rouge sur la Figure III.20. Or, dans la mesure OLCR, le coefficient  $\alpha'$  comprend les atténuations du faisceau incident et du faisceau réfléchi. De ce fait, le coefficient d'atténuation réel  $\alpha$  vaut  $\alpha'/2$ .

Par ailleurs, l'abscisse des spectres en mm correspond au déplacement du miroir dans l'air. Il est donc aussi nécessaire au final de diviser les valeurs des pentes par l'indice effectif afin de considérer le trajet optique dans le guide mesuré. Les différentes valeurs des pentes et des pertes linéiques ainsi obtenues sont données dans le Tableau III.12.

PMMA	penste	Pertes (dB.cm <sup>-1</sup> )
0,8	-1,74	6,1
1	-0,46	1,6
1,2	-1,83	6,4
2	-0,74	2,6
2,2	-0,85	2,9
2,4	-0,93	3,2
2,6	-0,79	2,7
2,8	-0,48	1,7
3	-0,02	0,1
4	-0,23	0,8
<b>PMMA2</b>		
1,2	-2,18	7,6
1,4	-2,88	10,0
1,6	-1,16	4,0
1,8	-1,68	5,8
2	-1,28	4,4
2,2	-1,00	3,5
2,4	-0,95	3,3
2,6	-1,02	3,5
<b>PMMI</b>		
2	-0,46	1,6
2,4	-0,78	2,7
2,6	-0,48	1,6
3	-0,18	0,6
10	-0,24	0,8

Tableau III.12 : Récapitulatif des différentes mesures de pertes linéiques obtenues par la méthode OLCR sur des guides PMMA et PMMI.

Bien que le nombre de mesures reste insuffisant pour donner avec exactitude des valeurs de pertes linéiques, il est possible, néanmoins de constater que sur les guides PMMA, la valeur de perte linéique d'environ 3dB.cm<sup>-1</sup> semble la plus fréquente pour les guides quasi-carrés et dans lesquels le guidage est théoriquement monomode.

A l'instar de la mesure de diffusion sur le dessus des guides, l'avantage principal de l'OLCR est de pouvoir s'affranchir des pertes dues au couplage du mode avec la fibre. Cette méthode reste très prometteuse pour effectuer diverses caractérisations sur les fonctions optiques et notamment les micro-résonateurs.

#### 4.2.4 Conclusion

Les caractérisations sur les guides droits ont été réalisées très tardivement. C'est pourquoi, très peu de mesures ont été faites.

Toutefois, concernant la mesure des diamètres de modes, il est possible d'affirmer que l'utilisation de la méthode du champ lointain devient obligatoire pour ce type de guides.

Quant aux pertes linéiques, plusieurs mesures auront lieu dans le futur afin de les estimer.

D'une part, des guides de 5cm de longueur ont été prévus sur le dernier masque « RING » afin de tester la méthode du « cut back ». Cette méthode, malgré les difficultés qui lui sont liées, permettra en réalisant de grandes séries de mesures d'avoir une tendance globale des pertes dans les guides.

D'autre part, les mesures par OLCR semblent très prometteuses. Ces caractérisations ont aussi été envisagées très tardivement. C'est pourquoi peu de mesures ont été réalisées pour le moment. L'OLCR pourrait devenir une méthode de choix pour la mesure de pertes linéiques dans les guides d'ondes car par cette méthode l'on s'affranchit de toute forme de pertes dues au couplage.

Pour finir, en tenant compte des différentes méthodes d'estimation des pertes linéiques sur les guides droits, il est possible de dire que ces pertes dans les guides PMMA et PMMI sont très probablement comprises entre  $1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  et  $3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

## **5. Les micro-résonateurs**

Différentes mesures ont été effectuées sur des filtres à base de micro-résonateurs réalisés avec le PMMA et le PMMI comme matériaux de cœur ; le matériau de gaine étant le PMATRIFE. Par ailleurs, ces mesures ont été comparées aux réponses spectrales simulées.

Avant de donner les différents paramètres caractérisant les filtres à base de micro-anneaux. Il est nécessaire de résumer la démarche suivie et les résultats attendus.

Tout d'abord, rappelons qu'au début de cette étude de thèse, deux autres études de modélisation étaient en cours : un travail de thèse et un stage de tutorat soutenus tous deux en 2004 par Carol Arnaud et Patrice Roger respectivement. Afin de procéder aux simulations, des valeurs approximatives pour les indices de réfraction des différents polymères avaient été prises pour les deux études.

Durant la thèse de Carol Arnaud, une étude très complète de modélisation avait été réalisée concernant les taux de couplage entre guide et anneau, les pertes aux courbures, les évolutions des efficacités d'extraction et de la finesse en fonction du taux de couplage,... Toutefois, la structure choisie pour la simulation possédait certaines dimensions largement submicromiques ( $\sim 0,1\mu\text{m}$  pour le gap) inaccessibles par la technologie de photolithographie standard utilisée. Cette première structure avait un indice de réfraction pour le cœur guidant de 1,6 et avait comme couche de confinement supérieure l'air. Afin de relâcher les contraintes dues à la taille des motifs et imposées par un grand contraste d'indice  $\Delta n$ , il a été prévu par la suite de recouvrir les guides d'ondes avec un polymère de bas indice. Par ce biais, les  $\Delta n$  devenait inférieurs à 0,2 et les motifs les plus petits ont alors des tailles de l'ordre du micromètre. Cela va nécessiter des rayons de courbure plus grands pour les anneaux et donc des ISL plus petits. Les  $\Delta n$  retenus pour les calculs sont 0,08 ; 0,12 et 0,18 correspondant aux couples de polymères PMMA/PMATRIFE, PMMI/ PMATRIFE et PVCi/PMATRIFE.

Pour cette raison, une partie d'un travail de stage de tutorat avait pour but de procéder à une modélisation certes moins poussée que l'étude de thèse précédente mais permettait d'avoir accès à certaines grandeurs géométriques pour la réalisation des structures comme les dimensions des anneaux ou les gaps.

## 5.1 Choix des différents paramètres

Tout d'abord, l'évolution de l'efficacité d'extraction en fonction du taux de couplage en énergie entre le guide et l'anneau fait partie des études les plus fastidieuses menées durant la thèse de Carol Arnaud et n'a plus été réalisée par la suite par manque de temps. Toutefois, les résultats obtenus ont permis d'avoir une idée sur l'évolution de cette efficacité d'extraction. Sur la Figure III.21 (a) et (b) sont représentées respectivement les évolutions des efficacités d'extraction (sur les sorties OUT et DROP) et de la finesse en fonction du taux de couplage en énergie. A partir de ces courbes, il a été décidé de prendre la valeur d'environ 20% pour le taux de couplage ce qui permet d'avoir en même temps une grande efficacité d'extraction (~80%) sur la sortie DROP et une finesse correcte d'environ 10.

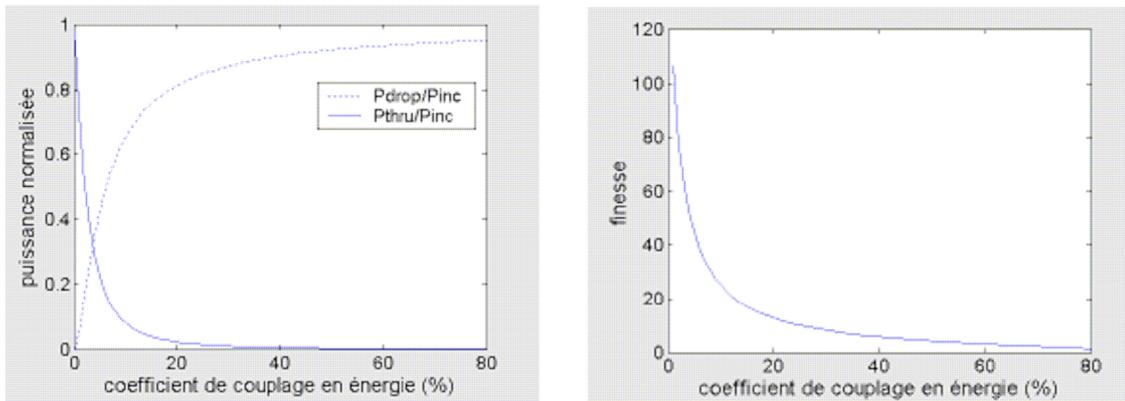


Figure III.21 : Evolution de la finesse et de l'efficacité d'extraction en fonction du taux de couplage [4]

Ce qui manque à ce stade afin de pouvoir réaliser les fonctions de filtrages à base d'anneaux sont les rayons de courbures de ces derniers et les gaps entre les guides et les anneaux.

Tout d'abord, les rayons de courbures minimaux  $R_{\min}$  avaient été choisis après simulation des pertes aux courbures de manière à avoir ces dernières inférieures à  $0,01\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Les différents  $R_{\min}$  sont résumés dans le Tableau III.13

$\Delta n$	0,08	0,12	0,18
$R_{\min}$ ( $\mu\text{m}$ )	170	90	40
ISL (nm)	1,5	2,8	6,0

Tableau III.13 : Valeur des rayons de courbure minimaux choisis pour les anneaux afin d'avoir des pertes inférieures à  $0,01\text{dB.cm}^{-1}$ .

Par la suite et pour les  $\Delta n$  et  $R_{\min}$  précédemment indiqués, l'évolution du taux de couplage en fonction du gap avait été étudiée (Figure Annexe III.5.1). Seulement, il a été nécessaire de pouvoir réaliser d'autres rayons de courbure, notamment pour l'obtention de multiplexeur/démultiplexeur à 4 longueurs d'ondes et pour cela les données de modélisation ont manqué. L'évolution du taux de couplage en fonction des rayons de courbure des anneaux avait été réalisé pour seulement deux gaps différents ( $0,5\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ ). Cette dernière étude est donnée en Figure Annexe III.5.2.

Afin de pouvoir avoir accès à une correspondance entre le gap et le rayon de courbure de l'anneau, une extrapolation grossière a été réalisée à l'aide des deux points précédents et du point 0 (Figure Annexe III.5.3).

Les gaps retenus en fonction des  $\Delta n$  et des rayons de courbures sont résumés dans le Tableau III.14. Notons que pour le dernier masque (RING) réalisé, seuls les  $\Delta n=0,08$  et  $\Delta n=0,12$  ont été retenus.

	R ( $\mu\text{m}$ )	gap ( $\mu\text{m}$ )
$\Delta n=0,08$	170	1
	340	1,4
	510	1,7
$\Delta n=0,12$	90	0,8
	180	1
	270	1,3

Tableau III.14 : valeurs des gaps retenus en fonctions des  $\Delta n$  et des rayons de courbure des anneaux.

Cette extrapolation avait été réalisée par manque de moyen humain pour effectuer les modélisations dans les réelles conditions et pourrait expliquer en partie les quelques écarts obtenus dans les mesures par rapport aux valeurs théoriques.

## 5.2 Notations et équations utilisés

Les différentes notations utilisées par la suite sont les suivantes :

- w : largeur du guide et de l'anneau
- e : épaisseur du guide et de l'anneau
- R : rayon de courbure de l'anneau
- g : gap ou espacement entre le guide et l'anneau

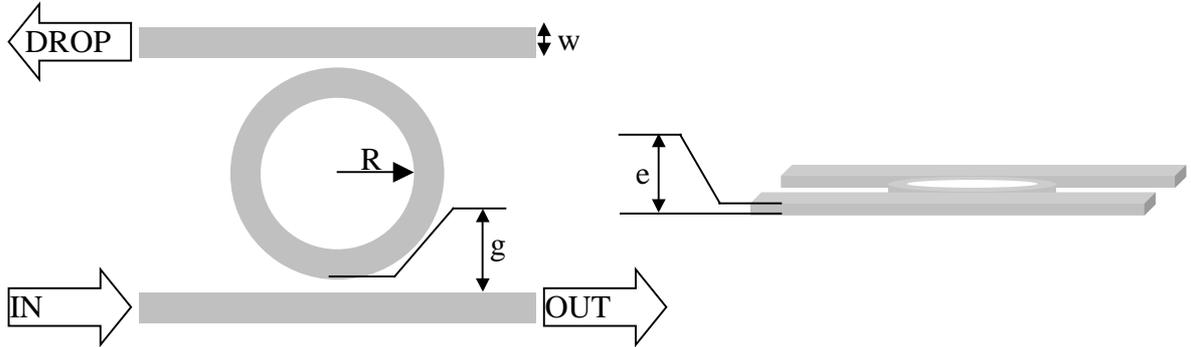


Figure III.22 : Schéma représentatif des différentes notations employées par la suite pour un filtre à base de micro-anneau.

Concernant la simulation, les formules utilisées sont issues d'une étude de thèse antérieure [4]. Ces formules sont les suivantes :

$$\frac{E_d}{E_i} = - \frac{kk' \sqrt{a} e^{j\varphi}}{1 - t'^2 a e^{2j\varphi}} \quad \text{III. 16}$$

$$\frac{E_t}{E_i} = t - \frac{kk' t' a e^{j\varphi}}{1 - t'^2 a e^{2j\varphi}} \quad \text{III. 17}$$

$a=e^{\alpha L}$  est le coefficient d'atténuation et  $\alpha$  correspond aux pertes linéiques en intensité.  $k$  et  $k'$  sont les coefficients de couplage (anneau-guide et inversement) et  $t$  et  $t'$  sont ceux de transmission.  $E_i$ ,  $E_d$  et  $E_t$  représentent respectivement les champs en entrée (IN), en sortie (DROP) et en sortie (OUT). Ces différentes notations sont représentées en Figure III.23.

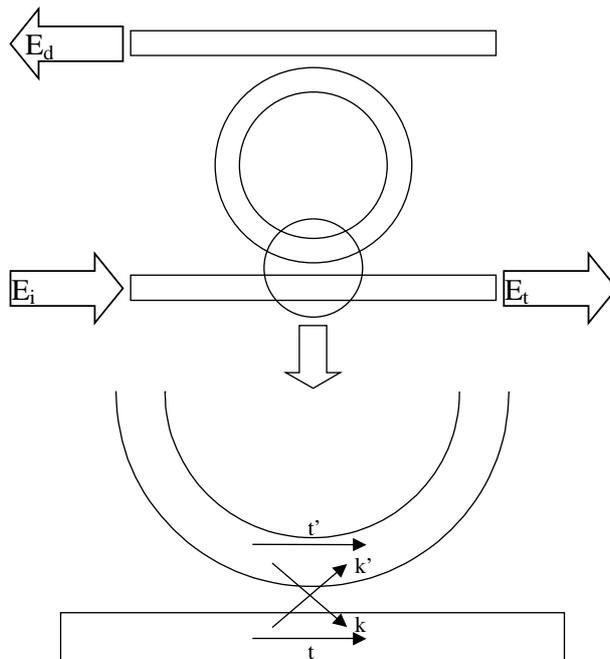


Figure III.23 : Représentation schématique des différentes notations exposées précédemment.

Dans un premier temps, le coefficient d'atténuation est considéré égal à l'unité car il est encore impossible de mesurer les pertes linéiques dans les anneaux.

Par ailleurs, pour des espacements entre le guide et l'anneau (gap) supérieurs à  $0,8\mu\text{m}$  (ce qui est le cas dans cette étude), les valeurs de  $k$  et  $k'$  et celle de  $t$  et  $t'$  sont très proches [4]. Pour cette raison, pour les simulations effectuées ici,  $k=k'$  et  $t=t'$ .

Nouveau calcul de la finesse

Notons que l'évolution de la finesse en fonction du taux de couplage avait été tracée dans l'étude de Carol Arnaud seulement pour des contrastes d'indice de 1,6 et des rayons de courbure pour l'anneau de  $15\mu\text{m}$ .

De nouvelles évolutions des finesesses ont été alors calculées et tracées pour s'adapter aux dimensions des micro-résonateurs utilisés dans notre étude. Les rayons de courbures utilisés sont  $90\mu\text{m}$ ,  $170\mu\text{m}$  et  $340\mu\text{m}$ . Les indices de réfraction pris en compte sont les indices effectifs pour des guides carrés car se sont ces formes de guides qui sont utilisées pour les micro-résonateurs. Pour les guides en PMMA, l'indice effectif est de 1,446 ( $w_{xe}=2,2 \times 2,2\mu\text{m}^2$ ) et pour les guides en PMMI, cet indice est de 1,468 ( $w_{xe}=1,4 \times 1,4\mu\text{m}^2$ ). Ces différentes évolutions de la finesse en fonction du taux de couplage sont présentées en Figure III.24.

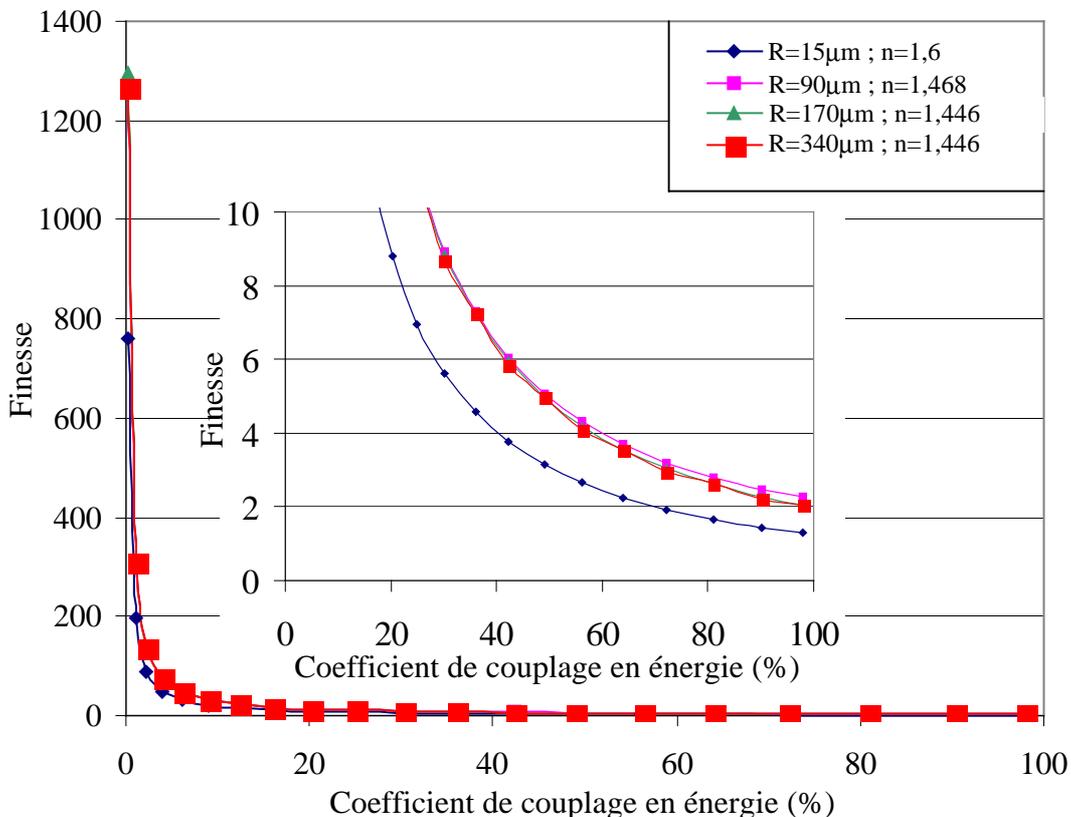


Figure III.24 : Evolution de la finesse en fonction du taux de couplage, de l'indice effectif et du rayon de courbure de l'anneau.

L'on constate que pour un même taux de couplage, la finesse est plus élevée lorsque le rayon de courbure est plus grand. Notons toutefois que la finesse varie peu pour des rayons de courbures de 90 $\mu\text{m}$ , 170  $\mu\text{m}$  et 340 $\mu\text{m}$  et pour les indices effectifs utilisés.

### 5.3 Résultats des mesures

#### 5.3.1 Les premières caractérisations

La toute première caractérisation effectuée sur un filtre à base de micro-anneau avait été faite sur une structure PMMA/PMATRIFE issus du masque RAM. De plus, pour cet échantillon, les différentes mises au point et optimisation de la technologie de réalisation n'étaient pas effectuées. Pour cette raison, au lieu d'avoir des gaps de l'ordre de 0,8 $\mu\text{m}$  entre le guide et l'anneau, cet espacement n'existait pas comme le montre la Figure III.25. Bien évidemment la valeur nulle du gap entraîne un taux de couplage très élevé de l'ordre de 90%.

Le rayon de courbure de l'anneau est 90 $\mu\text{m}$ . Les largeurs et hauteurs des guides et anneaux sont respectivement 1,4 $\mu\text{m}$  et 2,5 $\mu\text{m}$ . La largeur de 1,4 $\mu\text{m}$  est celle annoncé sur le masque.

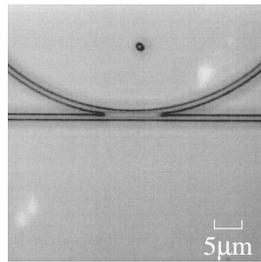


Figure III.25 : Photo au microscope optique d'un gap entre guide et anneau obtenue lors des premières réalisations.

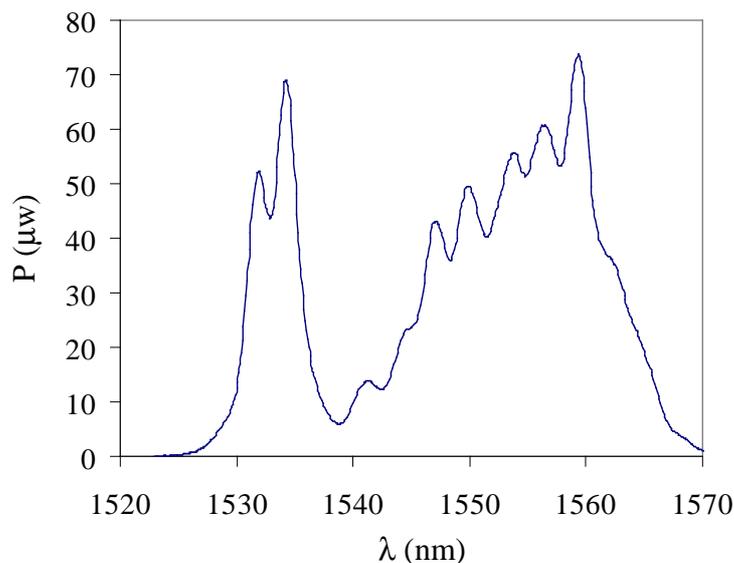


Figure III.26 : Réponse spectrale d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE mesurée à la sortie "OUT".

Pour ce premier filtre, les valeurs trouvées pour l'ISL varient entre 3,1nm et 3,4nm et la finesse est en moyenne égale à 2,2. Les valeurs attendues sont de 2,9nm et 10 pour l'ISL et la finesse respectivement. Pour le moment seulement des hypothèses sont avancées pour expliquer cette grande disparité dans les valeurs de l'ISL qui pourrait être dues à l'existence de deux modes TE et TM, à des effets de résonance en bout de guide, à des conditions de non-guidage pour certaines longueurs d'ondes et/ou à des interférences entre modes de gaines et modes de cœur. La fibre utilisée est une fibre multimode reliée à un analyseur de spectres Anritsu (MS910B) avec lequel les mesures sont faites en continu avec une résolution de 70pm. La faible puissance autour de 1540nm est due à la forme originelle du spectre de la source.

micro-résonateur en double anneaux PMMA/PMATRIFE

Un filtre à base de micro-résonateur en double anneaux a pu être aussi testé. Celui-ci fait aussi partie du même échantillon réalisé que le filtre précédent. Théoriquement, ce type de structure permet d'avoir l'ISL du plus petit anneau et la finesse du plus grand car la finesse bien que dépendante principalement du taux de couplage entre le guide et l'anneau, elle dépend aussi à moindre échelle du rayon de courbure de l'anneau (voir Figure III.24). Les rayons de courbures des deux anneaux sont 70µm et 140µm (R/2R). Les gaps entre les guides et les anneaux sont nuls dans ce cas (problème de résolution du masque).

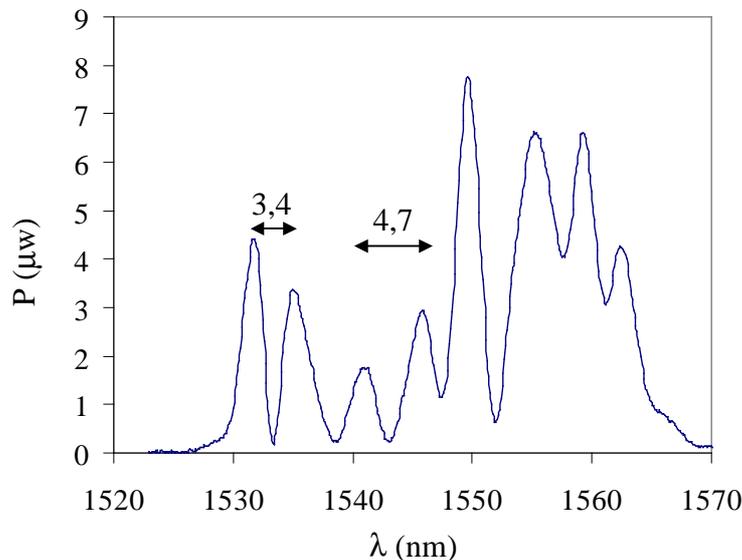


Figure III.27 : Réponse spectrale d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE mesurée à la sortie "DROP" d'un double anneaux.

A l'instar du premier micro-résonateur caractérisé, celui-ci semble avoir aussi un ISL très variable probablement pour les mêmes raisons énoncées précédemment.

Par ailleurs, ce type de structure est supposé donné l'ISL du plus petit anneaux et la finesse du plus grand. Or, si les longueurs d'onde de résonance du petit anneau ne correspondent pas exactement à celles du grand, le pic de sortie se trouve écrêté d'une partie de son énergie et la position du pic s'en trouve affectée (Figure III.28). De plus, avec ces forts

taux de couplage, il pourrait être possible d'avoir une résonance qui se fait dans la structure entière ou l'anneau équivalent serait la somme des deux anneaux.

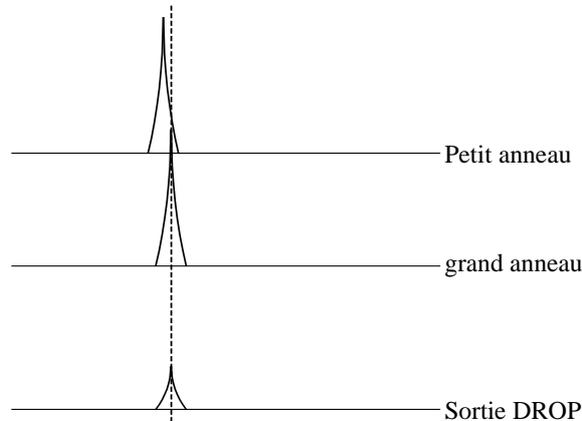


Figure III.28 : Représentation schématique de la conséquence d'un faible décalage entre les longueurs d'onde de résonance entre le petit et le grand anneau.

Par la suite, après optimisation de la photolithographie (voir Chapitre II), il devenait possible d'atteindre des motifs de tailles légèrement submicroniques. Toutefois, sur les quatre zones du premier masque RAM, seuls 3 micro-résonateurs de la zone correspondant au PMMI ( $\Delta n \sim 0,12$ ) pouvaient être caractérisés car tous les autres filtres présentaient un gap nul sur le masque.

Il est important de noter toutefois que l'augmentation de la dimension de l'espacement entre les guides et les anneaux s'est fait au détriment de la largeur des guides. Il est donc fort probable que cette diminution dans la largeur des guides prévu initialement pour un  $\Delta n \sim 0,12$ , soit responsable des difficultés rencontrées pour caractériser les micro-résonateurs en PMMA/PMATRIFE de  $\Delta n \sim 0,08$  ; après optimisation de la photolithographie aucun micro-résonateur en PMMA, issu du masque RAM, n'a pu être caractérisé.

### 5.3.2 Changement dans la méthode de caractérisation

Par la suite, les fonctions de filtrage à base de micro-résonateurs ont été caractérisées à l'aide d'un analyseur de spectre (Agilent 8164A). La mesure n'est plus effectuée en continu mais pas à pas. Le pas de mesure utilisé est de 2,5pm. L'injection est assurée avec des fibres microlentillées dont les diamètres de mode sont compris entre  $2\mu\text{m}$  et  $3\mu\text{m}$  et le signal est envoyé à l'analyseur de spectre à l'aide d'une fibre monomode.

Etant donné le pas d'échantillonnage, la mesure peut durer plusieurs minutes. Or, avec le temps, la position des fibres devant les guides peut évoluer entraînant généralement un abaissement de l'intensité du signal mesuré. Cette dérive est très difficilement contrôlable pour le moment.

Des caractérisations ont été effectuées avec des filtres à bases de micro-anneau réalisés à partir des deux masques présentés précédemment : « RAM » et « RING ».

Concernant les micro-résonateurs réalisés avec le masque RAM, seule une mesure sur un micro-résonateur PMMI a pu être effectuée correctement car à ce stade de l'étude certaines étapes de la réalisation n'étaient pas complètement reproductibles ; l'étape la plus critique était celle du recouvrement des guides avec le PMATRIFE durant laquelle une partie des motifs s'arrachaient.

Avec l'utilisation du second masque (RING), seules les filtres réalisés avec le PMMA ont pu être correctement caractérisés. Ceux réalisés avec le PMMI, n'ont pas semblé donner les réponses spectrales espérées.

Dans la suite, les meilleurs résultats obtenus ont été comparés à la théorie.

Il est à noter toutefois que les méthodes de caractérisation peuvent engendrer des troncutures dans les spectres mesurés. En effet, les mesures sont réalisées en échelle logarithmique et au vu de la Figure III.29 qui représente à gauche la réponse spectrale simulée en échelle linéaire et à droite en échelle logarithmique, il est possible de constater que certaines longueurs d'onde, et notamment la longueur d'onde centrale de résonance, ne seront pas nécessairement mesurée en intégralité avec le pas de mesure de 2,5pm accessible avec l'analyseur de spectres utilisé. Toutefois, avec ce pas de mesure les valeurs de -50dB peuvent être atteintes aisément.

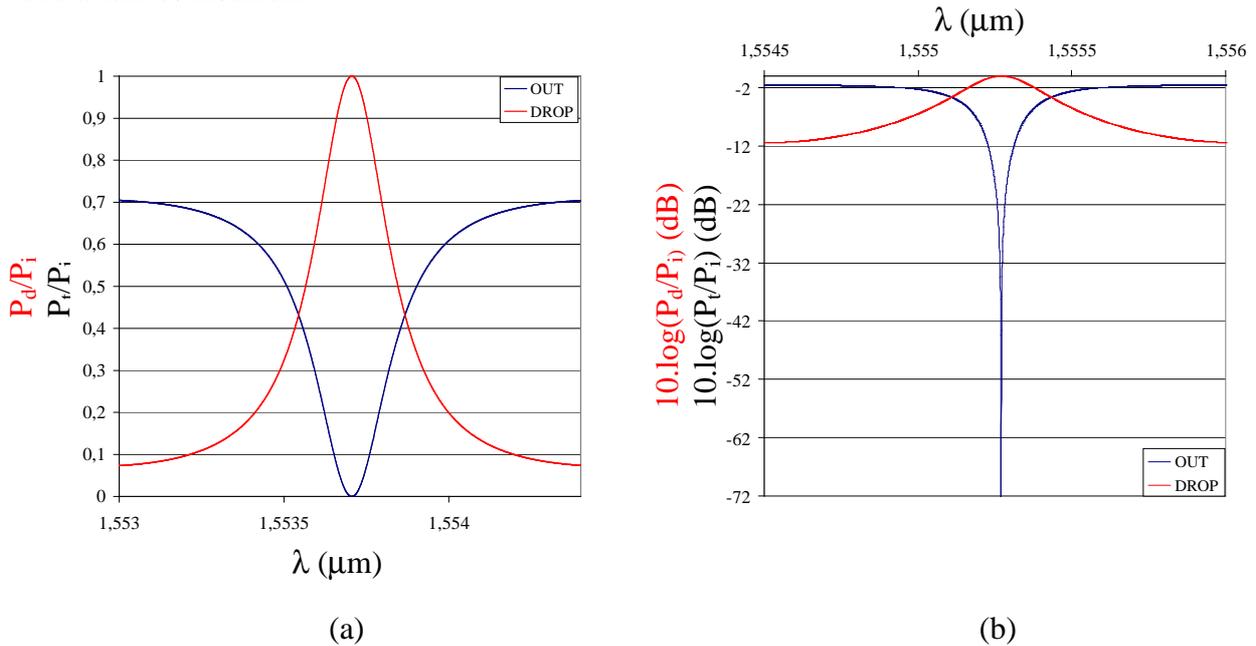


Figure III.29 : Réponses spectrales simulées en puissance d'un micro-résonateur à base d'anneau dont le rayon  $R=170\mu\text{m}$  et l'indice effectif est d'environ 1,446 (PMMA/PMATRIFE). (a) en échelle linéaire. (b) en échelle logarithmique.

#### Micro-résonateur PMMI/PMATRIFE (masque RAM)

Le micro-résonateur PMMI/PMATRIFE, issu du masque RAM et caractérisé, a comme dimensions pour les guides  $1,4 \times 2,2 \mu\text{m}^2$  et le rayon de l'anneau  $90 \mu\text{m}$ . La réponse spectrale est montrée en Figure III.30. Toutefois, il a été remarqué que les structures réalisées

avec du PMMI sont sensibles à la polarisation (Figure III.30). Ces observations seront complétées par une étude OLCR par la suite.

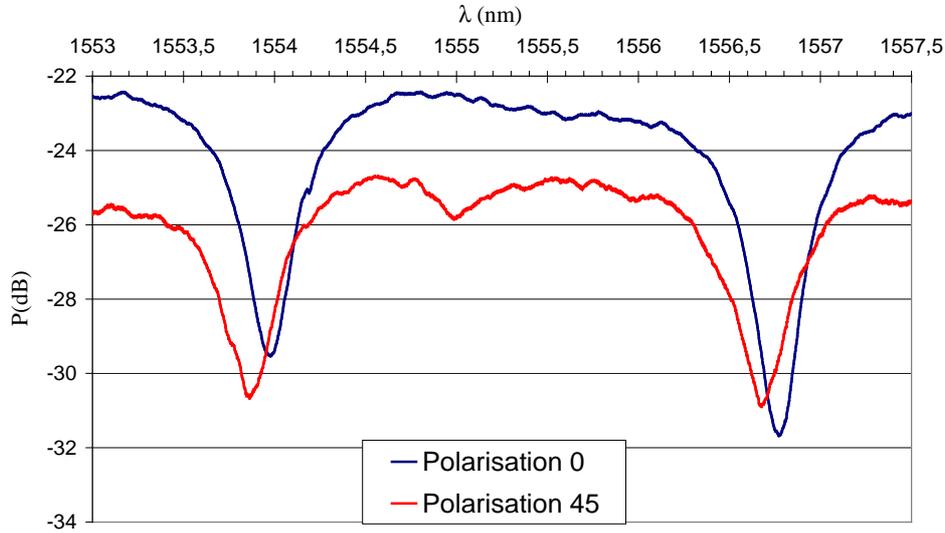


Figure III.30 : Réponses spectrales à la sortie OUT d'un filtre à base de micro-anneaux réalisé en PMMI/PMATRIFE ( $w=1,4\mu\text{m}$ ,  $e=2,2\mu\text{m}$  et  $R=90\mu\text{m}$ ).

En s'intéressant pour le moment à l'aspect purement filtrage du micro-résonateur, l'on s'aperçoit que l'ISL et la finesse sont respectivement à 2,8nm et 5,5. La valeur de l'ISL attendue est 2,9nm. Cette petite différence est probablement due à un rayon de courbure de l'anneau légèrement supérieure à 90 $\mu\text{m}$  mais aussi à des imperfections dans la technologie de réalisation entraînant une légère augmentation de l'indice effectif.

La valeur 5,5 pour la finesse représente un taux de couplage élevé de 46%. Autrement dit un gap entre le guide et l'anneau d'environ 0,5 $\mu\text{m}$ .

Il est à noter que pour le masque RAM la précision pour sa fabrication est de 1 $\mu\text{m}$ , autrement dit, d'après le constructeur les motifs sont définis à  $\pm 1\mu\text{m}$  près. Ce qui veut dire que cette faible valeur trouvée pour le gap n'est pas nécessairement entièrement due à la technologie de réalisation.

#### Micro-résonateurs PMMA/PMATRIFE (masque RING)

Avec l'utilisation du masque « RING », un plus grand nombre de micro-résonateur a pu être caractérisé. Sur la Figure III.31 sont représentées les différentes réponses spectrales de différents filtres à base de micro-anneau. Toutes les données de cette figure seront comparées à la simulation par la suite. C'est pourquoi, en Figure III.31f est donné aussi la réponse spectrale du micro-résonateur en PMMI précédemment présentés et obtenu avec le masque « RAM ».

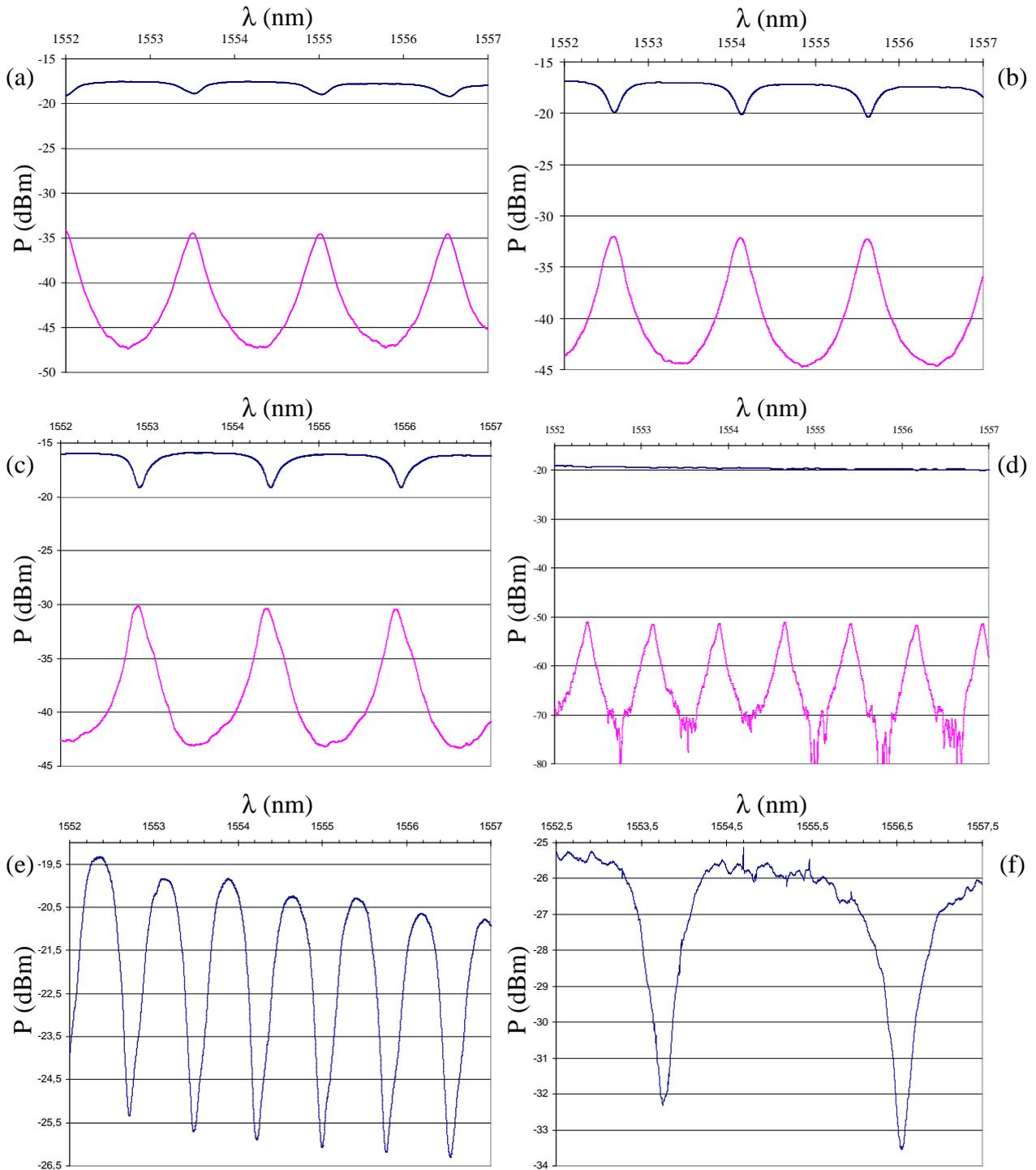


Figure III.31 : Représentation des différentes réponses spectrales de filtres à base de micro-anneau. En bleu : le signal OUT ou transmis. En rose : le signal DROP.

(a), (b) et (c) : PMMA/PMATRIFE ;  $w=2,2\mu\text{m}$  ;  $e=2,2\mu\text{m}$  ;  $R=170\mu\text{m}$  ;  $g=1\mu\text{m}$ .

(d) : PMMA/PMATRIFE ;  $w=2,2\mu\text{m}$  ;  $e=2,2\mu\text{m}$  ;  $R=340\mu\text{m}$  ;  $g=1,4\mu\text{m}$ .

(e) : Démultiplexeur sortie 2, PMMA/PMATRIFE ;  $w=2,2\mu\text{m}$  ;  $e=2,2\mu\text{m}$  ;  $R=340\mu\text{m}$  ;  $g=1,4\mu\text{m}$ .

(f) : PMMI/PMATRIFE ;  $w=1,4\mu\text{m}$  ;  $e=1,4\mu\text{m}$  ;  $R=90\mu\text{m}$  ;  $g=0,8\mu\text{m}$ .

Les spectres de la Figure III.31 sont ceux issus directement de l'analyseur de spectre. Ces derniers permettent de mettre en évidence les résultats réels sans aucune normalisation.

Sur la Figure III.31 (a) à la Figure III.31 (d), les deux spectres issus de la sortie OUT et DROP sont représentés simultanément. Ainsi, il est possible de constater que les pertes dues au couplage entre le guide et l'anneau et celle dues à la propagation dans l'anneau sont de l'ordre de 15dB pour les structures en PMMA et avec des anneaux dont le rayon de courbure est  $170\mu\text{m}$ .

Ces pertes sont de l'ordre de 30dB pour le micro-résonateur de  $340\mu\text{m}$  de rayon réalisé en PMMA.

La Figure III.31(e) représente la réponse spectrale à la sortie 2 d'un démultiplexeur à 4 longueurs d'ondes réalisé avec le couple de polymère PMMA/PMATRIFE. Ce démultiplexeur sur lequel des mesures ont pu être réalisées sera appelé DEMUX par la suite afin de faciliter les notations (Figure III.32). Les rayons de courbures  $R_1$  des petits anneaux sont à  $170\mu\text{m}$  et le celui du grand anneau à  $R_2=340\mu\text{m}$ . Ce type de montage permet théoriquement d'extraire en premier une longueur d'onde sur deux avec le grand anneau. Ensuite, une des deux longueurs d'onde restante est extraite via les petits anneaux. Ceci permet ainsi de réaliser un démultiplexage (multiplexage) en longueur d'onde sans avoir recourt aux grands ISL et donc à de forts contrastes d'indice.

Aux sorties 1, 3 et 4 le signal mesuré ne révèle pas la présence de longueurs d'onde de résonance bien nettes. L'exemple de la sortie 3 est donné en Figure III.33. La périodicité visible sur cette figure est probablement due à un système « Fabry Perrot » parasite présent dans le montage de caractérisation car l'ISL est de l'ordre de  $0,7\text{nm}$  et ne correspond pas à celle d'un anneau de  $170\mu\text{m}$  de rayon.

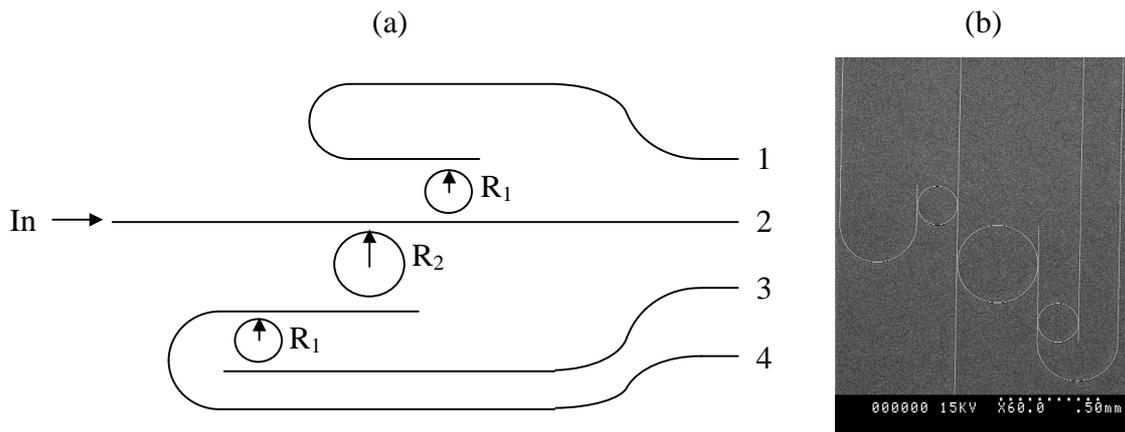


Figure III.32 : Multiplexeur/démultiplexeur à 4 longueurs d'ondes. (a) : Schéma représentatif. (b) Photo MEB (x60).

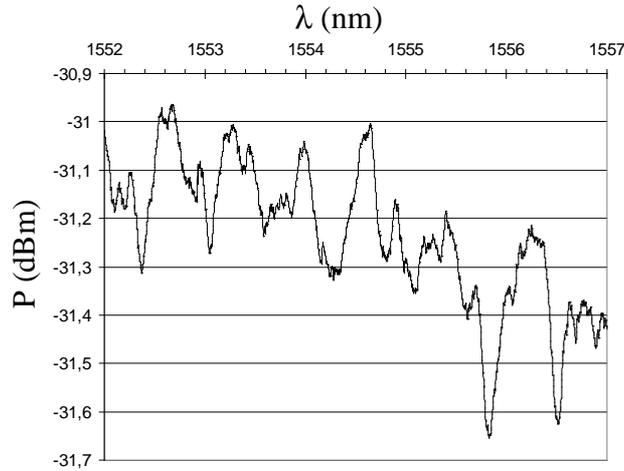


Figure III.33 : Réponse spectrale à la sortie 1 du DEMUX.

Dans la suite, ces différents spectres seront normalisés et comparés aux résultats obtenus à partir des équations III. 16 et III. 17.

#### 5.4 Comparaison entre les spectres mesurés et le calcul

Dans ce qui suit, tous les spectres présentés en Figure III.31 ont été normalisés en échelle linéaire et comparés aux spectres théoriques sans pertes de couplage entre le guide et l'anneau. Les différentes figures sont données en Annexe III.6 et les différentes valeurs des ISL, finesse, etc. sont résumées dans le Tableau III.15. Les dimensions des guides pour les structures en PMMA sont  $w \times e = 2,2 \times 2,2 \mu\text{m}^2$  et  $1,4 \times 2,2 \mu\text{m}^2$  pour les structures en PMMI.

Tout d'abord, Pour tous les micro-résonateurs, les valeurs des ISL mesurées sont équivalentes à celles calculées.

Les caractéristiques de la réponse spectrale issue de la sortie 2 du DEMUX sont éloignés des valeurs attendues ; ceci peut être du à une mauvaise résolution du gap. Toutefois l'on remarque aussi un élargissement anormal des pics qui peut provenir de résonance parasites issus des autres anneaux.

Quant au micro-résonateur en PMMI réalisé avec le masque RAM, la finesse trouvée est correcte bien que des ajustements sur le gaps restent à réaliser.

Par ailleurs, les valeurs des finesesses supérieures à 6 pour la majorité des micro-résonateurs en PMMA sont très rassurantes mais montrent cependant l'existence d'un taux de couplage assez élevé ( $>35\%$ ) entre le guide et l'anneau. Notons aussi que les taux d'extinction (cross-talk) de ces filtres est très bas et est pour la plupart inférieur à  $-20\text{dB}$ .

Avec une finesse d'environ 11, une efficacité d'extraction de 86% et un taux d'extinction d'environ  $-20\text{dB}$ , le micro-résonateur de  $340\mu\text{m}$  de rayon de courbure donnent

### CHAPITRE III. Caractérisations optiques et mesures de pertes

les caractéristiques les plus proches de celles attendues à savoir, 10 pour la finesse, 80% pour l'efficacité d'extraction et environ -20dB de taux d'extinction.

Couple de polymère	Rayon de l'anneau	Sortie mesurée	ISL mesurée (théorique)	Finesse mesurée	Taux de couplage	Efficacité d'extraction pour le DROP	Facteur de qualité
PMMA/PMATRIFE Figure Annexe III.6.1	170µm	OUT	1,51 nm	6,0	42%	-	~6100
		DROP		6,4	40%	90%	~6400
PMMA/PMATRIFE Figure Annexe III.6.2	170µm	OUT	1,52 nm	6,4	40%	-	~6500
		DROP		6,7	38%	90%	~6800
PMMA/PMATRIFE Figure Annexe III.6.3	170µm	OUT	1,50 nm	6,7	38%	-	~6900
		DROP		6,9	37%	90%	~7100
PMMA/PMATRIFE Figure Annexe III.6.4	340µm	OUT	0,76 nm	11,3	25%	-	~23000
		DROP		10,8	25%	86%	~22000
PMMA/PMATRIFE Figure Annexe III.6.5	340µm	OUT (DEMUX)	0,76 nm	2,5	84%	-	~5100
PMMI/PMATRIFE Figure Annexe III.6.6	90µm	OUT	2,80 nm	5,5	46%	-	~3000

*Tableau III.15 : Tableau récapitulatif des différentes grandeurs mesurées caractérisant les filtres à base de micro-anneaux.*

Les résultats ainsi obtenus montrent les progrès effectués en technologie de réalisation. Toutefois, les étapes de fabrication ne sont pas les seules responsables de ces écarts. En effet, des approximations ont été réalisées en amont pour définir les différentes grandeurs géométriques notamment pour les gaps. Sans compter, que la résolution (0,1µm) du masque « RING » entraîne aussi des variations géométriques et donc optiques par la suite.

Pour finir, l'amélioration de la résolution a permis d'atteindre des gaps submicroniques. L'étude menée sur la diffraction en chapitre II permettra d'ajuster les différentes grandeurs géométriques notamment la valeur des gaps.

## 6. Mesures effectuées par réflectométrie optique à faible cohérence

Cette étude menée en collaboration avec l'ENST de Paris a duré une semaine et doit permettre de juger l'importance des résultats issus de l'OLCR pour les compléter avec d'autres mesures dans le futur. Il est à noter que durant cette semaine le banc d'injection a été remonté entièrement mais sans le système de réglage piézo-électrique et tout le système de repérage des guides à l'aide d'une caméra n'existait pas. L'injection dans les guides de  $10\mu\text{m}$  de largeur a été assurée par une fibre SMF monomode. Pour les petits guides, une fibre microlentillée de diamètre de mode  $2,72\mu\text{m}$  a été utilisée.

Des mesures ont été réalisées sur des guides PMMA et PMMI de différentes largeurs. Les épaisseurs des guides sont respectivement d'environ  $2,2\mu\text{m}$  pour les structures en PMMA et d'environ  $1,4\mu\text{m}$  pour celles en PMMI.

Les trois paramètres accessibles grâce à cette étude sont présentés dans des paragraphes séparés par la suite. Ces derniers sont issus des spectres des réflectivités, des courbes GVD et de l'évolution des réflectogrammes en fonction de la polarisation.

### 6.1 Les spectres de réflectivités

En comparant les spectres de réflexion en entrée et à la sortie des guides, il est possible de voir si toutes les longueurs d'onde se comportent de la même manière durant le guidage.

Concernant les guides en PMMA, cette comparaison est réalisée sur des guides de largeurs  $4\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$  (Figure III.34) qui sont multimodes. L'étude de guides plus petits n'avait pas été réalisée car un temps assez long avait été consacré aux guides PMMI.

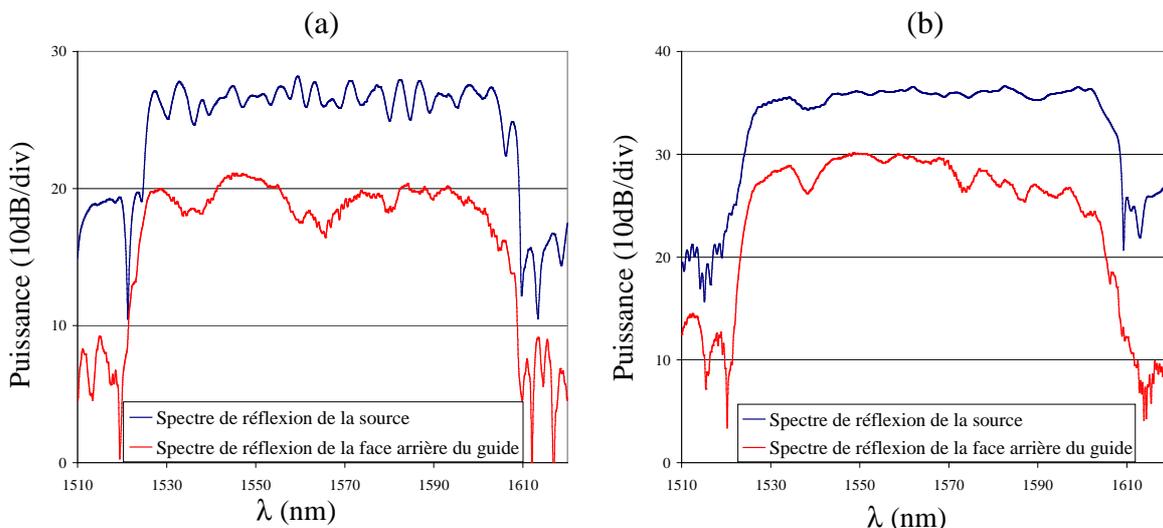


Figure III.34 : Spectres de réflectivités de guide PMMA. (a) :  $w=4\mu\text{m}$ . (b) :  $w=10\mu\text{m}$ .

Certaines longueurs d'ondes semblent avoir plus d'atténuation durant la propagation. Toutefois, étant donné le caractère multimode des guides, il est difficile de conclure sur ce qui est dû à des interférences entre modes ou sur ce qui peut être dû à une légère biréfringence de groupe (cas des guides de  $4\mu\text{m}$ ).

Quant aux guides PMMI, lorsque la position relative du polariseur est placée de manière à avoir un axe propre de polarisation, aucune déformation dans le signal de sortie n'est constatée. Ceci est illustré par l'exemple d'un guide multimode de  $4\mu\text{m}$  (Figure III.35).

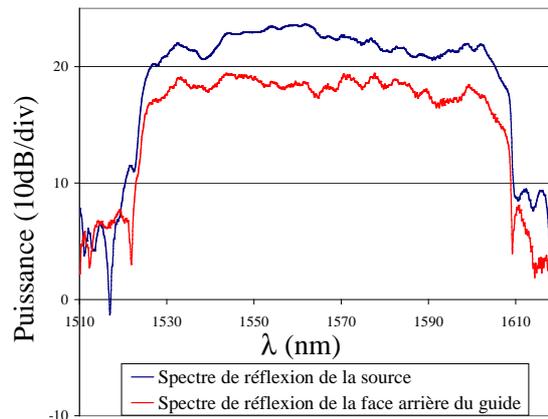


Figure III.35 : Spectres de réflectivités d'un guide PMMI de largeur  $4\mu\text{m}$ .

L'étude de la biréfringence de groupe sera traitée séparément par la suite.

## 6.2 La dispersion de vitesse de groupe

A partir des équations III. 3 et III. 4 définies dans le paragraphe 2.5 de ce chapitre, il est ordinairement possible d'estimer la dispersion de vitesse de groupe (GVD). Toutefois, à l'instar des Figure III.36 (a) et (b) correspondant à des mesures sur des guides PMMA et PMMI de  $w=4\mu\text{m}$ , l'évolution du temps de groupe  $t_g$  en fonction de la longueur d'onde est quasiment constante. En analysant toutes les autres courbes de  $t_g=f(\lambda)$  obtenues avec différentes largeurs de guides et avec les deux polymères, l'on constate que la vitesse de groupe est parfois légèrement positive ou négative. Ceci est dû à la précision du calcul sur de telles courbes.

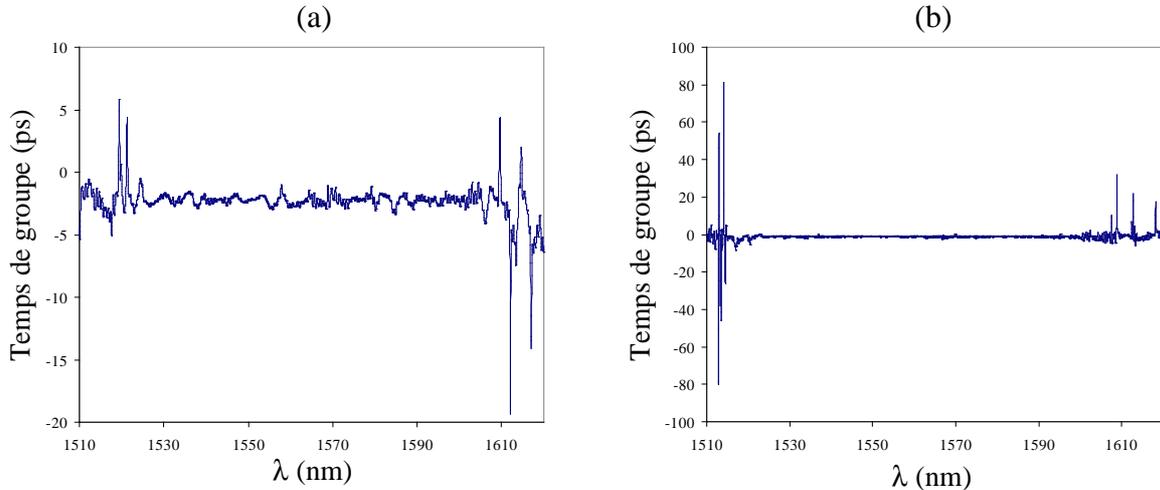


Figure III.36 : Evolution des temps de groupe en fonction de  $\lambda$ . (a) : guide PMMA,  $w=4\mu\text{m}$ . (b) : guide PMMI,  $w=4\mu\text{m}$ .

La conclusion sur cette étude est : si la dispersion de vitesse de groupe existe elle est extrêmement faible et ne peut être quantifiée pour des longueurs de guides aussi petites ( $\sim 1\text{cm}$ ).

### 6.3 La biréfringence

Pour pouvoir analyser la biréfringence, un polariseur réglable est intercalé à l'entrée du guide d'onde à analyser. Par ce biais, la détermination des axes propres du matériau ou de la structure se fait d'une manière empirique par ajustement du polariseur.

Pour avoir un axe propre à la structure, l'on ajuste au départ le polariseur afin d'avoir un réflectogramme de sortie de guide très proche de celui de l'entrée. Ensuite, l'on regarde la forme du réflectogramme avec une polarisation relative de  $45^\circ$  puis  $90^\circ$ . Par ce biais, il a été mis clairement en évidence sur la Figure III.37, l'existence d'une biréfringence de groupe par la présence d'extinction totale d'une partie du signal à  $45^\circ$  de polarisation.

Une estimation de cette biréfringence peut être réalisée en mesurant l'intervalle spectral entre deux minima consécutifs pour la polarisation à  $45^\circ$ .

Sur les guides en PMMA, la biréfringence était difficilement discernable car il a été impossible d'observer des extinctions totales ; les interférences entre modes en sont probablement en partie responsables.

Par contre, pour les guides en PMMI, l'étude a pu montrer clairement l'existence d'une biréfringence. Cette dernière est principalement due à la forme des guides. Notons toutefois qu'une biréfringence existe aussi dans le polymère PMMI ( $n_{\text{TE}}=1,5334$  et  $n_{\text{TM}}=1,5327$  mesurée à  $\lambda=632,8\text{nm}$  : voir Annexe III.2). Ceci est illustré sur la Figure III.37. Cette quantification a été menée sur des guides PMMI de largeur  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$ .

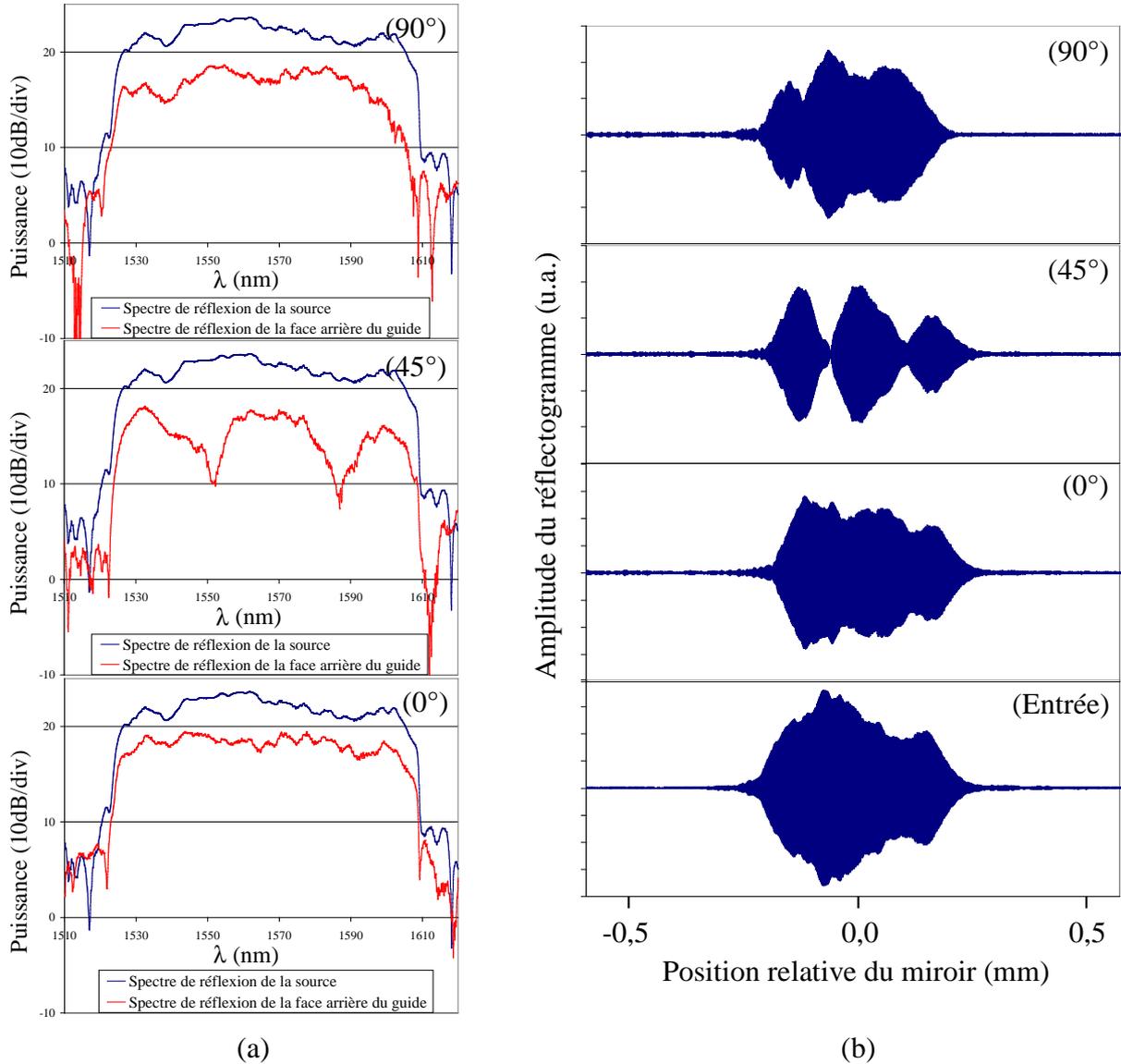


Figure III.37 : Evolution de la biréfringence en fonction de la polarisation du signal en entrée du guide d'onde en PMMI ( $w=4\mu\text{m}$ ). (a) Spectres de réflectivités. (b) différents Réflectogrammes. (Entrée) = mesure en entrée du guide d'onde. ( $0^\circ$ ), ( $45^\circ$ ) et ( $90^\circ$ ) = mesures en sortie de guide d'onde avec des polarisations relatives en entrée à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$   $90^\circ$  respectivement.

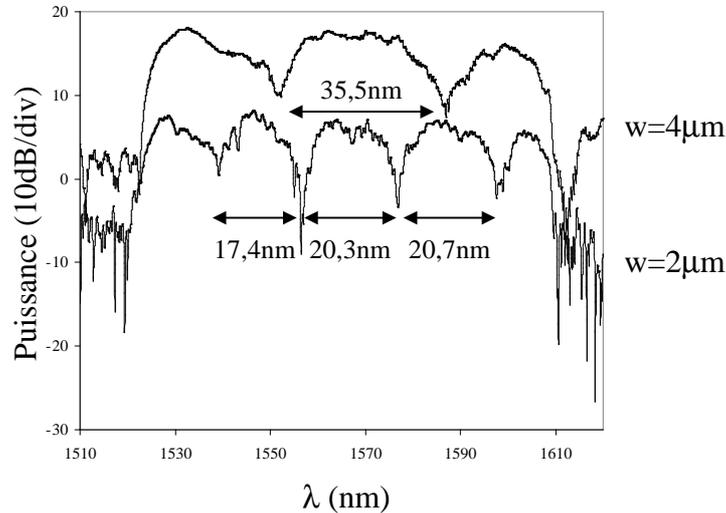


Figure III.38 : Spectres de réflectivités en sortie de guides PMMI pour une polarisation à  $45^\circ$ .

Etant donné la largeur de l'intervalle spectral entre deux minima consécutifs pour le guide de  $4\mu\text{m}$ , seul la valeur de  $35,5\text{nm}$  sera considérée dans les calculs de la biréfringence.

Pour le guide de  $2\mu\text{m}$  une moyenne est réalisée sur les trois valeurs mesurées. Cette moyenne vaut  $19,5\text{nm}$ , (écart type =  $1,8\text{nm}$ ).

En appliquant l'équation III. 5, les valeurs de la biréfringence appliquée à  $\lambda=1550\text{nm}$  et pour une longueur de guide d'environ  $1\text{cm}$  sont : environ  $6.2.10^{-3}$  et  $3.4.10^{-3}$  pour les guides de largeur  $2\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$  respectivement.

Cette biréfringence est due aux dimensions des guides en grande partie mais aussi au PMMI qui s'avère être biréfringent. Les valeurs obtenues ne sont pas négligeables si l'on considère des longueurs de guides plus importantes. Autrement dit, dans le futur, il serait astucieux de réaliser des guides enterrés et carrés afin d'éviter la biréfringence de forme.

#### 6.4 Etude OLCR réalisé sur un micro-résonateur

Une dernière étude très rapide a été réalisée sur un micro-résonateur en PMMA de rayon de courbure  $170\mu\text{m}$ , les guides d'ondes sont carrés  $2,2 \times 2,2\mu\text{m}^2$ . Les différents résultats (Figure III.39) obtenus sur le temps de groupe ou les spectres de réflexions ne révèlent pas l'existence d'une quelconque dispersion de vitesse de groupe ou biréfringence adjointe. Il est toutefois intéressant de constater une augmentation dans l'amplitude du réflectogramme à environ  $1,5\text{mm}$  de la face avant. Cette position correspond à celle de l'endroit où le couplage

de l'énergie entre le guide et l'anneau a lieu. Ensuite, sur environ 1mm le niveau de rétrodiffusion reste relativement plus élevé que dans le début du guide droit ; cette valeur est très proche du périmètre de l'anneau. Des mesures supplémentaires sur d'autres micro-résonateurs permettront par la suite de conclure d'une manière plus sûre sur la participation de l'anneau dans la mesure de rétrodiffusion.

En outre, contrairement aux spectres de réflectivités des guides droits, une résonance avec une période très petite apparaît (voir agrandissement dans Figure III.39(c)). Cette période d'environ 1,57nm (mesurée à environ  $\lambda=1553\text{nm}$ ) correspond à l'ISL de 1,51nm (mesurée à la même longueur d'onde) du micro-résonateur étudié. Notons que le pas d'échantillonnage des spectres de réflectivité est d'environ 32pm qui est suffisant pour distinguer les longueurs d'ondes de résonances.

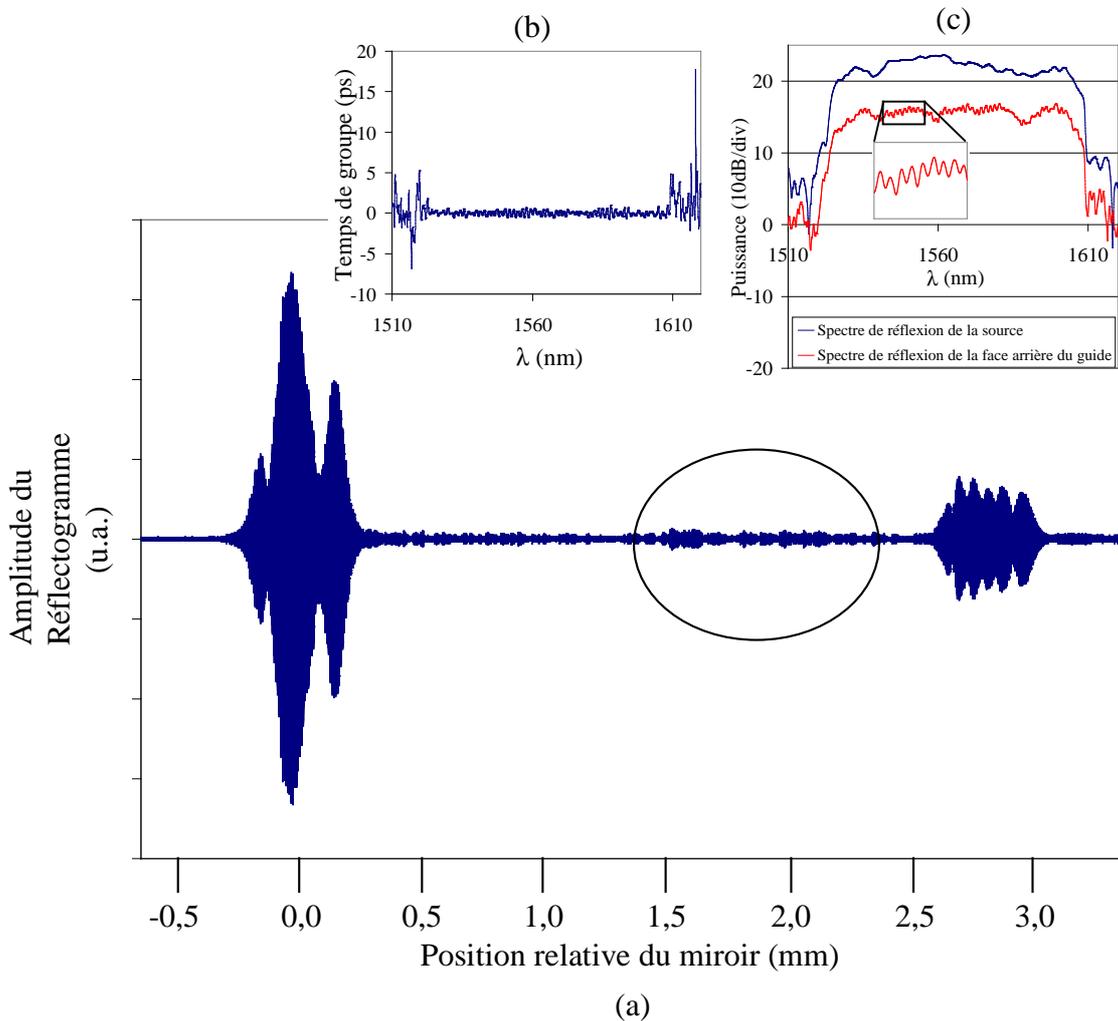


Figure III.39 : (a) : différents résultats obtenus sur un micro-résonateur en PMMA ( $r=170\mu\text{m}$ ). (a) réflectogramme entier. (b) : représentation du temps de groupe en fonction de  $\lambda$ . (c) : Spectres de réflectivité.

## 6.5 Conclusion sur l'étude OLCR

Tout d'abord concernant les guides réalisés avec du PMMA :

La dispersion chromatique est très faible (quasi nulle) et n'est pas estimable dans notre cas.

Une biréfringence de forme existe mais cette dernière est très difficile à analyser car en utilisant un polariseur, les extinctions ne sont pas nettes.

Concernant les guides en PMMI :

La dispersion chromatique est aussi très faible. La biréfringence, quant à elle, est très facilement observable sur des guides de  $4 \times 1,4 \mu\text{m}$ . Sur les guides de  $2 \times 1,4 \mu\text{m}$ , l'extinction peut être totale en fonction de la polarisation.

Pour finir, cette courte étude a permis en collaboration avec l'ENST de Paris de réaliser des mesures généralement faites sur des fibres optiques jusqu'à présent. La dispersion de groupe très faible et la biréfringence de forme sont les deux paramètres mis en exergue par cette étude.

Dans le futur, la combinaison du banc d'injection du CCLO et l'OLCR de l'ENST permettront de pouvoir étudier des guides plus petits.

De plus, des études supplémentaires sur des guides courbes et sur d'autres micro-résonateurs permettront probablement d'approfondir, de découvrir et d'exploiter d'autres voies comme la rétrodiffusion due au couplage entre le guide et l'anneau et ce en fonction de la taille du gap.

## 7. Conclusion du chapitre III

Dans ce chapitre, les résultats importants concernent les études des pertes linéiques d'une part et, les caractérisations effectuées sur les micro-résonateurs d'autre part.

Au niveau des pertes sur les matériaux polymères, les mesures effectuées sur les pastilles et les solutions donnent des résultats très homogènes. A partir de ces deux méthodes, il est possible de donner une majoration des valeurs de pertes sur le PMMA et le PMMI.

Ainsi, le PMMA a au maximum des pertes de  $0,2\text{dBcm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $0,8\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ . Quant au PMMI ces pertes sont au maximum de  $0,3\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1300\text{nm}$  et  $1,1\text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$  à  $\lambda=1550\text{nm}$ .

Concernant les différentes mesures faites sur les guides plans, une nette amélioration a été constatée sur l'homogénéité des résultats mesurés. Néanmoins, certains paramètres comme la reproductibilité du plaquage du prisme sur le film polymère reste à optimiser.

La méthode du « cut back » est souvent utilisée par ailleurs, pour l'estimation des pertes linéiques dans les guides droits. Cette méthode n'a pas été préférée pour le moment dans notre étude en raison de l'état de surface inconstant des guides clivés. De même la mesure directe par estimation des pertes par couplage ne s'avère pas adaptée ici. Ces deux méthodes peuvent s'avérer intéressantes, par la suite, avec le sciage et le polissage des échantillons.

Une dernière méthode, l'OLCR s'avère être très intéressante pour l'estimation des pertes linéiques dans les guides. L'utilisation tardive de cette méthode ne nous permet pas d'avancer des valeurs pour le moment. Toutefois, cette dernière sera par la suite mieux étudiée pour estimer les pertes linéiques dues à la propagation puisqu'elle permet de s'affranchir des pertes de couplage non maîtrisées. Cette méthode sera aussi généralisée très probablement à l'étude de la rétrodiffusion dans les micro-résonateurs. Ce qui permettrait de mieux étudier et caractériser ces fonctions notamment au niveau du couplage entre le guide et l'anneau mais aussi au niveau de la propagation dans l'anneau. Des mesures sur des guides courbes sont aussi prévues avec cette méthode afin de pouvoir par la suite estimer les pertes aux courbures dans les anneaux.

Nous avons mis au point une technologie pour réaliser des micro-résonateurs en polymère qui mettent ainsi en profit les travaux décrits dans le chapitre II.

Plusieurs résultats rassurants ont pu être obtenus sur nos micro-résonateurs. Ces derniers ont permis de valider en grande partie les progrès effectués en technologie de réalisation.

Avec des finesses supérieures à 6, ces valeurs sont proches de celles attendues sans compter que hormis les incertitudes introduites lors de la fabrication, quelques approximations avaient été faites en amont pour la réalisation des motifs sur le masque.

Notons qu'en se servant de l'étude sur la diffraction présentée en chapitre II, il est possible maintenant d'ajuster les espacements entre les guides et les anneaux afin de se rapprocher au mieux des caractéristiques géométriques souhaitées pour les micro-résonateurs.

## CONCLUSION

Le but principal de la thèse était de réaliser des fonctions optiques avec une technologie légère et générique donnant accès à la miniaturisation de fonctions optiques avec des matériaux polymères qui offrent plusieurs possibilités d'utilisation de part leur grande diversité.

Les étapes principales de la réalisation sont le dépôt à la tournette, la photolithographie standard (365nm) et la gravure RIE. Au vu de l'état de l'art, toutes ces techniques sont bien connues et très utilisées pour la réalisation de guides d'ondes en polymères.

Toutefois, l'emploi de certains polymères, comme le PMMA, fait apparaître divers problèmes engendrés par leurs propriétés thermo-mécaniques. Par ailleurs, la photolithographie standard est connue pour avoir une limite de résolution de l'ordre du micromètre. Or, dans cette étude, afin d'obtenir un plus grand taux d'intégration des fonctions, certains motifs devaient avoir des tailles submicroniques. Ces problèmes ont été, au départ, un frein à la réalisation de fonctions intégrées avec ce polymère.

Par la suite, grâce tout d'abord à une étude thermo-mécanique conjuguée avec celle concernant l'apparition indésirable de rides en surface, il a été possible de mettre en place un traitement thermique adapté permettant au PMMA de passer toutes les étapes de la réalisation et d'obtenir avec ce matériau des filtres en longueurs d'onde à base de micro-anneaux. Les résultats de cette étude approfondie sur l'occurrence des rides nous permettent de spécifier le polymère ayant les propriétés idoines pour passer certaines étapes du procédé impliquant l'utilisation de couches barrières inorganiques et des recuits.

Ensuite, grâce à l'utilisation d'une fine couche de résine photosensible ( $\sim 0,13\mu\text{m}$ ), une amélioration très nette de la résolution des motifs a pu être obtenue et, avec l'usage d'une seconde couche de masquage ( $\text{SiO}_2$ ), des motifs gravés ont pu être réalisés. L'utilisation de cette couche fine de résine permettra très probablement, avec l'utilisation de la photolithographie standard, d'atteindre des gaps de tailles inférieures à  $0,5\mu\text{m}$  ( $0,3\mu\text{m}$  théoriquement). Il est à noter par ailleurs, que le plaquage sous vide du masque sur la résine photosensible et la grande homogénéité dans les épaisseurs des couches déposées ont aussi permis une légère amélioration de la résolution. Aussi, par la suite avec l'optimisation des paramètres de gravure, puis le dépôt d'une couche de polymère comme gaine supérieure, des motifs conformes au profil visé ont pu être réalisés et des filtres en longueurs d'ondes, avec le PMMA en matériau de cœur, ont été obtenus et caractérisés. Pour les derniers, une nette amélioration des résultats a été constatée lors des caractérisations optiques ; ces derniers résultats se rapprochent de ceux attendus avec notamment des valeurs pour les finesses comprises entre 6 et 11 (la valeur visée pour la finesse étant 10).

Le PMMI a aussi été utilisé comme matériau de cœur de guide et les résultats du micro-résonateur conçu avec ce polymère sont corrects (finesse 5,5 par exemple) comparés à ceux visés.

Une fois, la réalisation technologique correcte obtenue et certaines limites repoussées, il est alors nécessaire pour le futur, de réaliser une modélisation plus complète en se servant des indices de réfraction réels des matériaux utilisés. Ceci permettra de mieux choisir les différents gaps notamment.

En parallèle à l'optimisation du procédé de réalisation à proprement dit, d'autres études ont été aussi très enrichissantes.

Ainsi au départ de l'étude, le décollement engendré entre le substrat et une couche de polymère lors du sciage ou du clivage des échantillons, nous a amené à mettre au point un test d'adhérence adapté aux couches minces et donnant des résultats homogènes. Ceci a pu aboutir grâce à l'élimination de certains défauts dans la méthode de caractérisation entraînant l'existence d'erreurs systématiques et des mesures aléatoires.

Concernant l'amélioration de la résolution en photolithographie, l'étude menée sur la diffraction à travers des fentes a par ailleurs, permis de conclure sur la nécessité de sur-insoler la résine photosensible afin de se rapprocher de la taille des motifs du masque. Aussi, cette étude peut s'avérer utile pour connaître l'évolution de la taille du gap en fonction de l'énergie d'insolation. De cette manière, la taille des gaps peut être changée d'une manière contrôlée sans pour autant réaliser un nouveau masque.

Enfin, une contribution à l'estimation des pertes dans les matériaux a été menée et, une méthode originale de mesure en solution des pertes linéiques des polymères utilisés a été présentée. La discrimination des différents facteurs de pertes optiques en optique intégrée polymère avait été peu abordée auparavant. C'est une préoccupation importante pour juger si l'utilisation des polymères optiques classiques sont viables pour la bande C des télécoms ou bien si des polymères intrinsèquement moins absorbants doivent être utilisés. Ici, nous avons montré que les pertes linéiques mesurées à 1550nm dans les matériaux, en solution ou sous forme de films, pouvaient descendre à moins de  $0,8 \text{ dB.cm}^{-1}$ . Il reste encore très probablement des pertes par diffusion extrinsèque au matériau vu que la purification ne peut pas être parfaite. Les pertes sur guides "ridge", si l'on s'affranchit des pertes de couplage, peuvent être légèrement plus élevées que les pertes trouvées sur les matériaux, montrant ainsi que les qualités des dioptrés obtenus après la gravure est relativement satisfaisante. Ces pertes sont très probablement comprises entre  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  et  $3 \text{ dB.cm}^{-1}$ .

La qualité des mesures effectuées sur les guides d'ondes est pour le moment insuffisante et, les différentes méthodes restent à perfectionner. Les solutions envisagées pour améliorer ces mesures sont d'une part, le sciage et le polissage des faces d'entrée et de sortie des guides, d'autre part, le collage d'une fibre adaptatrice de mode directement à l'entrée du guide (étude en cours).

Ces travaux et leur prolongement permettront au CCLO de réaliser des prototypes de composants intégrés afin d'étudier de nouvelles fonctions optiques. Le couplage de cette technologie avec celle de photo-inscription de guide, aussi mise au point au laboratoire, ouvre la voie à des méthodes de réalisations intéressantes de circuits optiques, notamment l'adaptation post-procédé de l'indice effectif du guide pour ajuster des paramètres fonctionnels.

# ANNEXES



Annexe I.1: Tableau récapitulatif de différentes études bibliographiques présentant une technologie de réalisation.

Technologies	Variante	$\Delta n$	Pertes de propagation (sauf contre-indication)	Remarques	Références
Semi-conducteur	GaAs/AlGaAs	-	-	→ Réalisation d'un micro-anneau couplé à un bras d'un Mach-Zehnder Epaisseur du guide : 0,5 $\mu$ m Gap 0,18 $\mu$ m	[7] P. P. Absil et al. (2000)
Polymère	Polystyrène (PS)	-	Entre 3dB.cm <sup>-1</sup> et 12 dB.cm <sup>-1</sup>	→ Réalisation par moulage → Traitement thermique pour abaisser la rugosité de surface des motifs (-9dB/cm) → Micro-résonateur en forme d'hippodrome Dimension du guide (2,3x1,6) $\mu$ m <sup>2</sup> Gap < 450nm	[8] C-Y. Chao et al. (2004)
Semi-conducteur	GaAs/AlGaAs	2,6.10 <sup>-3</sup> à $\lambda$ =1550nm	-	→ Réalisation de micro-résonateur en forme d'hippodrome Longueur de couplage : 10 $\mu$ m → Réalisation d'une porte tout optique → Pompage à $\lambda$ =800 nm par le dessus ; Résonance à $\lambda$ =1543,4nm	[9] T. A. Ibrahim et al. (2003)
Semi-conducteur	SOI Cœur : Si Substrat : SiO <sub>2</sub> Superstrat : SiO <sub>2</sub> ou polymère (BCB) ou air	-	-	→ Réalisation de micro-résonateur en forme d'hippodrome facteur de qualité entre 2100 et 9000 Taux d'extinction : -20dB → Micro-résonateur où le guide est enrobé sur l'anneau Rayon de l'anneau : 5 $\mu$ m Gap minimale accessible en photolithographie UV profond (248nm) : 200nm taux d'extinction : -10dB ; -15dB	[10] P. Dumon et al. (2005)
Verre	Cœur : Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -SiO <sub>2</sub> (30 :70)%mol Substrat : SiO <sub>2</sub> Superstrat : polymère photosensible (un polysilane : non précisé)	$\Delta n = 0,3317$ entre le cœur et le substrat à 1550nm $\Delta n$ maximal pour la polymère : 0,44	-	→ Ajustement de l'ISL et du facteur de qualité Q sous insolation UV du polymère → Micro-résonateur à couplage vertical Rayon de l'anneau : 19 $\mu$ m Gap : 100nm	[11] S. T. Chu et al. (1999)

## Annexe I.1

Verre	Cœur : Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -SiO <sub>2</sub> (30 :70)%mol Substrat : SiO <sub>2</sub> Superstrat : air	(Indice de cœur : 1,78) Δn maximal : 5.10 <sup>-4</sup> après irradiation de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -SiO <sub>2</sub>	-	→ Sous insolation l'indice diminue puis augmente selon la dose d'UV ; ceci est probablement dû à la réduction puis à l'oxydation de Ta. → Micro-résonateur Rayon de l'anneau : 10μm Gap : pas précisé ISL=21nm à λ=1550nm	[12] Y. Kokubun et al. (2002)
Polymère	Divers polymères : SU-8 ; NOA61 ; UFC170 ; UV15 ; Téflon AF1601 ; CLD/APC (actif)	Selon polymères	Pertes dans les polymères : 0,3dB.cm <sup>-1</sup> à 1dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1330nm 1,1dB.cm <sup>-1</sup> à 4,2dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Réalisation de micro-résonateurs passifs et actifs à couplage vertical. Pour Δn=0,1; rayon de l'anneau : 220μm Pour Δn=0,3; rayon de l'anneau : 25μm et gap : 0,5μm → Obtention de finesse très grandes : 117 (à λ=1330nm) et 155 (à λ=1550nm).	[13] P. Rabiei et al. (2002)
Polymère	Cœur : SU-8 Substrat et superstrat: OG-125 (époxy sensible aux UV	0,1	Pertes dans OG-125 ~5dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Réalisation de micro-résonateurs à couplage vertical Rayon de l'anneau ~200μm Gap : 350nm ISL=1,2nm; finesse =2,75; Taux d'extinction = -20 dB	[14] J. K. S. Poon et al. (2004)
Nitride	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /SiO <sub>2</sub>	~0,54	3,5dB.cm <sup>-1</sup> dans le micro-anneau	→ Mesures des pertes par méthode directe : mesure de la lumière diffusée sur le dessus des guides → Réalisation de micro-résonateurs Rayon de l'anneau : 25μm	[15] F.S. Tan et al. (2001)
Semi-conducteur	Si/SiO <sub>2</sub> Cœur silicium poly- cristallin Substrat SiO <sub>2</sub> Superstrat : SiO <sub>2</sub> ou air	2 ou 2,5	Silicium : 0,1dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Réalisation de micro-résonateurs de rayons très faibles 3μm à 5μm. Gap : 0,1μm à 0,3μm ISL = 20nm à 30nm Facteur de qualité ~250 → Problème de résolution de l'espacement entre le guide et l'anneau Utilisation d'une lithographie optique (λ non précisée)	[16] B. E. Little et al. (1998)
Nitride/ Polymère	Cœur du guide : Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Substrat SiO <sub>2</sub> Superstrat : air Micro-anneau : polyimide	-	-	→ Rayon des micro-anneaux entre 30μm et 80μm → Espacement entre guide et anneaux ~1μm → Pour un rayon de 78μm ISL=0,58nm à λ=670nm ISL=3nm à λ=1550nm Cross-talk =9dB	[17] F.C. Blom et al. (1999)

## Annexe I.1

Autre	Cœur Hydex™ Substrat ?	0 % à 20%	~0,15dB.cm <sup>-1</sup> entre $\lambda=1500\text{nm}$ et $\lambda=1620\text{nm}$	→ Montage de micro-résonateurs en cascade Rayon des anneaux : 20 $\mu\text{m}$ → Conséquence : augmentation de l'ordre du filtre	[18] B. E. Little (2003)
Polymère	Cœur : SU-8 Substrat : SiO <sub>2</sub>	Indice effectif : 1,485 à $\lambda=1550\text{nm}$	-	→ Interféromètre Mach-Zehnder: sur une branche : un guide droit sur l'autre branche : plusieurs micro-résonateurs en cascade → Gap : 750nm	[19] G. T. Palocz et al. (2003)
Nitruure	Cœur Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Substrat : SiO <sub>2</sub>	$\Delta n_{\text{eff}}=1,12.10^{-3}$ pour une augmentation de température de 100°C	-	→ Filtre à base de micro-résonateurs accordable en température Rayon de l'anneau : 25 $\mu\text{m}$ Epaisseur : 300nm → Accordabilité : 12pm/°C±1pm	[22] D.H. Geuzebroek et al. (2003)
Verre/ Polymère	Cœur de guide : Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -SiO <sub>2</sub> (30 :70)%mol Substrat : SiO <sub>2</sub> Superstrat : Téflon Anneaux : polyimide	-	-	→ filtre à base de micro-résonateurs accordable en températures (couplage vertical) Rayon de l'anneau : 10 $\mu\text{m}$ → accordabilité : -0,14nm/°C	[23] Y. Yanagase et al. (2003)
Polymère	Cœur de guide :SU-8 Substrat : UV15 Superstrat : UFC170 Anneau (NOA72 ?)	-	Perte de SU-8 4dB.cm <sup>-1</sup>	→ filtre accordable en températures (couplage vertical) → accordabilité jusqu'à 4nm/°C	[24] P. Rabiei et al. (2003)
Polymère	Cœur : Poly-carbonate dopé de chromophore CLD-1 (5,5% massique) Substrat : SiO <sub>2</sub>	$\Delta n/n=-2,3.10^{-6}/\text{s}$ sous insolation	-	→ Réalisation de micro-résonateur accordable par photo- blanchiment de chromophore sous lumière visible Rayon de l'anneau ~ 200 $\mu\text{m}$ Dimension des guides : (1,6x1,4) $\mu\text{m}^2$ Gap : 430nm → Déplacement maximal des longueurs d'ondes de résonance : - 9,8nm → Changement de l'indice de réfraction : -6,3.10 <sup>-3</sup> → Le taux d'extinction passe de -15dB avant photo-blanchiment à - 35dB après	[25] J. K. S. Poon et al. (2004)

## Annexe I.1

Nitruure	SiO <sub>2</sub> /SiON/SiO <sub>2</sub>	~0,54	-	→ Insolation locale sous UV pour améliorer la réponse spectrale de plusieurs micro-résonateurs en cascade en forme d'hippodrome Rayon de courbure : 70μm → Pour 2 micro-résonateurs en cascade : le pic transmis s'est vu augmenter de 9,3dB après insolation et le cross-talk s'est abaissé de 8dB	[26] T. Naganawa et al. (2005)
Verre	Silice dopée étain	2.10 <sup>-4</sup>	-	→ Plus grande photosensibilité que la silice dopée Ge → Epaisseur du guide : 10,5μm	[38] G. Chen et al. (2004)
Verre	Divers verres	~10 <sup>-2</sup>	-	→ Utilisation d'un laser (800nm) à impulsions ultra-courtes (120fs). → Diamètre des guides insolés : 8μm	[41] K. Miura et al. (1997)
Verre	Cœur silice dopé germanium Gain silice	Jusqu'à 4% (~6.10 <sup>-2</sup> )	~0,2dB.cm <sup>-1</sup> (pour Δn de 2% et 3,5%) (λ=1550nm)	→ Réalisation de micro-résonateurs : ISL=62,7GHz Rayon des anneaux : 500μm, 650μm, 800μm Gap : 1,9μm → Réalisation en PECVD → Jusqu'à 25% de GeO <sub>2</sub> dans SiO <sub>2</sub> sans craquelure	[42] R. A. Bellman et al. (2004)
Verre	ZBLAN	-4.10 <sup>-4</sup> à -2.10 <sup>-3</sup>	1,8dB.cm <sup>-1</sup> à λ= 632nm	→ Guides réalisés par implantation ionique (He).	[44] Y. Zhao et al. (2000)
Verre	Verre de phosphate dopé erbium	-	Gain 4,1dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1535 nm	→ Guides "strip loaded" → Epaisseur des guides : 1μm	[45] Y. C. Yan et al. (1997)
Verre	Echange ionique Ag <sup>+</sup>	-	0,dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550 nm	→ Réalisation d'un filtre en longueur d'onde nommée "ACG" (Artificial Cladding Grating) → Pas du réseau 30μm et 80μm	[46] Ch. Martinez et al. (2004)
Verre	Echange ionique KNO <sub>3</sub> dans verre Gain supérieur : polymère	0,01 après échange ionique dans le verre	<0,1dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1300 nm	→ Réalisation d'un polariseur optique avec un polymère biréfringent → Taux d'extinction : ~ 37dB	[47] A. Morand et al. (1998)
Semi-conducteur	SOI	Indice effectif varie selon l'épaisseur de la silice et du silicium	10 <sup>-2</sup> à 10 <sup>4</sup> suivant l'épaisseur de la silice et du silicium	→ Première utilisation des SOI pour réaliser des guides d'ondes optiques	[48] B. N. Kurdi et al. (1988)

## Annexe I.1

Semi-conducteur	SOI Cœur silicium Substrat silice Superstrat silice ou air	-	$>1\text{dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1523\text{nm}$	→ Pour un silicium pur les pertes sont de : $2,87\text{ dB.cm}^{-1}$ à $1,15\mu\text{m}$ $0,004\text{ dB.cm}^{-1}$ à $1,523\mu\text{m}$	[51] A.G. Rickman et al. (1994)
Semi-conducteur	SOI Cœur silicium Substrat silice Superstrat air	-	-	→ Premier PHASAR en SOI ISL = $7,6\text{nm}$ ; Taux d'extinction : $-22\text{dB}$	[52] P. D. Trinh et al. (1997)
Semi-conducteur	Si/SiGe/Si	$\sim 1,3.10^{-3}$	Entre $0,6$ et $1,6\text{ dB.cm}^{-1}$	-	[54] S. F. Pesarcik et al. (1992)
Semi-conducteur	Si/SiGe	0,02 à 0,1 selon la concentration en Ge	$0,3\text{dB.cm}^{-1}$ à $1300\text{nm}$ et à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Concentration en Ge ( $c_{\text{max}}$ ) entre 5% et 11% $\Delta n = (n_{\text{Ge}} - n_{\text{Si}}).c_{\text{max}} \approx 0,8c_{\text{max}}$ → Epaisseur des guides : $1,5\mu\text{m}$	[55] J. Schmidtchen et al. (1994)
Semi-conducteur	InP/InPGaAs GaAs/AlGaAs	-	$4$ à $6\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Coupleurs verticaux → gap : $1,2\mu\text{m}$ ; $1,6\mu\text{m}$ et $2\mu\text{m}$ → 6 couches → Variation l'indice de réfraction par variation de la concentration de chaque élément chimique	[56] B. Liu et al. (1999)
Nitride	$\text{Si}_3\text{N}_4$	$\sim 0,55$	Entre $0,1\text{ dB.cm}^{-1}$ et $2,5\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=780\text{nm}$ Entre $4,5\text{ dB.cm}^{-1}$ et $6\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1544\text{nm}$	→ Dépôt de $\text{Si}_3\text{N}_4$ par LPCVD → Epaisseur $200\text{nm}$ → Pertes élevées à $\lambda=1544\text{nm}$ dues à un mode guidé mal confiné. → Pertes mesurées par la méthode du « cut-back » et par la diffusion de la lumière à travers la surface supérieure	[61] N. Daldosso et al. (2004)
Nitride	SiN	Entre 0 et 1,2	-	→ Contrôle de la proportion de N par rapport à Si dans les couches SiN → Dépôt par PECVD	[62] Y.T. Kim et al. (2005)
Nitride	$\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$	Entre 0 et 0,57	Entre 0,5 et 1 ( $\lambda$ non précisée)	→ Les indices et les pertes dépendent de la réaction d'oxydo-nituration du silicium adoptée	[63] W. Gleine et al. (1992)
Matériaux poreux	Si poreux oxydé	0,09	Non dopé $2,6\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1550\text{nm}$ dopé $\text{Er}^{3+}$ $4,4\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Réalisations des guides par un procédé d'anodisation → Incorporation de l'Erbium électrochimiquement → L'indice de réfraction dépend de la porosité → les pertes sont plus faibles dans un guide plan Non dopé : $0,7\text{ dB.cm}^{-1}$ ; Dopé $\text{Er}^{3+}$ : $1,1\text{ dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=1550\text{nm}$ → Epaisseur des guides : $3\mu\text{m}$ à $5\mu\text{m}$	[65] A. Najjar et al. (2006)

## Annexe I.1

Matériaux poreux	Phosphure d'indium poreux (InP)	0,5 donné dans l'étude mais l'indice en général dépend de la porosité	-	-	[66] S. Langa et al. (2005)
Matériaux poreux	Oxyde de silicium et de titane (SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> )	4.10 <sup>-4</sup> pour 1mM de NaCl	-	→ Mesure de concentration	[67] J. Sefcik et al. (2002)
Polymère	SiO <sub>2</sub> /polymère	Variable selon polymère	-	→ Réalisation d'un coupleur directionnel dimension du guide 5,6x6μm <sup>2</sup> ; espacement entre guide 4 et 6μm → Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la concentration en fluor dans le polymère (entre 1,415 et 1,493) → Réalisation d'un réseau de Bragg athermique	[68] D. Bosc et al. (1999)
Verre (hybride)	SiO <sub>2</sub> /TiO <sub>2</sub>	-	Pour un mélange (Ti:Si=70:30) ~1,9dB.cm <sup>-1</sup> à λ=632,8nm ~1,2dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Dépôt de matériaux inorganique par "dip coating" à partir de matériaux organiques-inorganiques → L'indice de réfraction des couches dépend de la proportion de Ti par rapport à Si Pour (Ti:Si) entre (100:0) et (70:30), n varie entre 1,7072 et 1,5855 à λ=1550nm → Epaisseurs des couches : entre 0,4 et 1,6 selon l'indice de réfraction	[69] E. J. Nassar et al. (2002)
Matériaux ferro-électrique	Pb <sub>1,4</sub> Zr <sub>0,36</sub> Ti <sub>0,64</sub> O <sub>3</sub>	-	-	→ Présentation d'une méthode pour indexer les pics issus d'une mesure effectuée par la méthode des M-lines sur le PZT [Pb(Zr,Ti)O <sub>3</sub> ] permettant ainsi d'obtenir les bonnes épaisseurs et les bons indices de réfraction → Difficultés de départ: repérer le premier pic (mode fondamental)	[70] J. Cardinet al. (2005)
Polymère	PMMA	-	Mesure à λ=1300nm Entre 0,48dB.cm <sup>-1</sup> et 0,94dB.cm <sup>-1</sup> selon le traitement subi PMMA pure 0,94dB.cm <sup>-1</sup>	→ Traitement du PMMA sous plasma fluoré (F <sub>2</sub> ) → Evolution de l'indice de réfraction et des pertes linéiques suivant la puissance du plasma → Explication avancée : altération des groupes fonctionnels en surface du guide mais pas en profondeur.	[77] S.-J. Park et al (2003)
Polymère	ZPU série UV	5.10 <sup>-3</sup>	0,3dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1300nm 0,5dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Porte thermo-optique → Coefficient thermo-optique : 1,4.10 <sup>-4</sup> /°C à λ=1550nm → Cross-talk < -70dB → Temps de permutation : < 10ms	[79] Y.-O. Noh et al. (2006)

## Annexe I.1

Polymère	SiO <sub>2</sub> /PFCB/SiO <sub>2</sub> PFCB : perfluorocyclobutane	-	Polymère : 0,25dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm guide : 0,3dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Tg du PFCB >350°C → Coefficient thermo-optique : -10 <sup>-4</sup> /°C → Filtre Add/Drop à base de Mach Zehnder en cascade → Dimension des guides : 4,5x4,5μm <sup>2</sup> → Séparation entre guides 4,75μm → Déplacement des longueurs d'onde de filtration en fonction de la température sur tout l'ISL (50nm)	[80] C. Kostrzewa et al. (1997)
Polymère	PMMA deutéré	-	0,1dB.cm <sup>-1</sup> dans le visible et à λ=1300nm	→ Dépendance de l'indice de réfraction à l'humidité → Coefficient thermo-optique : -10 <sup>-4</sup> /°C	[81] T. Watanabe et al. (1998)
Polymère	Cœur ZPU (acrylate fluoré) Gaine (ZPU ?)	Δn avec le substrat : 5.10 <sup>-3</sup> Δn avec le superstrat : 3,4.10 <sup>-2</sup>	0,02dB.cm <sup>-1</sup> à λ=830nm 0,05dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1310nm 0,31dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Réalisation d'un atténuateur optique variable → Pertes mesurées par la technique d'immersion dans un liquide → Gravure RIE	[84] Y.-O. Noh et al. (2004)
Polymère	6FDA-ODA hexafluorure de Polyimide	-	Polymère : ~ 0,3 dB.cm <sup>-1</sup>	→ Gravure par FIB (Focused Ion Beam)	[85] D. Chiron et al. (2001)
Polymère	Polymère fluoré hyper-branché	Indices : TE : 1,558 à λ=633nm 1,536 à λ=1320nm 1,532 à λ=1550nm TM : 1,553 à λ=633nm 1,532 à λ=1320nm 1,528 à λ=1550nm	~ 0,5 dB.cm <sup>-1</sup> (minimum : 0,1 dB.cm <sup>-1</sup> )	→ Utilisation des polymères fluorés hyper-branchés pour réaliser des guides d'ondes optiques → En introduisant certains substituant l'indice peut être de 1,515 ou 1,608 à λ=1550nm pour le mode TE. → Utilisation des dendrimères dopé avec des lanthanides pour avoir des propriétés de luminescence (amplification optique) → Luminescence testée avec Er <sup>3+</sup> et Nd <sup>3+</sup> (et Pr <sup>3+</sup> ?)	[86] C. Pitois et al. (2002)
Polymère	poly(éther éther cétone) fluorés (F-PEEK)	0,01 à 0,076	0,6dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Tg mesurée par DSC entre 136°C et 150°C → Contrôle de l'indice de réfraction (entre 1,455 et 1,531) en fonction de la concentration de monomères fluorés lors de la synthèse	[87] Y. Zhao et al. (2004)
Polymère	poly(arylène éther sulfone) (EPPAESO)	Indice de réfraction entre 1,5037 et 1,5504	0,37dB.cm <sup>-1</sup> à λ=1550nm	→ Mesure de la Tg en DSC entre 148°C et 172°C lorsque le poids moléculaire moyen en nombre $\overline{M}_n$ passe de 6400 à 17200 → La Tg augmente de 148°C à 196°C après trois balayage en DSC (de 20°C à 350°C) → Biréfringence : 0,0021 à 0,0025	[88] J.-P. Kim et al. (2003)

## Annexe I.1

Polymère	Cœur PMMA deutéré Gaine (résine (pas de précision))	1,2% à $\lambda=830\text{nm}$	0,011dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=680\text{nm}$ 0,018dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=830\text{nm}$ 0,073dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1310\text{nm}$	→ Réalisation de guide avec un miroir au bout à 45°C → Application : interconnexion optique	[89] M. Hikita et al. (1998)
Polymère	Siloxane de phényle deutéré Siloxane de méthyle	Indice de réfraction entre 1,472 et 1,532	0,23dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Tg > 300°C → Biréfringence entre $2,1.10^{-4}$ et $7,8.10^{-4}$ → Variation du taux de phényle deutéré par rapport au méthyle → Réalisation de guides de dimensions : $(8 \times 8) \mu\text{m}^2$	[90] S. Toyoda et al. (2000)
Polymère	SiO <sub>2</sub> /polymère (PMMA, PS, PC)	-	-	→ Réalisation de micro-résonateurs par nano-impession Pression : 75 kg/cm <sup>2</sup> Température : Pour le PMMA et le PS : 175°C Pour PC : 220°C → Espacement entre guide et micro-anneau : entre 100nm et 200nm → micro-résonateur en forme d'hippodrome → Problème d'arrachement du PMMA après décolllement du moule → Epaisseur des guides : 1,5μm → Réalisation du moule par lithographie par faisceau d'électrons, nano-impession et RIE	[91] C.-y. Chao et al. (2002)
Polymère	PMMA	-	-	→ Réalisation de micro-cavité moule : réalisé par gravure RIE profonde et gravure humide → Réalisation de réseaux de pas de 200nm moule réalisé par lithographie par faisceau d'ion et gravure par faisceau d'atome rapide (FAB) → Dépôt d'une couche imperméable avant le dépôt du PMMA → Le film de PMMA est exfolié à la fin	[92] Y. Li et al. (2004)
Polymère	PMMA	n <sub>eff</sub> varie de 1,49 à 1,57 (pas de précision sur la longueur d'onde)	~1dB.cm <sup>-1</sup> à 8dB.cm <sup>-1</sup>	→ Modification de l'indice par bombardement ionique	[93] W. F. X. Frank et al. (1991)
Polymère	PMMA, PVA, PC, PI	-0,002 à 0,06 selon le polymère utilisé et l'ion implanté	Pour le PMMA : ~0,5dB.cm <sup>-1</sup> à 2dB.cm <sup>-1</sup>	→ Implantation d'ion Li <sup>+</sup> et N <sup>+</sup> → Epaisseur des guides entre 3μm et 5μm	[95] J.R Kulish et al. (1988)

## Annexe I.1

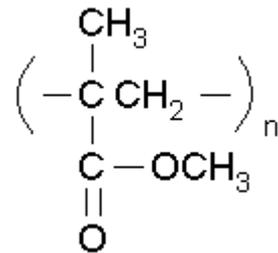
Polymère	PMMA, PMMI	-	Pour le PMMI ~1dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1318\text{nm}$ ~2,3dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Réalisation de Mach-Zehnder par implantation ionique → Pour le PMMI : Tg~160°C	[96] S. Brunner et al. (1996)
Polymère	PVK (Poly carbozyle vinylique)	-	-	→ Obtention d'effet non linéaire dans le PVK par implantation d'ion C <sup>+</sup> et Cu <sup>+</sup>	[97] P. Cottin et al. (1999)
Polymère	PMMA dopé BzMA (méthacrylate de benzile) et DR1 (Dispersed Red 1)	-0,03 à 0,025 ( $\lambda$ ?)	0,9 à 1,7 dB.cm <sup>-1</sup> ( $\lambda$ ?)	→ Réalisation de plusieurs fonctions optiques par la technique LIGA → Réalisation de rainure permettant de recevoir une fibre optique : système d'alignement et de couplage réalisé par la technique LIGA Dimension du guide : (8x8) $\mu\text{m}^2$ Emplacement pour la fibre : largeur 123 $\mu\text{m}$ ; hauteur 66,5 $\mu\text{m}$	[100] H.-D. Bauer (2000)
Polymère	Résine SU-8	0,004 à $\lambda=1310\text{nm}$	~1,36dB.cm <sup>-1</sup>	→ Utilisation de la UV-LIGA → Réalisation de certaines dimensions d'environ 1 $\mu\text{m}$ de largeur sur 6 $\mu\text{m}$ d'épaisseur → Réalisation de détecteur de NaCl à base de Mach-Zehnder → Augmentation de l'intensité interférentielle avec la concentration de NaCl	[101] B.Y. Shew et al. (2005)
Polymère	Substrat : ZPU12-445 (n=1,445 à $\lambda=1550\text{nm}$ ) Cœur : ZPU12-460 (n=1,460 à $\lambda=1550\text{nm}$ ) Probablement autres ZPU12	0,015 et 0,085	0,0005dB.cm <sup>-1</sup> (estimé) pour $\Delta n=0,085$ et à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Réalisation de plusieurs fonctions par nano-impession (certaines dimensions sont à 50nm) → Réalisation de micro-résonateurs en forme d'hippodrome: Largeur des guides 3,8 $\mu\text{m}$ , épaisseur : 0,9 $\mu\text{m}$ , Rayon de courbure : 200 $\mu\text{m}$ Gap : 200nm $\Delta n=0,085$ , coefficient de couplage : 5,1%, taux d'extinction : 11dB, facteur de qualité Q : 103800 à $\lambda=1550\text{nm}$ .	[103] K.D. Lee et al. (2006)
Polymère	PVCi	2,5.10 <sup>-2</sup>	PVCi : ~0,2dB.cm <sup>-1</sup> Dans les guides : 1,5dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1300\text{nm}$ 1dB.cm <sup>-1</sup> à $\lambda=1550\text{nm}$	→ Réalisation de guides photo-inscrits → Epaisseur des guides :5 $\mu\text{m}$ → Largeurs des guides 3 $\mu\text{m}$ -5 $\mu\text{m}$	[104] D. Bosc et al. (2004)

## Annexe I.1

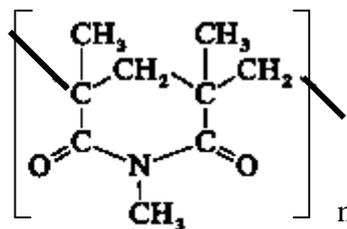
Polymère	Polymères photosensibles : PVA (Poly(alcool vinylique))	-	-	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Dopage du PVA par CuO et CuCl pour augmenter l'indice</li> <li>→ Dopage avec du chrome pour augmenter la photosensibilité</li> <li>→ Avant dopage : <math>n=1,49</math> à <math>1,55</math></li> <li>→ Après dopage : <math>n= 1,65</math> à <math>1,9</math></li> <li>→ Pour les polymères non-photosensibles : les polymères de cœur sont déposés sur SiO<sub>2</sub></li> <li>→ SiO<sub>2</sub> est gravé par gravure humide anisotrope qui donne des formes en « V »</li> </ul>	[105] D. Cristea et al. (2006)
Polymère	SU-8	$\Delta n$ entre cœur et substrat : $0,081$ à $\lambda=632,80\text{nm}$	Dans les guides : $\sim 0,2\text{dB.cm}^{-1}$ à $\lambda=632,8\text{nm}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Réalisation de guides d'onde optiques par écriture par faisceau de protons.</li> <li>→ Dimensions des guides <math>5 \times 8 \mu\text{m}^2</math></li> <li>→ Tg de SU-8 irradié : <math>&gt; 200^\circ\text{C}</math></li> </ul>	[106] (2004) [107] (2003) T. C. Sum et al.
Polymère	Substrat : copolymère méthacrylate d'époxy propyle-co-méthacrylate de méthyle Cœur : époxy bisphénol-A	-	-	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Contrôle de l'indice du cœur par contrôle du pourcentage molaire du Bisphénol-A</li> <li>→ Gravure RIE : étude de la rugosité en fonction de la puissance et du débit d'oxygène</li> <li>→ La rugosité augmente avec la puissance et le débit d'oxygène</li> <li>→ aucune donnée sur la pression de l'enceinte pendant la gravure</li> <li>→ Recuit après la gravure pour diminuer la rugosité des flancs</li> </ul>	[109] Y. Zhao et al. (2004)
Polymère	Polyimide (PI2566)	-	-	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Etude comparative entre gravure par RIBE et IBAE</li> <li>→ la IBAE possède une meilleure anisotropie de gravure que la RIBE</li> </ul>	[111] C. Moussant et al. (2000) [112] B. Lucas et al. (1999)
Polymère	PMMA	-	-	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Etude de la gravure RIE du PMMA en fonction du gaz utilisé O<sub>2</sub>, CHF<sub>3</sub></li> <li>→ Très bonne isotropie de gravure sur des motifs d'épaisseur <math>250\mu\text{m}</math>, avec l'utilisation de O<sub>2</sub>/CHF<sub>3</sub></li> </ul>	[113] C. Zhang et al. (2004)
Polymère	Polyimide fluoré (Ultradel 9020D)	-	-	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Utilisation de l'ICP pour augmenter la vitesse de gravure</li> </ul>	[114] J.H. Kim et al. (1999)

Annexe II.1: Formules chimiques des polymères utilisés.

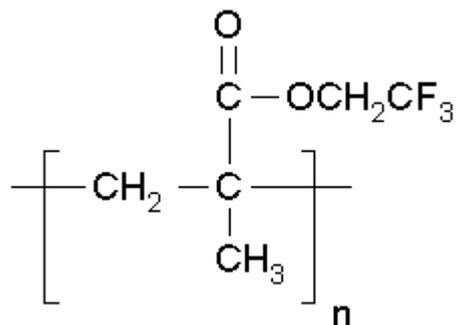
PMMA : Poly (Méthacrylate de Méthyle)



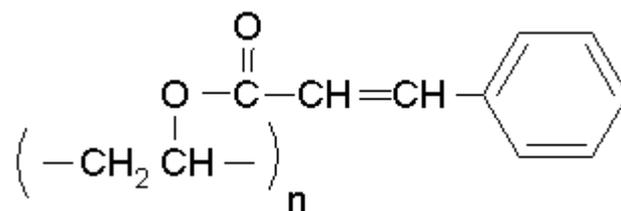
PMMI : Poly (Méthacrylimide de Méthyle)



PMATRIFE : Poly(2,2,2 méthacrylate de trifluoro-éthyle)



PVCi : Poly(cinnamate de vinyle)



## Annexe II.2 : Mécanisme de dissolution d'un polymère amorphe

Le mécanisme de dissolution d'un polymère amorphe est gouverné par l'énergie libre du mélange :

$$\Delta G_m = \Delta H_m - T \cdot \Delta S_m \quad \text{Annexe II.2. 1}$$

où  $\Delta G_m$ ,  $\Delta H_m$  et  $\Delta S_m$  sont l'énergie libre de Gibbs, l'enthalpie et l'entropie du mélange. T est la température absolue.

La dissolution a lieu spontanément si la valeur de  $\Delta G_m$  est inférieure à zéro. Sachant que la dissolution des polymères est reliée généralement à une augmentation de l'entropie. Dans ce cas, le terme de l'enthalpie devient le facteur décisif dans la détermination du signe de l'énergie libre de Gibbs.

Le paramètre de solubilité a été par ailleurs développé pour décrire l'enthalpie d'un mélange de liquides simples (non polaire, pas de mélange de solvant) puis a été étendu au solvants polaires et polymères. Pour un mélange binaire, il est possible de définir l'enthalpie du mélange comme suit [116]:

$$\Delta H_m = V \left( \left( \frac{\Delta E_1^v}{V_1} \right)^{1/2} - \left( \frac{\Delta E_2^v}{V_2} \right)^{1/2} \right)^2 \phi_1 \phi_2 \quad \text{Annexe II.2. 2}$$

Avec  $V$  : le volume du mélange.  
 $\Delta E_i^v$  : l'énergie de vaporisation de l'espèce i.  
 $V_i$  : le volume molaire de l'espèce i.  
 $\phi_i$  : la fraction volumique de i dans le mélange.

Le paramètre de solubilité  $\delta_i$  a été alors défini par :

$$\delta_i = \left( \frac{\Delta E_i^v}{V_i} \right)^{1/2} \quad \text{Annexe II.2. 3}$$

Pour un mélange binaire, il est alors possible de réécrire l'équation Annexe II.2. 2 sous la forme :

$$\frac{\Delta H_m}{V} = (\delta_1 - \delta_2)^2 \phi_1 \phi_2 \quad \text{Annexe II.2. 4}$$

L'équation Annexe II.2. 4 donne l'enthalpie d'un mélange binaire par unité de volume dans lequel les constituants sont mélangés avec aucun changement de volume à pression constante, aucune réaction entre constituants et aucune formation de complexes. Pour beaucoup de solutions,  $\Delta G_m$  peut être inférieur à zéro si  $\delta_1 = \delta_2$ . D'une manière générale,  $(\delta_1 - \delta_2)^2$  doit être petit pour que les constituants soit miscibles. Néanmoins, cette hypothèse peut s'avérer difficile à appliquer dans le cas des solvants polaires. C'est pourquoi, il est parfois nécessaire d'avoir recours à une donnée supplémentaire : la force de la liaison

hydrogène dans les solvants. Cette force de liaison est donnée dans des tables comme faible, moyenne ou forte.

Pour résumer, il est possible de s'attendre à une miscibilité complète lorsque les paramètres de solubilité du polymère et du solvant sont similaires et que le degré de la liaison hydrogène est identique dans les deux constituants. Par ailleurs, chaque solvant possède un seul paramètre de solubilité tandis que les valeurs des paramètres de solubilité d'un polymère s'étendent sur une plage. Cette non-unicité des valeurs va de paire avec celle des tailles des macromolécules et dans certains cas de la tacticité<sup>1</sup>. Le maximum du pourcentage en poids d'un soluté qui peut être dissout dans un solvant dépend de ce dernier et peut être mis en évidence par des diagrammes de phases. Dans la plupart des cas, ce pourcentage est compris entre 20% et 80%.

L'exemple du PMMA est montré dans le Tableau Annexe II.2.1 suivant.

polymère	Liaison hydrogène du solvant		
	faible	moyenne	forte
PMMA	$\delta$ en (MPa) <sup>1/2</sup>		
	18,2 – 26,0	17,4 – 27,2	0

Tableau Annexe II.2.1 : Valeurs du paramètre de solubilité du PMMA pour différentes forces de liaisons hydrogènes du solvant [116].

Dans le cas du PMMA, les solvants à liaisons hydrogènes faibles et moyennes peuvent convenir pour dissoudre le polymère à condition que la valeur de leur paramètre de solubilité soit comprise entre 18,2 et 26,0 pour le premier cas et entre 17,4 et 27,2 pour le second. De plus, d'après les données disponibles des solvants à liaison hydrogène forte comme l'alcool éthylique ou l'éthylamine ne conviennent pas.

Dans le Tableau Annexe II.2.2 se trouve une liste de solvants ayant des liaisons hydrogènes faibles et moyennes.

Solvant	$\delta$ en (MPa) <sup>1/2</sup>	Liaison hydrogène f = faible ; m = moyenne
Méthacrylate de méthyle (MMA)	18,0	m
Toluène	18,2	f
Tétrahydrofurane (THF)	18,6	m
Chloroforme	19,0	f
Trichloroéthane (TCE)	19,6	f
Acétone	20,3	m
Lactate d'éthyle	20,5	m

Tableau Annexe II.2.2 : Les paramètres de solubilité pour quelques solvants à liaisons faibles et moyennes [116]

En fait, la plupart de ces solvants sont connus pour être de bons solvants pour le PMMA. L'eau avec un paramètre de solubilité de 47,9 (MPa)<sup>1/2</sup> et une liaison hydrogène forte est un très mauvais solvant pour le PMMA.

<sup>1</sup> Tacticité : Ordonnement dans la succession des motifs configurationnels de la chaîne principale d'une macromolécule régulière ou d'un polymère régulier.

### Annexe II.3 : Evolution de l'épaisseur en fonction de la vitesse de rotation de la tournette et de la concentration du PMMA dans le TCE

Les points de mesures sont montrés en Figure Annexe II.3.1.

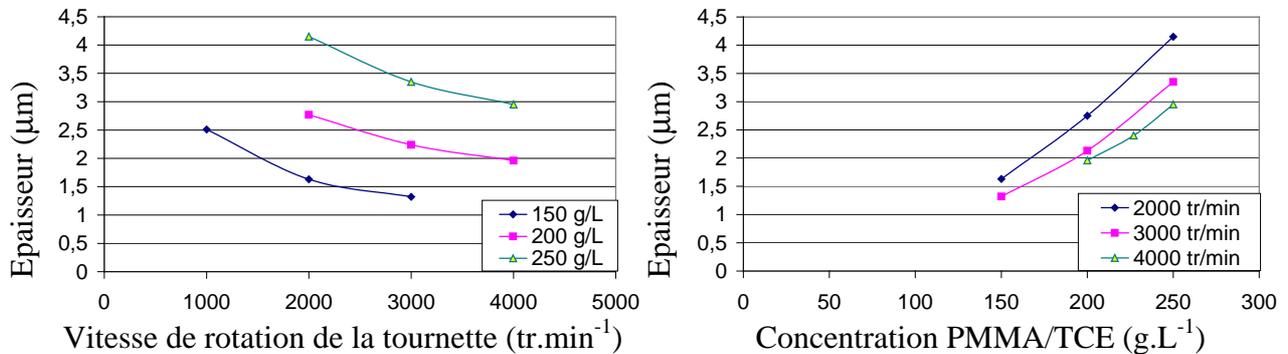


Figure Annexe II.3.1 : Evolution de l'épaisseur du dépôt de PMMA (solutions PMMA/TCE). a) en fonction de la vitesse de rotation de la tournette. b) en fonction de la concentration.

Ces mesures réalisées à l'aide d'un spectromètre (UV/Visible/proche IR), confirment les valeurs obtenues grâce au montage d'interférométrie à fibre optique lors de la cartographie.

## Choix de la méthode

Quatre méthodes de caractérisations générales sont habituellement décrites [141] : le pelage, la micro-indentation, le gonflage et l'essai de traction. Le but de cette thèse n'étant pas de réaliser une étude complète sur l'adhérence et ayant des machines de traction aisément disponibles, l'étude s'est tournée très vite vers des essais de traction. Après adaptation aux couches minces, ces derniers permettent de donner des caractérisations quantitatives. Les essais de traction représentent une catégorie des essais mécaniques.

## Les essais mécaniques

Les essais mécaniques permettent de caractériser les lois de comportements des matériaux (mécanique des milieux continus). La loi de comportement établit une relation entre les contraintes et les déformations. Ces dernières dépendent de la forme de la pièce et de la manière dont sont exercés les efforts extérieurs sur cette pièce. Des normes définissent alors la forme de la pièce dont est fait le matériau ; on parle d'éprouvette normalisée, et comment sont exercés les efforts sur l'éprouvette ; on parle d'essai normalisé.

Lorsque l'on a à faire à des matériaux massifs, les essais mécaniques sont relativement aisés à mettre en place. En revanche, lorsque ces essais sont utilisés sur des couches minces, la caractérisation est autrement plus compliquée qu'avec des matériaux massifs.

## Les premiers essais de traction

Avant le début de la présente thèse, une étude interne au CCLO avait été menée. Les mesures avaient été réalisées à l'aide d'une machine de traction adaptée aux couches minces. Pour cette méthode, un piston est collé sur la couche mince (Figure Annexe II.4.1 a), puis l'envoi d'air comprimé sous les valves permet d'exercer une poussée sur le plateau de réaction emportant par la même occasion le piston. Lorsque l'arrachement de la couche mince a lieu, une valeur de force est enregistrée par la machine.

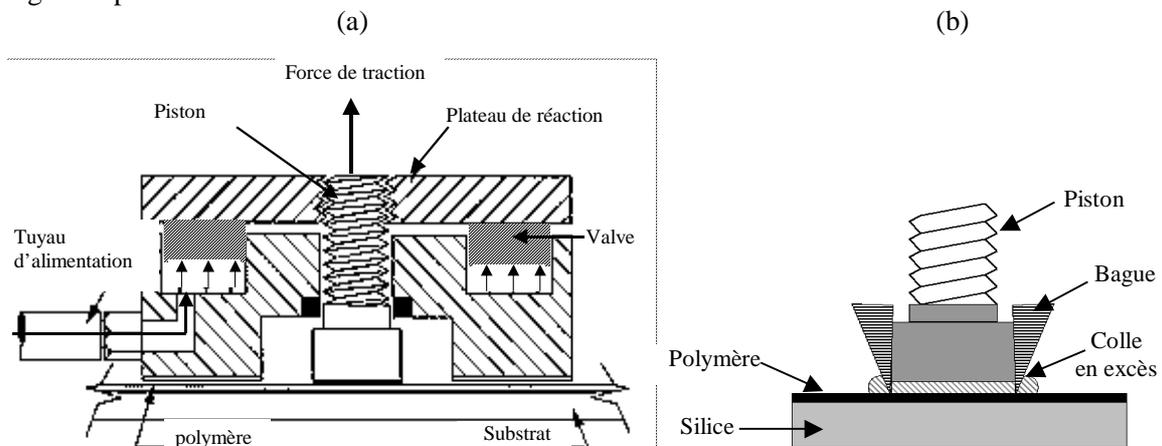


Figure Annexe II.4.1 : A gauche, coupe du corps de tête attaché au piston collé au polymère. A droite, représentation du système de collage du piston avec la bague.

Concernant l'étude préalablement menée au CCLO, l'adhérence des polymères avait été caractérisée suivant différents traitements de surface et différents paramètres avaient été optimisés.

Au départ, une bague en polyéthylène avait été utilisée pour enlever l'excès de colle (Figure Annexe II.4.1b). Toutefois cette bague restait collée à l'ensemble et il était très difficile de la détacher de la couche sans dégrader cette dernière une fois la colle solidifiée et ce avant de réaliser l'essai de traction. Pour cette raison, cette bague n'avait plus été utilisée par la suite et laissant par conséquent un bourrelet apparaître autour du piston. Les conséquences de la présence de ce bourrelet seront détaillées par la suite.

Le deuxième paramètre regardé était la mise en œuvre de la colle et son recuit. Diverses colles peuvent être utilisées ; les polyuréthanes, les époxydes, les acryliques... Par la suite, une colle époxy bi-composants (colle commerciale Araldite standard à prise progressive : résine + durcisseur) sera utilisée car donnant les meilleurs résultats d'adhérence sur polymère lors des premiers essais. Cette colle est dosée au moyen d'une seringue pneumatique ; ainsi la quantité de colle déposée est reproductible d'un essai à l'autre. Néanmoins, un bourrelet de colle apparaît toujours, bien que la périphérie des pistons ait été nettoyée avec un coton tige.

Les essais de traction avaient été réalisés sur deux polymères le PMMA et le PVCi ; ce dernier s'avérait avoir aussi une mauvaise adhérence sur les différents substrats (Silicium ou verre).

Pour sécher la colle, les échantillons relatif au PMMA ont subits un recuit pendant 2h à 80°C et ceux avec le PVCi à 50°C pendant 3h. Ce choix de condition de recuit est motivé par les températures de transition vitreuses des polymères (73°C et 100°C annoncées pour le PVCi et le PMMA respectivement ; les comportements thermomécaniques n'ayant pas été étudiées auparavant.

En outre, lors de la polymérisation des colles, des masses en laiton sont posées sur les pistons assurant une force reproductible de 1kg/cm<sup>2</sup>. Néanmoins, il reste toujours une étape très délicate qui est le positionnement du piston sur le substrat et la superposition du poids en laiton ; on remarque un glissement plus ou moins important du piston sur la couche de polymère lors de cette étape.

Dans ces premiers essais, la dispersion des valeurs autour de la moyenne était élevée. Pour mettre en évidence cette dispersion, le pourcentage de la valeur de l'écart type par rapport à celle de la moyenne de chaque série de mesure a été calculé. La Figure Annexe II.4.2 montre le nombre de séries de mesures en fonction de ce pourcentage ; [0%, 5%], [5%, 10%]...

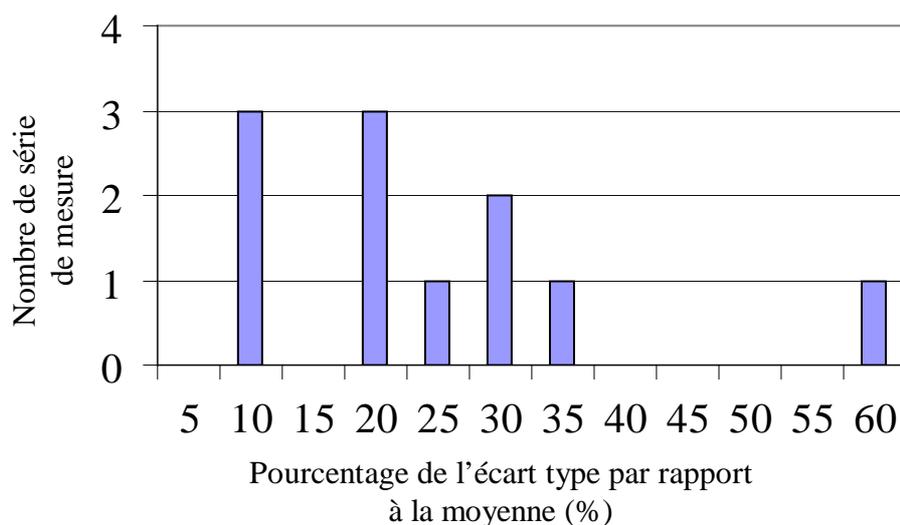


Figure Annexe II.4.2 : Répartition des différentes séries de mesure effectuées en fonction de la valeur en % de l'écart type d'une série par rapport à la moyenne de cette même série.

Au vue de la représentation faite en Figure Annexe II.4.2, sur 11 séries de 10 échantillons effectuées sur le PMMA et le PVCi, les écarts types calculés sur les forces de dé-cohésion (force nécessaire pour arracher le polymère du substrat) sont relativement élevés; aucun n'est inférieur à 5% de la valeur moyenne et un grand nombre d'écart type est compris entre 10% et 30% de la valeur moyenne. Ces considérations sur l'écart type montrent que les mesures effectuées sont très dispersées par rapport aux valeurs moyennes. Notons aussi que lors de ces premiers essais, la contrainte de décollement était entre 1MPa et 2MPa, ce qui reste une valeur assez faible pour l'adhérence. La valeur obtenue pour la colle par cette méthode est de 2,7MPa (écart type = 0.4 MPa).

Bien que les essais soient devenus plus reproductibles après optimisation des différents paramètres, il reste très difficile d'éliminer le bourrelet de colle et d'empêcher le glissement, aussi faible soit-il, du piston lors du collage. C'est pourquoi, une autre manière de procéder a été mise en place au début de la thèse; au départ, des essais seront faits avec des substrats ayant les mêmes tailles que les pistons.

## Essais de minimisation des erreurs de mesure

Dans un cadre général, lorsqu'il est nécessaire de réaliser des mesures sur des phénomènes ou un très grand nombre de paramètres est capable d'introduire des erreurs, l'étude la plus adaptée devient statistique. Dans ces études, la notion d'erreur est toujours prise en compte ; il existe des erreurs systématiques et des erreurs statistiques ou accidentelles dues à un très grand nombre de causes séparées ; ces erreurs sont traitées en moyenne à l'aide des probabilités. Une des propriétés prise en compte dans la très grande majorité des cas est la suivante : la densité de répartition de la probabilité de l'erreur accidentelle est une fonction décroissante, autrement dit, les erreurs les plus grandes en valeurs absolues sont les moins probables.

Le but de l'étude qui suit est d'essayer de minimiser, dans la limite des moyens disponibles, les sources d'erreurs. Tout d'abord, l'existence d'un bourrelet de colle et la non maîtrise de sa taille constitue une première source d'erreurs. Ensuite, le principe de fonctionnement de la machine de traction miniaturisée précédente à l'aide de laquelle les premiers essais ont été réalisés est basé sur un arrachement brutal des couches. En effet, pour procéder à l'essai de traction, de l'air comprimé (~7bar) est envoyé brusquement sous les valves (Figure Annexe II.4.1) et il devient ainsi très difficile d'avoir une maîtrise sur la vitesse de traction. De plus, il était impossible de connaître l'allure de la déformation lors des essais de traction pour savoir si des anomalies ont pu avoir lieu ; la couche mince et la colle sont tous deux des polymères avec des propriétés mécaniques équivalentes et il est légitime de penser que la déformation de la couche mince ne soit pas négligeable devant celle de la colle. Enfin, la calibration et les faibles valeurs de forces indiquées par cette machine miniaturisée ont été mis en doute.

C'est pourquoi, de nouveaux montages ont été mis au point et adaptés pour être intégrés dans une machine de traction ou il devenait possible de contrôler la vitesse de traction et de suivre la déformation. Les différentes pièces mécaniques ont été réalisées par mes soins, quelquefois aidé, grâce aux machines (tour, fraiseuse, perceuse) existant à l'ENSSAT.

### Configuration n°1

Il était nécessaire en premier lieu d'éliminer le bourrelet de colle apparaissant autour du piston. Pour cela, le montage de la Figure Annexe II.4.3 a été réalisé. Les substrats de verre sont des carrés de 10x10mm<sup>2</sup> et les pistons ont été usinés de manière à avoir la même surface à la base que les substrats de verre.

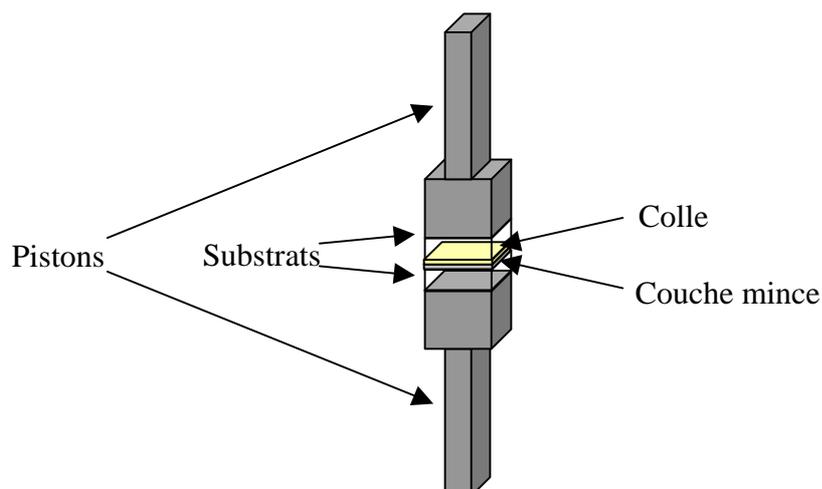


Figure Annexe II.4.3 : Schéma du montage correspondant à la configuration n°1.

Pour commencer, seul un substrat de verre est utilisé. Le piston est alors collé directement sur le polymère.

Par cette méthode, une fois le collage et le séchage de la colle effectués, la colle en excès sur les bords est grattée à l'aide d'un scalpel tout en évitant d'appuyer fortement sur l'ensemble.

La première série de cinq essais de tractions a eu lieu à l'IUT de Lannion (machine de traction : Adamel-l'Homargy, type DY 22 de 1986), les résultats sont compris entre 7,2MPa à 16,2MPa. Ces valeurs sont très dispersées. Ceci peut être expliqué par la cassure des substrats de verre lors de tous les essais de traction. Les couches minces ne s'arrachaient pas ou très peu. Une des raisons est que la colle débordant sur les côtés devait maintenir solidaire le piston et le substrat de verre et ce malgré le grattage de la colle.

Par ailleurs, lorsque ces premiers essais de traction avaient été réalisés, l'étude de l'homogénéité des dépôts en fonction de la vitesse de la tournette n'était pas encore effectuée. De ce fait, sur les couches de polymères déposées, des effets de bord apparaissaient ne permettant pas une homogénéité de collage sur toute la surface.

Afin de palier à ceci dans un premier temps, le polymère n'est plus déposé sur de petits substrats séparément mais sur un quadrillage de substrats de 5x5 carrées de 10 mm de côté chacun. Ces différents petits substrats sont maintenus les uns à côté des autres à l'aide d'un ruban adhésif double face.

Les mesures effectuées sur ces différents substrats sont résumées sur la Figure Annexe II.4.4. Ces mesures ont eu lieu avec le PMMA.

7,7	5,5	7,5	5,7	5,2	6,5	5,3	7,4	6,9	6,8
5	5,5	7,4	7	9,8	5,9	7,5	7,2	6,6	5,4
6,9	5	7,2	8	5,4	5,7	7,0	7,3	7,0	5,8
6,8	8	7	5,5	5,6	-	-	-	-	-
6,2	7,8	7,3	7,1	5,4	-	-	-	-	-
4,7	6,8	7,4	7,2	5,2	-	-	-	-	-
5,7	7,1	7,3	6,8	6,1	-	-	-	-	-
5,6	6,8	7,3	7	5,9	-	-	-	-	-
5,7	7,1	7,2	7,3	5,4	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Figure Annexe II.4.4 : Mesure d'épaisseur effectués sur les différents substrats carrés (10x10mm<sup>2</sup>). A droite : représentation des zones mesurées. A gauche : moyenne des épaisseurs pour chaque carré de verre.

Seuls les neuf échantillons verts seront gardés pour les essais de traction.

Il est à noter que lorsqu'il s'agit de mise au point, le PMMA est utilisé car disponible en grande quantité. Cependant, cette étude de traction avait eu lieu au début de cette thèse et concernait principalement le PVCi car ce dernier est utilisé comme guide d'onde lors d'une étude dans une thèse antérieure et le problème de l'adhérence lui étant lié n'était pas résolu. Les premières mesures ont donc été effectuées sur le PVCi.

Lors des essais de traction, sur les neuf échantillons, seulement trois n'ont pas eu leur substrat de verre cassé. L'un avec une valeur très faible et inférieure à 1MPa ; ceci est dû au mauvais positionnement des pistons l'un par rapport à l'autre. Les deux autres essais ont deux valeurs très différentes ; 8MPa et 15MPa. Vraisemblablement, 8MPa est la valeur qui se rapprocherai le mieux de la valeur d'adhérence du PVCi/verre car le polymère s'est décollé quasi entièrement. Pour l'échantillon à 15MPa, seule la moitié du polymère s'est décollée se rapprochant des cas où le verre a cassé et pouvant être expliqué par le collage du substrat de verre sur le piston opposé.

Par la suite, pour éviter que le piston soit collé directement sur le polymère, un autre substrat de verre est collé entre le polymère et le piston. Une série de 9 échantillons de 10x10mm a été caractérisée et les résultats sont résumés dans le Tableau Annexe II.4.1.

Pistons	F (daN)	R <sub>R</sub> (MPa)	Remarques
1	1,3	0,1	Autant de PVCi des 2 côtés
2	73,9	7,4	95% du PVCi décollé du verre
3	72,6	7,3	Le verre a cassé. Du PVCi est resté sur le verre
4	54,2	5,4	PVCi complètement décollé du verre
5	16,9	1,7	PVCi complètement décollé du verre
6	23,0	2,3	Le verre s'est décollé du piston
7	43,4	4,3	Le verre s'est décollé du piston
8	93,0	9,3	Le verre a cassé (1/4) sur le reste 90% du PVCi s'est décollé du verre
9	62,4	6,2	Le verre a cassé
10	96,1	9,6	80% du PVCi s'est décollé du verre

*Tableau Annexe II.4.1 : Récapitulatifs des résultats des essais d'adhérence du PVCi sur verre avec la nouvelle configuration n°1.*

Une fois de plus, les résultats sont disparates et sont compris entre 2 et 12MPa. Pour 3 valeurs supérieures à 7MPa, le verre a cassé. Pour deux autres, le polymère s'est décollé au minimum à 80% du verre.

Par ailleurs, par deux fois le verre s'est décollé du piston (pistons 6 et 7) avec des valeurs relativement différentes. Les deux pistons restant présentent des valeurs assez basses et très différentes.

Notons que le premier piston concerne un échantillon PVCi collé simplement par augmentation de la température au-delà de la température de transition vitreuse (95 °C, 10 min). Pour ce dernier, le PVCi s'est retrouvé en proportion égale sur les deux substrats de verre qui d'ailleurs ont cassé malgré la faible valeur obtenue.

Le mauvais alignement entre les pistons inférieur et supérieur a provoqué la cassure du verre sur certains échantillons. Pour les autres, cette cassure est provoquée par le débordement de la colle créant un pont entre les bords des substrats de verre.

Afin d'éviter ce débordement de colle, un nouveau montage a été réalisé. Par ailleurs, il est important de noter que jusqu'à présent les couches de polymères étaient inhomogène en épaisseur car l'étude sur ces dépôts n'était pas encore réalisée.

Pour les essais de tractions suivants, l'effet de bord dû au dépôt du polymère est quasiment inexistant et les couches déposées sont homogènes en épaisseur.

### Configuration n°2

Dans cette configuration, le polymère est toujours déposé sur un substrat de verre mais de dimension plus grandes ( $15 \times 15 \text{mm}^2$ ). De la même manière qu'auparavant, un recuit de séchage est opéré. Puis, une goutte de colle est déposée sur le polymère et un autre substrat de verre ( $15 \times 15 \text{mm}^2$ ) est placé dessus; le tout étant aligné à l'aide d'un montage d'alignement (Figure Annexe II.4.5 a).

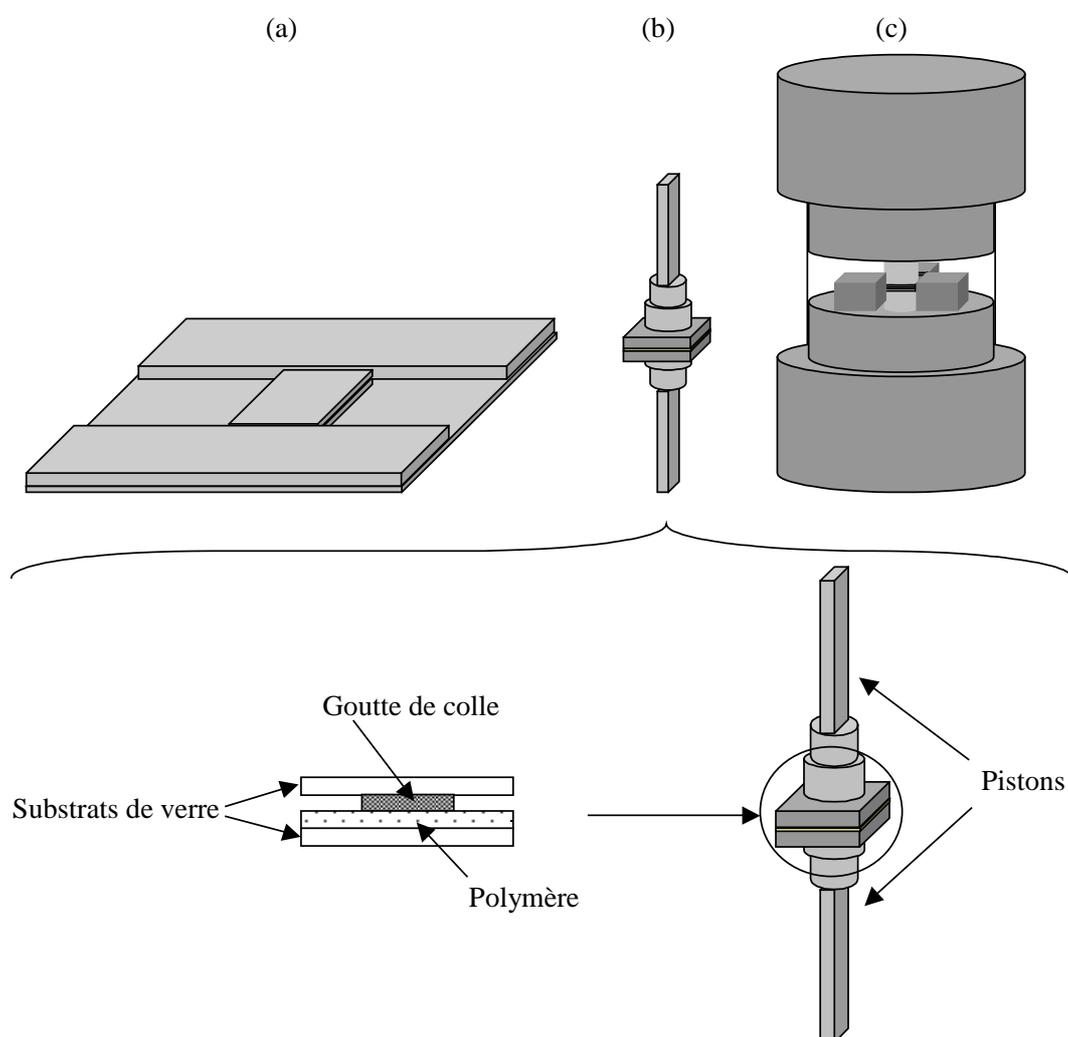


Figure Annexe II.4.5 : Schéma du montage utilisé pour les essais d'adhérence (configuration n°2).

La goutte de colle doit être la plus centrée possible par rapport au substrat et la quantité de colle ne doit pas être très élevée pour ne pas déborder du substrat et pour éviter d'avoir des forces de tractions suffisamment élevées qui briserait le substrat de verre avant le décollement du polymère. Une fois la colle séchée, la surface est mesurée à l'aide d'une binoculaire et un système de graduation en

millimètre. Les surfaces mesurées sont comprises entre  $15 \text{ et } 30 \text{ mm}^2 \pm 1 \text{ mm}^2$ . Ensuite, les pistons sont collés sur les substrats de verre (Figure Annexe II.4.5b) et maintenus alignés à l'aide d'un dispositif d'alignement (Figure Annexe II.4.5c).

Par ailleurs, la colle subit désormais un recuit à  $50^\circ\text{C}$  pendant 1h30minutes ; après plusieurs essais, ces conditions de recuit de la colle semblent suffisantes.

Une autre amélioration a été aussi apportée au montage de traction ; s'apercevant que certains échantillons s'arrachaient au moment de leur encastrement dans les mors de la machine de traction, il était nécessaire de concevoir un montage plus souple permettant de garder hors pression l'ensemble (piston+substrat) avant le début de l'essai de traction. Pour cela, le montage de la Figure Annexe II.4.6 a été imaginé.

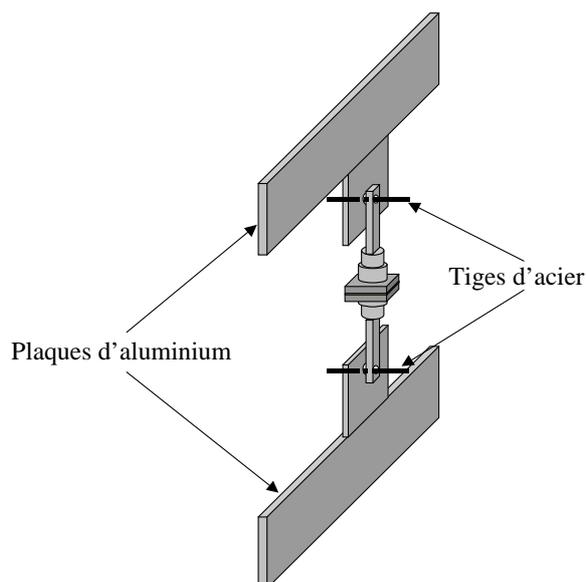


Figure Annexe II.4.6 : Schéma des accessoires de maintien de l'échantillon à la machine de traction.

Le montage permet de positionner au mieux les plaques d'aluminium dans les mors, puis les pistons sont accrochés à ces plaques à l'aide de tiges d'acier laissant la possibilité aux pistons de se positionner d'une manière verticale sans précontrainte.

Par ailleurs, étant donné que le polymère qui intéresse cette étude est le PMMA ; c'est en priorité sur ce dernier que les essais de traction auront lieu désormais. Cependant, dans certains cas et ce afin d'optimiser le montage de traction le PVCi est aussi utilisé.

Les résultats obtenus à l'aide de ce montage avec le PMMA sont résumés dans le Tableau Annexe II.4.2. Les couches de PMMA ont en moyenne  $2,5 \mu\text{m}$  d'épaisseur.

Echantillons n°	Contraintes (MPa)
1	5,8
2	5,9
3	5,7
4	6,2
5	4,1

Tableau Annexe II.4.2 : Contraintes obtenues sur les échantillons de PMMA avec la nouvelle configuration n°2.

Ces contraintes avec une valeur moyenne d'environ 5,5MPa et un écart type de 0,8MPa semblent donner des résultats plutôt dispersés. Cependant, avec l'élimination de la dernière valeur qui semble aberrante comparée aux quatre autres, la moyenne des contraintes est d'environ 5,9MPa avec un écart type d'environ 0,2MPa. Cette dernière valeur devient alors acceptable.

A ce stade, certains paramètres comme le bourrelet de colle, quelques aléas dus au montage de traction ont été minimisés permettant une plus grande reproductibilité dans les mesures.

Cependant, les essais de tractions réalisés sur le PMMA révèlent la dé-cohésion de l'interface colle/PMMA et non PMMA substrat. Au vu de ces observations, il est possible de dire que l'adhérence du PMMA sur le verre est assez élevée et que la contrainte de dé-cohésion associée doit être sans doute supérieure à 5,5MPa. Ces derniers essais ont aussi révélé la limite d'adhérence de la colle sur le PMMA.

La reproductibilité des essais est meilleure que dans les essais réalisés antérieurement. Dorénavant, il n'est plus possible d'envisager l'estimation de l'adhérence PMMA sur verre car la limite d'adhérence de la colle utilisée sur le PMMA semble atteinte. Néanmoins, plusieurs essais rapides et pour certains d'une manière qualitative ont été réalisés afin d'optimiser au mieux ces essais de traction ; la raison de la non réalisation d'un grand nombre d'échantillon est le manque de temps ; un temps consacré à étudier d'autres aspects de la technologie de réalisation des fonctions optiques. En effet, après l'optimisation de diverses paramètres ; filtration des solutions, homogénéisation des dépôts, recuits et abaissement des épaisseurs des couches, l'adhérence des polymères sur différents substrats (silicium, verre) ne semble plus être un paramètre critique.

Concernant l'épaisseur des couches, il a été démontré par ailleurs, [142] que la force normale nécessaire à l'arrachement est inversement proportionnelle à la racine carrée de l'épaisseur de la couche selon :

$$P_c = \pi a^2 \left( \frac{2\omega_a K}{t} \right)^{1/2}$$

Annexe II.4. 1

Où :  $P_c$  est la force d'arrachement,  
 $t$  l'épaisseur de la couche,  
 $\omega_a$  le travail d'adhésion entre la colle et la couche supérieure,  
 $a$  le rayon de contact ou rayon de la goutte de colle  
et  $K$  le module de compressibilité de la couche déposée.

### Derniers essais réalisés

Afin de repousser la limite de l'adhérence de la colle, une couche d'aluminium (~30nm) est déposée sur le PMMA avant le collage. En effet, la colle époxy utilisée est connue pour avoir un très bon collage sur l'aluminium. Les essais de traction ont été effectués sur deux échantillons et les valeurs sont 10,8MPa et 8,4MPa : moyennes 9,6MPa. Cette fois, la rupture a eu lieu à l'interface Aluminium/PMMA indiquant que l'adhérence du PMMA sur le verre est probablement supérieure à 9MPa.

Les autres solutions envisagées en fonctions des problèmes rencontrés sont résumées dans le Tableau Annexe II.4.3.

Problèmes	Solutions envisagées	Résultats
Arrachement de l'interface Aluminium/PMMA et non polymère/substrat	Utilisation du PVCi qui est moins adhérent que le PMMA (sans couche d'aluminium)	Rupture cohésive du PVCi (moyenne des contraintes de 5 MPa)
Rupture cohésive du PVCi	Utilisation du PVCi (avec couche d'aluminium)	Rupture cohésive du PVCi (moyenne des contraintes de 5 MPa)
Rupture cohésive du PVCi	Changement de système pour supprimer le cisaillement (Figure Annexe II.4.7). Utilisation du PVCi (sans couche d'aluminium)	90% de rupture cohésive du PVCi 10% d'arrachement de l'interface polymère/substrat (essais qualitatifs pour voir l'interface venant à rupture)

Tableau Annexe II.4.3 : Récapitulatif des derniers essais effectués avec la nouvelle configuration n°2.

### Dernière configuration mise en place (n°3)

Dans le système prévu précédemment, deux caractéristiques sont mesurées simultanément : l'adhérence de la couche mais aussi le cisaillement. Afin d'éliminer les effets dus au cisaillement le système de la Figure Annexe II.4.7 a été envisagé.

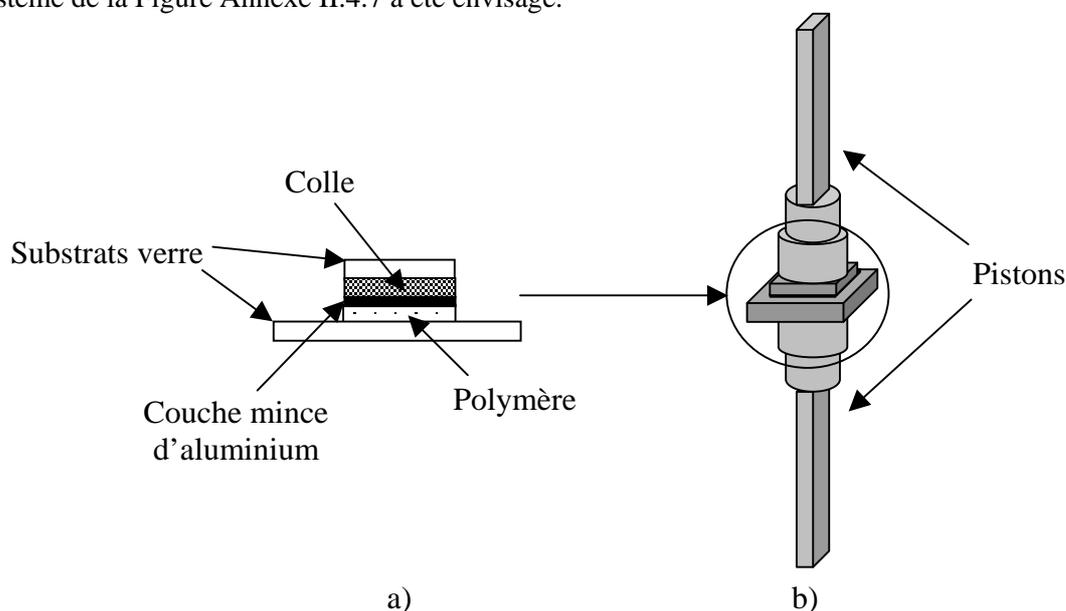


Figure Annexe II.4.7 : Schéma du montage en configuration n°3.

Le protocole de conception des échantillons est identique au montage précédent sauf que le deuxième substrat de verre déposé est de taille plus petite ( $10 \times 10 \text{ mm}^2$ ). Ceci permet par la suite de gratter à l'aide d'un scalpel le polymère et la colle à l'extérieur de cette surface de  $100 \text{ mm}^2$ . Ensuite, les pistons sont assemblés sans différence avec la méthode précédente.

Le temps manquant, les essais effectués avec ce montage sont seulement qualitatifs (traction réalisées avec les mains) afin d'observer la couche qui cède en premier ; un résumé est donné en Tableau Annexe II.4.4.

Problème à résoudre	Amélioration	Résultat
90% de rupture cohésive du PVCi	Augmentation de l'épaisseur du PVCi car l'adhérence diminue lorsque l'épaisseur augmente (avec couche d'aluminium)	75% de rupture cohésive du PVCi 25% d'arrachement de l'interface polymère/substrat (essai qualitatif)
75% de rupture cohésive du PVCi	Utilisation du PMMA en couche plus épaisse (avec couche d'Aluminium)	L'aluminium adhère peu sur le PMMA (essai qualitatif)
L'aluminium adhère peu sur le PMMA	Utilisation d'une couche de Silice à la place de l'aluminium	La Silice adhère peu sur le PMMA (essai qualitatif)

Tableau Annexe II.4.4 : Récapitulatif des essais effectués avec la nouvelle configuration n°3.

## Conclusion

Au départ, tous les dépôts de polymères effectués sur silicium ou sur verre montraient des problèmes de décollement après clivage ou sciage. Les endroits plus clairs en bas de la photos de la Figure Annexe II.4.8, représente un décollement pouvant aller jusqu'à 2mm par endroit.

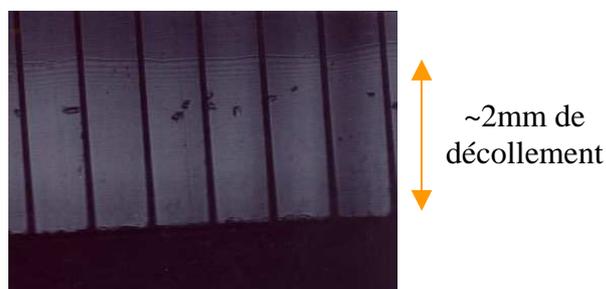


Figure Annexe II.4.8 : Photo au microscope optique représentant le décollement des guides PMMA en bord d'échantillon.

Suite aux différentes optimisations réalisées pendant la réalisation des fonctions optiques, ces problèmes d'adhérence ont disparus.

Malgré cela, les essais de traction commencés au départ pour quantifier l'adhérence en fonction de divers traitements de la surface des substrats, ont été continués jusqu'à aboutir à des montages permettant d'éliminer quelques aberrations menant à des erreurs systématiques.

A ce stade de l'étude, les erreurs entrant en jeu semblent n'être qu'accidentelles (dépôts des couches, préparation de l'échantillon par un opérateur humain, installation de l'échantillon dans la machine de traction,...). Afin d'estimer ces erreurs, une étude statistique est adaptée. Cette dernière réalisée sur un nombre suffisant d'échantillons permettra de connaître les essais aberrants et d'estimer plus précisément les contraintes.

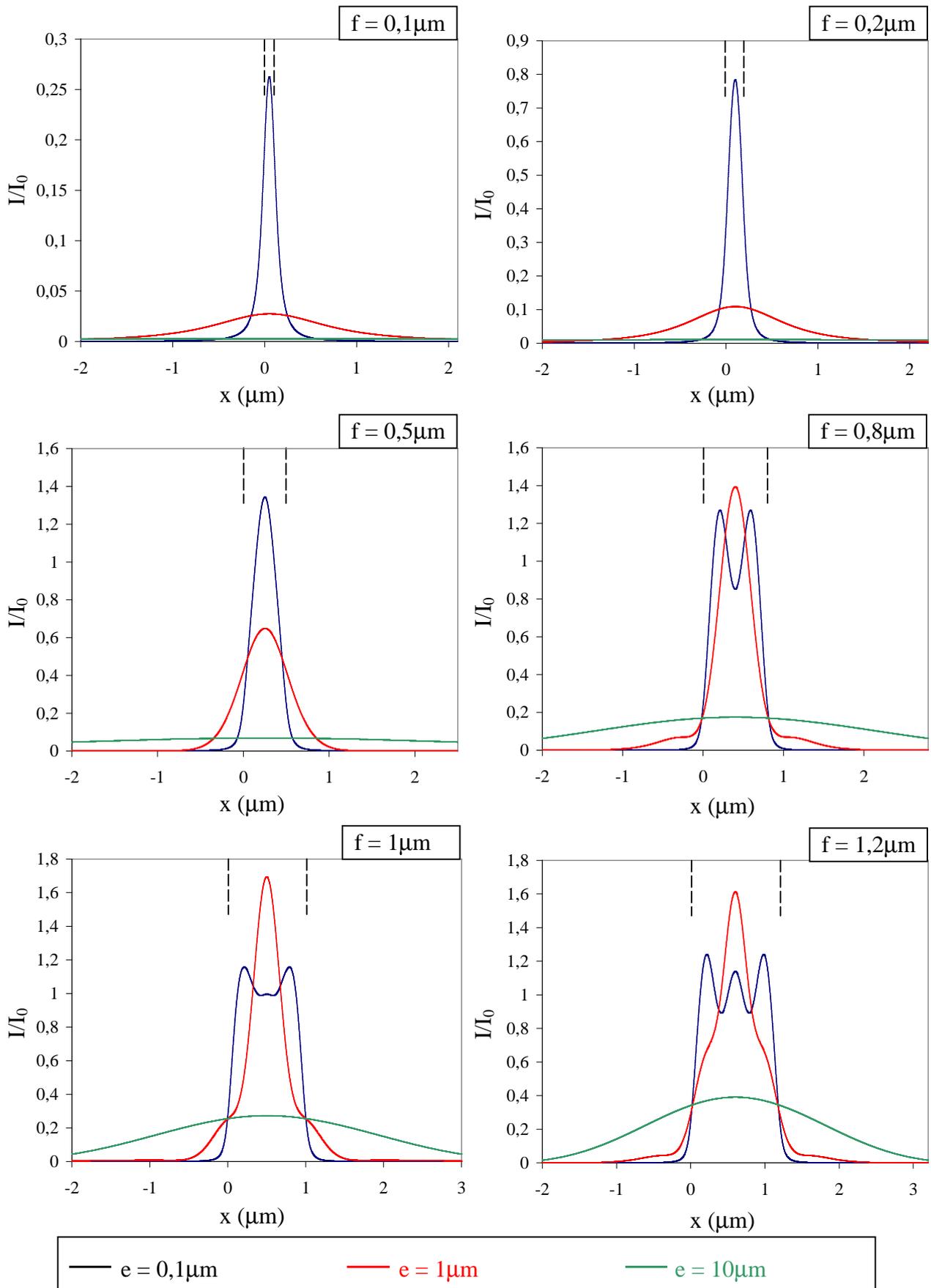
Pour finir, la limite d'adhérence de la colle sur les couches de polymères semble atteinte. La recherche d'une nouvelle colle plus adhérente est alors conseillée pour la suite.

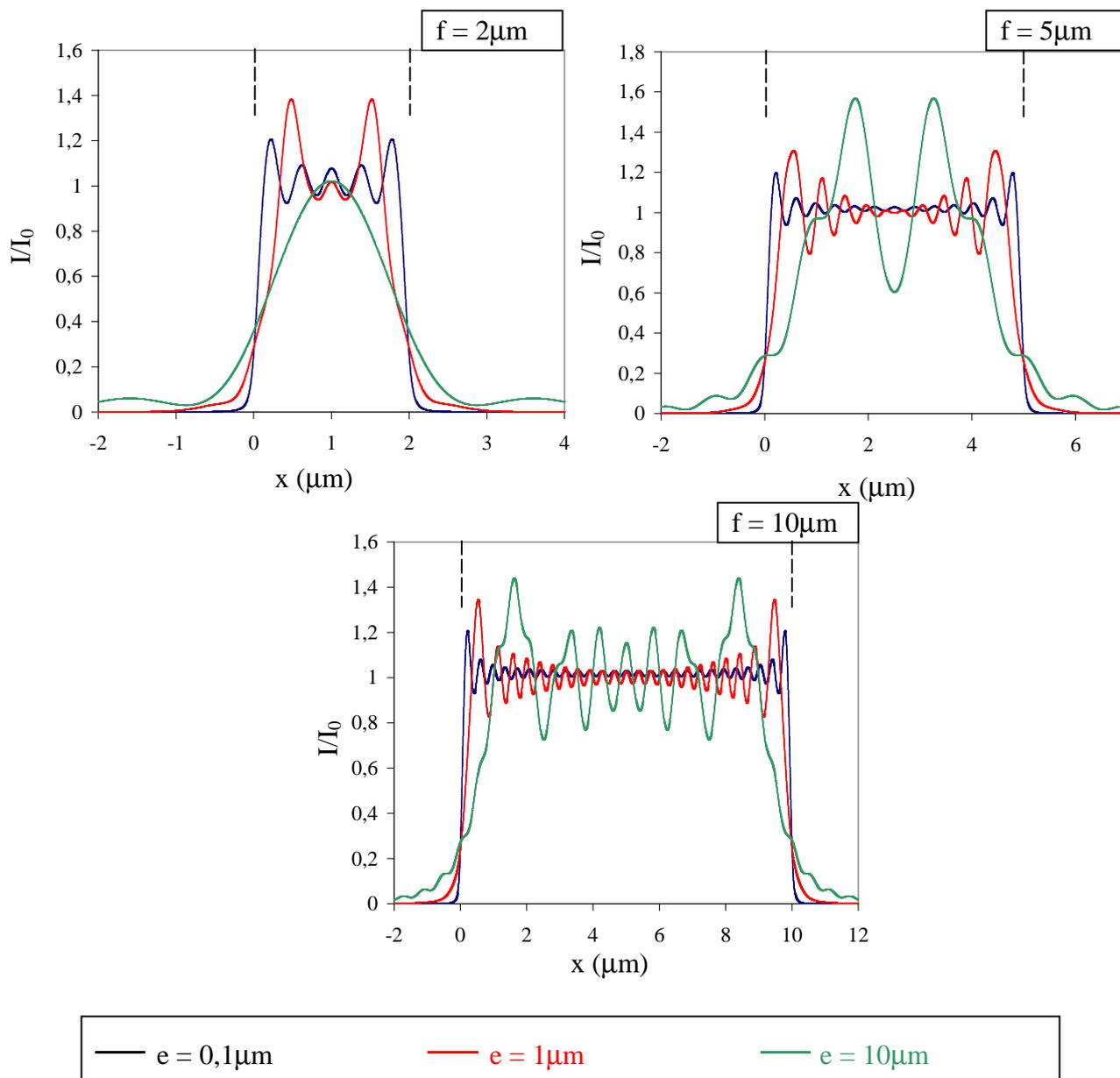
Malgré cela, il est possible d'affirmer que l'adhérence du PMMA sur verre semble être suffisamment élevée pour ne plus avoir les phénomènes de décollement constatés au départ de l'étude ; cette remarque est aussi valable pour tous les polymères utilisés.

Par la dernière configuration présentée, il serait important par la suite de réaliser des essais de traction avec la colle seule. Ceci permet d'avoir une première idée sur l'adhérence de la colle sur le verre qui doit être en principe supérieure aux valeurs trouvées précédemment à savoir environ 10MPa.

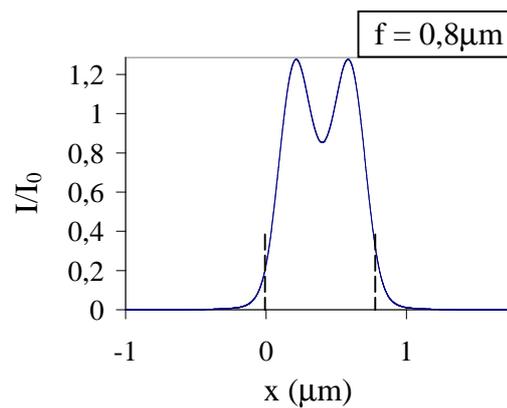
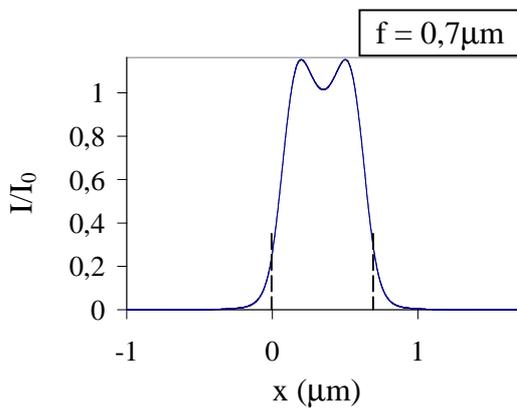
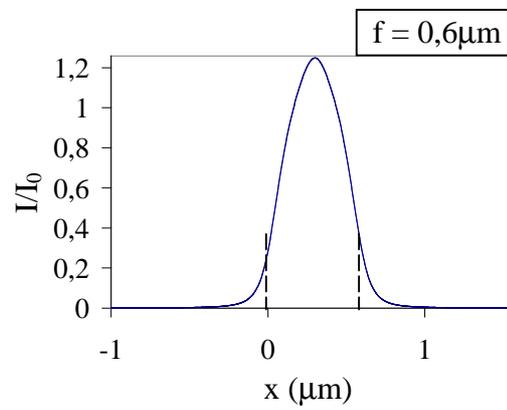
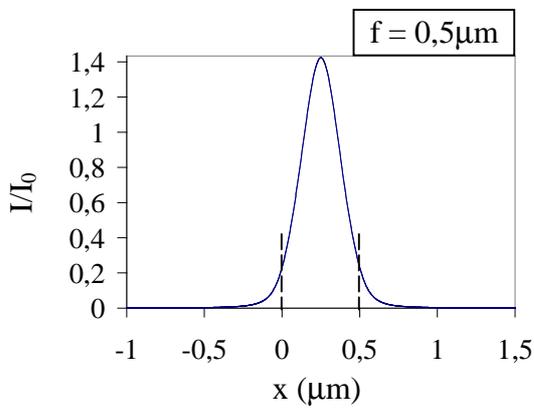
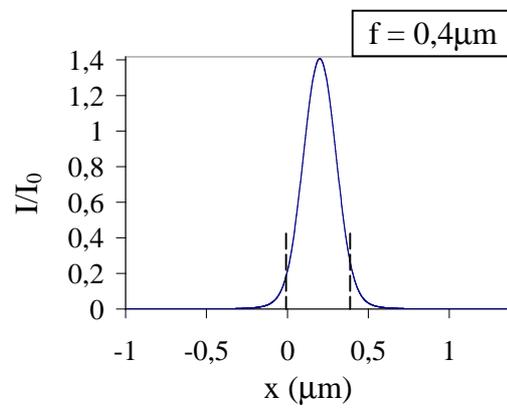
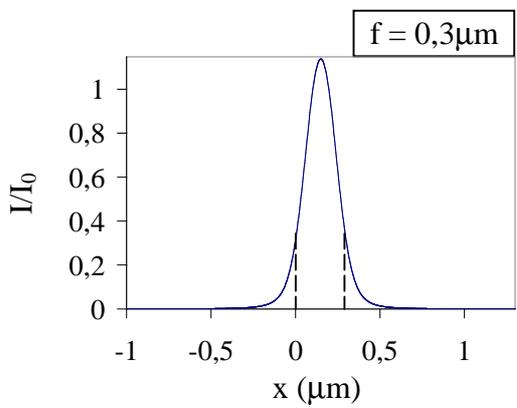
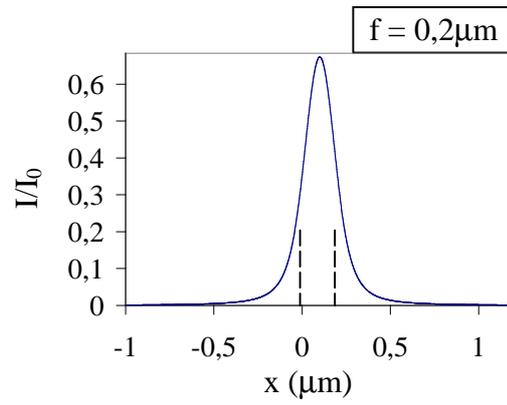
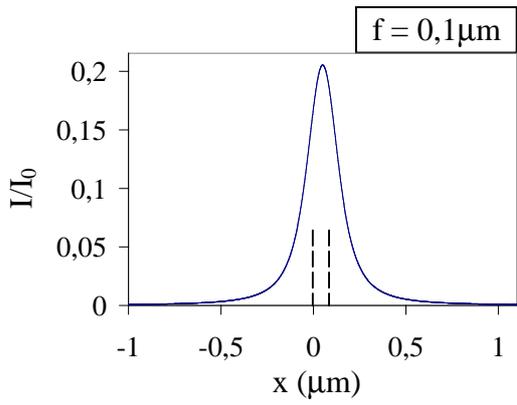
Notons aussi que les données concernant l'adhérence (ou la force de décohesion) de la colle époxy sur les matériaux utilisés ici n'ont pas été trouvées dans la littérature. Une autre donnée est généralement avancée et concerne la contrainte de cisaillement de la colle. La valeur de cette dernière est comprise généralement entre 3MPa à 10MPa pour les polymères et est supérieure à 20MPa pour des matériaux comme l'aluminium.

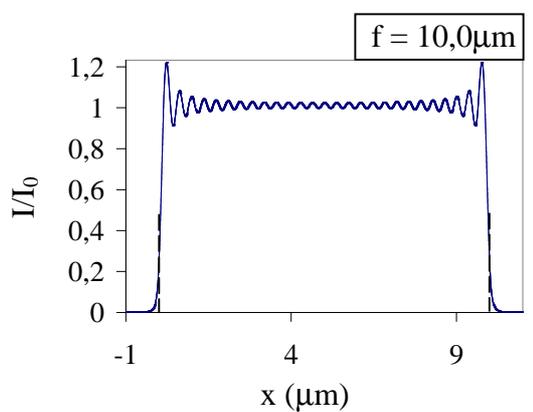
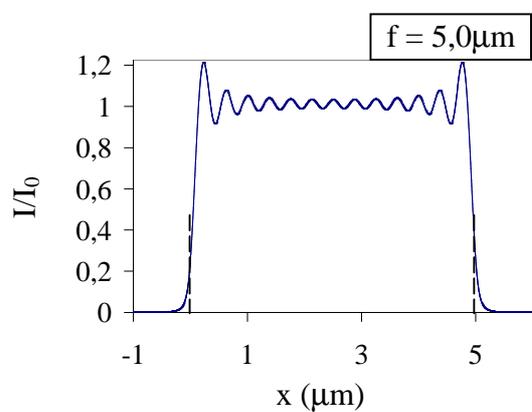
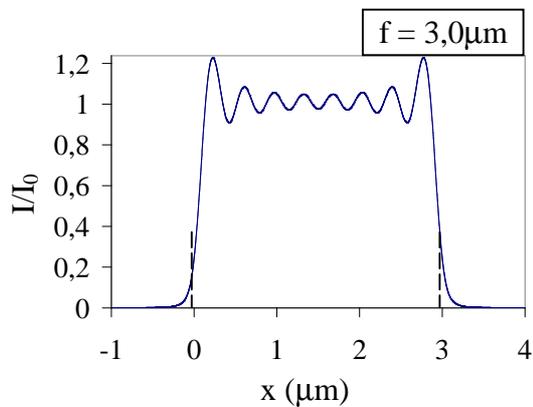
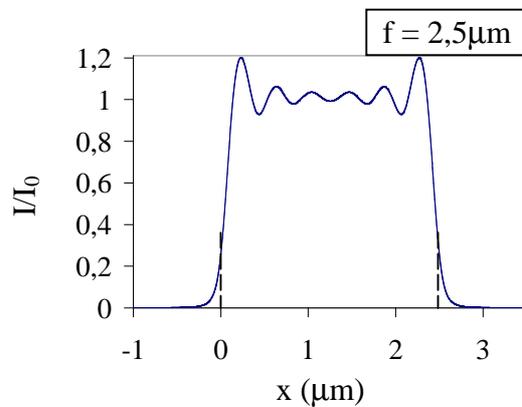
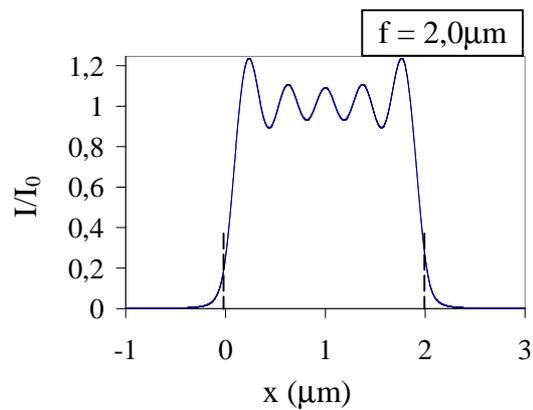
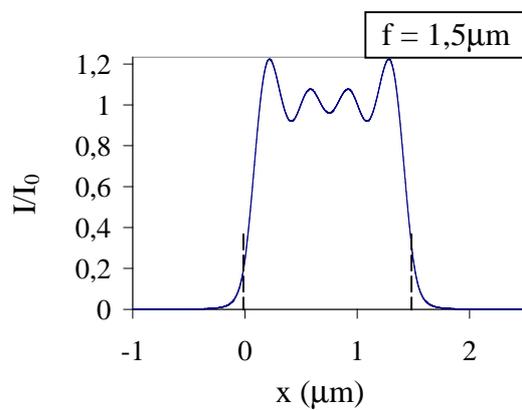
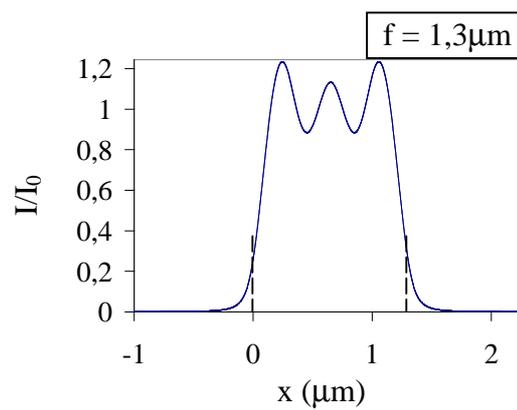
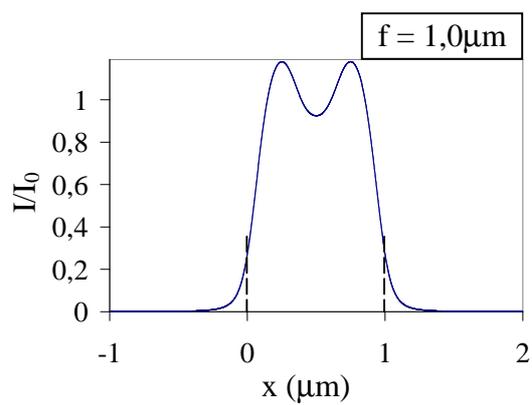
Annexe II.5 : Evolution de la diffraction en fonction de la largeur de la fente et de la distance e du plan d'observation par rapport aux fentes (=épaisseurs de la résine).





Annexe II.6 : Evolution de la diffraction en fonction de la largeur de la fente et pour un  $\text{gap}=0,13\mu\text{m}$ . Les traits pointillés représentent la taille de la fente.





Annexe II.7 : Outils utilisés pour estimer les écarts entre les points issus du calcul exact et les courbes approchées (Calcul de diffraction).

Trois sortes d'erreurs ont été examinées :

Tout d'abord, la valeur maximale de la différence, MAXDIFF, entre les valeurs exactes et les valeurs approchées pour un a donné.

Par exemple, si l'on prend a=1, pour chaque f donné une différence est réalisée entre la valeur exacte et la valeur approchée. MAXDIFF est alors la valeur maximale de toutes les différences réalisées avec tous les f.

Ensuite, une moyenne MOY est réalisée sur ces différences.

Enfin, la valeur M est estimée tel que l'équation Annexe II.7. 1;

$$M = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_i (V_{i,\text{exacte}} - V_{i,\text{approchée}})^2} \quad \text{Annexe II.7. 1}$$

Les fentes étudiées sont au nombre de 32. 30 fentes de 0,1µm à 3µm par pas de 0,1 et deux fentes de 5µm et de 10µm.

Les valeurs d'erreurs ont été estimées pour des fentes supérieures ou égale 0,3µm d'une part et auxquelles correspondra l'indice 0,3 par la suite dans la présentation des valeurs d'erreurs. D'autre part, le calcul d'erreur a été mené sur des fentes supérieures ou égale 0,4µm et pour lesquelles l'indice 0,4 sera pris en compte.

a	MAXDIFF <sub>0,3</sub>	MAXDIFF <sub>0,4</sub>	MOY <sub>0,3</sub>	MOY <sub>0,4</sub>	M <sub>0,3</sub>	M <sub>0,4</sub>
1	0,014	0,002	0,001	<0,001	0,003	<0,001
1,5	0,003	0,002	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
2	0,001	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
3	0,002	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
4	0,002	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
5	0,002	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
6	0,002	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
7	0,002	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
8	0,001	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
9	0,001	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
10	0,002	0,002	<0,001	<0,001	0,001	0,001

Tableau Annexe II.7.1 : Récapitulatifs des différentes valeurs d'erreurs exposées précédemment.

Au vue de ces résultats, il est possible de conclure sur une très bonne approximation des courbes pour des valeurs de fentes supérieure à 0,3µm. Cette approximation devient acceptable pour la fente f=0,3µm si l'on ne prend pas en compte le cas a=1.

### Annexe III.1 : Quelques éléments de l'approximation de Marcatili

L'approximation de Marcatili [138] utilisée pour représenter les relations de dispersion est basée sur ce qui suit :

$$\left( \frac{k_x A_3}{\pi} \right)^2 \ll 1 \quad \text{Annexe III.1. 1}$$

et 
$$\left( \frac{k_y A_2}{\pi} \right)^2 \ll 1 \quad \text{Annexe III.1. 2}$$

dans 
$$\xi_3 = \frac{1}{\left[ \left( \frac{\pi}{A_3} \right)^2 - k_x^2 \right]^{\frac{1}{2}}} \quad \text{et} \quad \eta_4 = \frac{1}{\left[ \left( \frac{\pi}{A_2} \right)^2 - k_y^2 \right]^{\frac{1}{2}}} \quad \text{Annexe III.1. 3}$$

avec  $A_{2,3,4,5} = \frac{\lambda}{2(n_1^2 - n_{2,3,4,5}^2)^{\frac{1}{2}}}$  et  $k_x = \frac{2\pi}{\lambda} n_x$  ( $\lambda$  longueur d'onde et  $n_{1,2,3,4,5}$  les indices de réfractifs des différentes zones représentés en Figure Annexe III.1.1)

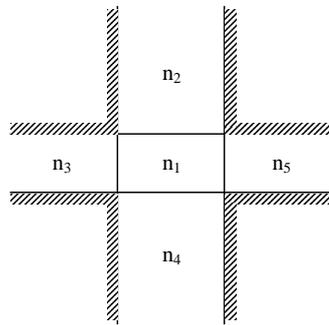


Figure Annexe III.1.1 : Représentation des différentes zones pour un guide d'onde pour l'utilisation de la méthode de Marcatili.

Ces différents termes font partie des équations transcendantes dont les solutions donnent les constantes de propagations transverses.

$$k_x a = p\pi - \tan^{-1} k_x \xi_3 - \tan^{-1} k_x \xi_5 \quad \text{Annexe III.1. 4}$$

$$k_y b = q\pi - \tan^{-1} \frac{n_2^2}{n_1^2} k_y \eta_2 - \tan^{-1} \frac{n_4^2}{n_1^2} k_y \eta_4 \quad \text{Annexe III.1. 5}$$

Afin de pouvoir procéder aux simplifications, il faut que la différence d'indice entre le cœur et la gaine soit inférieure à 0,08. Ceci permet alors d'avoir

$$\left( \frac{k_x A_3}{\pi} \right)^2 \ll 0,1 \quad \text{et} \quad \left( \frac{k_y A_2}{\pi} \right)^2 \ll 0,1.$$

Annexe III.2 : Résumé des différents indices de réfraction utilisés dans cette étude.

Dans ce résumé sont concernés le PMMA, le PMMI et le PMATRIFE. Le PVCi avait l'objet d'une étude antérieure concernant sa photosensibilité. Pour cette raison, son indice de réfraction ne figure pas dans le résumé qui suit mais pourra être consulté dans la thèse d'Imane Assaid [71].

Afin d'examiner la biréfringence des matériaux, les deux modes TE (Transverse Electrique) et TM (Transverse Magnétique) ont été mesurés. Seulement par manque de polariseur pour la source extérieure à 1550nm. Le mode TM n'a pu être caractérisé qu'à  $\lambda=632,8\text{nm}$ .

Pour chaque cas, une série de 10 mesures a été effectués sur laquelle une moyenne et un écart type ont pu être calculés. Dans le cas du PMMI, deux séries de dix mesures ont été réalisées afin de confirmer la biréfringence existante dans ce matériau.

$\lambda$ (nm)	PMMA 120°C/15minutes	PMMA 150°C/4heures	PMMI 120°C/15minutes	PMATRIFE 100°C/15minutes
632,8 TE	1,4915 (0,0002)	1,4891 (0,0001)	1,5334 (0,0001) 1,5335 (0,0001)	1,4139 (0,0001)
632,8 TM	1,4917 (0,0001)	1,4892 (0,0001)	1,5327 (0,0001)	1,4141 (0,0001)
1550	1,4833 (0,0002)	1,4808 (0,0002)	1,5222 (0,0002)	1,4085 (0,0002)

Tableau Annexe III.2.1 : Résumé des différents indices de réfraction des matériaux utilisés dans cette étude. Entre parenthèse sont indiqués les écarts types.



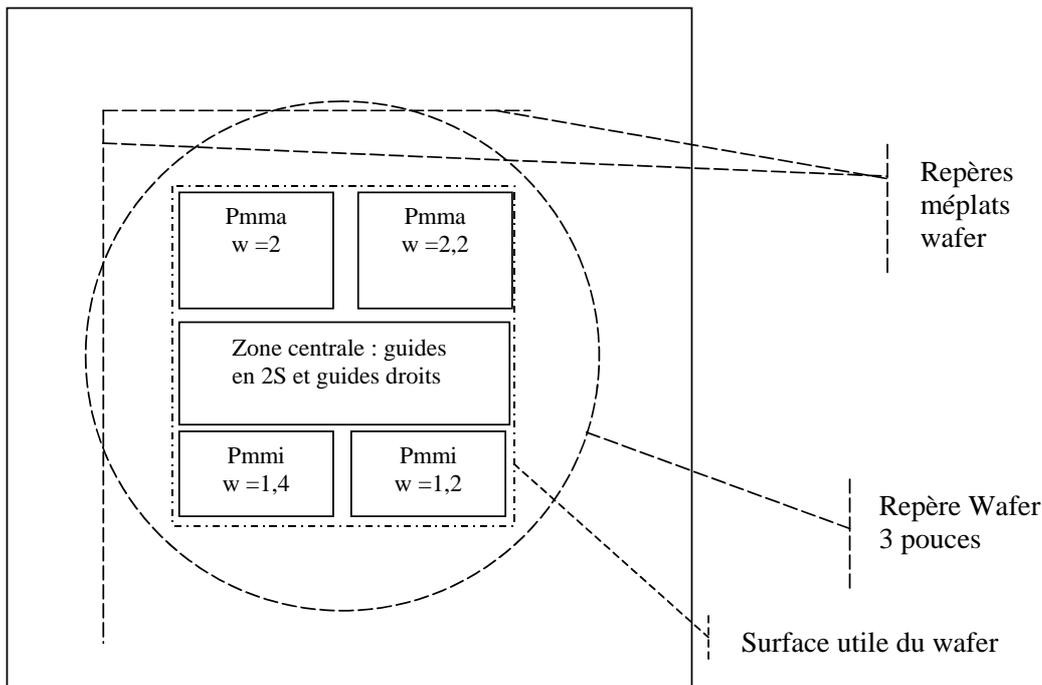


Figure Annexe III.3.2 : Représentation architecturale du masque RING avec ces cinq zones bien distinctes.

## Description des guides et fonctions des différentes zones pour le masque « RING »

### 1. Zone centrale

Surface occupée sur le masque :  $10 \times 50 \text{ mm}^2$

Pour mesure d'atténuation de guides et de diamètre de mode (caractère monomode ou multimode). Cette zone est utilisable quel que soit le couple de polymère utilisé ( $\Delta n$ ). La longueur totale des motifs est de 50 mm de long.

- 4 guides droits de largeur  $2 \mu\text{m}$   $w=2$   $GD=n$  (n de 1 à 4)
- 11 guides courbes de largeur  $2 \mu\text{m}$  et de rayon de courbure variant de 150 à 400  $\mu\text{m}$  par pas de 50  $\mu\text{m}$ . Tout les guides ont la même longueur totale et la même longueur en courbure : 1 mm.  $w=2$ ,  $Rc=150$  à 400
- 4 guides droit de largeur  $2 \mu\text{m}$  :  $w=2$   $GD=n$  (n de 5 à 8)
- 4 guides droit de largeur  $1,4 \mu\text{m}$  :  $w=1.4$   $GD=n$  (n de 1 à 4)
- 11 guides courbes de largeur  $1,4 \mu\text{m}$  et de rayon de courbure variant de 50 à 300  $\mu\text{m}$  par pas de 50  $\mu\text{m}$ . Tout les guides ont la même longueur totale et la même longueur en courbure : 1 cm.  $w=1.4$   $Rc=$  Rc de 50 à 300
- 4 guides droits de largeur  $1,4 \mu\text{m}$   $w=1.4$   $GD=n$  (n de 5 à 8)
- 12 guides droits, largeur w variant de 0.8 à 3  $\mu\text{m}$  par pas de 0.2  $\mu\text{m}$ .  $w=$  (de 0.8 à 3)
- 2 guides droits largeur 10  $\mu\text{m}$  :  $w=10$
- 4 guides droits largeur 2  $\mu\text{m}$  :  $w=2$
- 4 guides droits largeur 2,2  $\mu\text{m}$  :  $w=2.2$
- 4 guides droits largeur 1,4  $\mu\text{m}$  :  $w=1.4$
- 4 guides droits largeur 1,2  $\mu\text{m}$  :  $w=1.2$
- 4 guides droits largeur 4  $\mu\text{m}$  :  $w=4$

### 2. Zone PMMI, w = 1,4 $\mu\text{m}$

Surface occupée sur le masque :  $14,5 \times 22,5 \text{ mm}^2$  dont  $10,5 \times 22,5 \text{ mm}^2$  uniquement résonateurs  
La longueur totale des motifs est de 22,5 mm. La zone se situe en bas à gauche.

- 4 guides droit de largeur  $2,2 \mu\text{m}$   $w=2.2$   $GD=n$  (n de 1 à 4)
- 11 guides courbes de largeur  $2,2 \mu\text{m}$  et de rayon de courbure variant de 150 à 400  $\mu\text{m}$  par pas de 50  $\mu\text{m}$ . Tout les guides ont la même longueur totale et la même longueurs de guide courbe : 1 cm.  $w=2.2$ ,  $Rc=150$  à 400
- 4 guides droit de largeur  $2,2 \mu\text{m}$  :  $w=2.2$   $GD=n$  (n de 5 à 8)
- 4 résonateurs simple anneau :  $w=1.4$   $Rc=90$   $g=0.8$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=1.4$   $Rc=180$   $g=1$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=1.4$   $Rc=270$   $g=1.3$  1Ring
- 2 résonateurs double anneaux : R/2R  $w=1.4$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=180$   $g2=1$  2Ring
- 1 résonateur double anneaux : R/3R  $w=1.4$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=270$   $g2=1.3$  2Ring
- 2 Mux/demux  $8\lambda$  :  $w=1.4$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=180$   $g2=1$  Mux

### 3. Zone PMMI, $w = 1,2 \mu\text{m}$

Surface occupée sur le masque :  $14,5 \times 22,5 \text{ mm}^2$  dont  $11,5 \times 22,5 \text{ mm}^2$  uniquement  $\mu$ résonateurs  
La longueur totale des motifs est de 22,5 mm. La zone se situe en bas à droite.

- 4 guides droit de largeur  $1,2 \mu\text{m}$   $w=1.2$   $GD=n$  (n de 1 à 4)
- 11 guides courbes de largeur  $1,2 \mu\text{m}$  et de rayon de courbure variant de 50 à 300  $\mu\text{m}$  par pas de 50  $\mu\text{m}$ . Tout les guides ont la même longueur totale et la même longueur en courbure : 1 cm.  $w=1.2$ ,  $Rc=50$  à 300
- 4 guides droit de largeur  $1,2 \mu\text{m}$  :  $w=1.2$   $GD=n$  (n de 5 à 8)
- 4 résonateurs simple anneau :  $w=1.2$   $Rc=90$   $g=0.8$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=1.2$   $Rc=180$   $g=1$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=1.2$   $Rc=270$   $g=1.3$  1Ring
- 2 résonateurs double anneaux : R/2R  $w=1.2$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=180$   $g2=1$  2Ring
- 1 résonateur double anneaux : R/3R  $w=1.2$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=270$   $g2=1.3$  2Ring
- 2 Mux/demux  $8\lambda$  :  $w=1.2$   $Rc1=90$   $g1=0.8$   $Rc2=180$   $g2=1$  Mux
- 1 MRRWM 4R/2R/R : 4R= 360 $\mu\text{m}$  + g= 1.4  $\mu\text{m}$ , 2R= 180  $\mu\text{m}$  + g= 1 $\mu\text{m}$ , R = 90  $\mu\text{m}$  + g= 0.8  $\mu\text{m}$

### 4. Zone PMMA, $w = 2 \mu\text{m}$

Surface occupée sur le masque :  $16 \times 22,5 \text{ mm}^2$  uniquement fonctions  $\mu$ résonateurs  
La longueur totale des motifs est de 22,5 mm. La zone se situe en haut à gauche.

- 3 résonateurs simple anneau :  $w=2$   $Rc=170$   $g=1$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=2$   $Rc=340$   $g=1.4$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=2$   $Rc=510$   $g=1.7$  1Ring
- 2 résonateurs double anneaux R/2R  $w=2$   $Rc1=170$   $g1=1$   $Rc2=340$   $g2=1.4$  2Ring
- 2 Mux/demux  $8\lambda$   $w=2$   $Rc1=170$   $g1=1$   $Rc2=340$   $g2=1.4$  Mux

### 5. Zone PMMA, $w = 2,2 \mu\text{m}$

Surface occupée sur le masque :  $16 \times 22,5 \text{ mm}^2$  uniquement fonctions  $\mu$ résonateurs  
La longueur totale des motifs est de 22,5 mm. La zone se situe en haut à droite.

- 3 résonateurs simple anneau :  $w=2.2$   $Rc=170$   $g=1$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=2.2$   $Rc=340$   $g=1.4$  1Ring
- 1 résonateur simple anneau :  $w=2.2$   $Rc=510$   $g=1.7$  1Ring
- 2 résonateurs double anneaux R/2R  $w=2.2$   $Rc1=170$   $g1=1$   $Rc2=340$   $g2=1.4$  2Ring
- 2 Mux/demux  $8\lambda$   $w=2.2$   $Rc1=170$   $g1=1$   $Rc2=340$   $g2=1.4$  Mux

Annexe III.4 : Résumé des différentes valeurs des gaps nécessaires pour des largeurs  $a_{\text{réduit}}$  des guides effilés à l'endroit du couplage avec l'anneau.

$\Delta n$	Rayon de l'anneau ( $\mu\text{m}$ )	$a_{\text{réduit}}$ ( $\mu\text{m}$ )	gap ( $\mu\text{m}$ )
0,08	170	0,6	1,2
		0,7	1,4
		0,8	1,5
		1,0 ; 1,1	1,5
		1,2 ; 1,3	1,4
		1,4	1,3
		1,5 ; 1,6	1,2
		1,7 ; 1,8	1
0,12	90	0,5	0,95
		0,75	1,3
		0,95	1,2
		1,25	1
		1,4	0,9
0,18	40	0,5	0,9
		0,65	1,1
		0,8	0,9
		0,95	0,75
		1,1	0,75

Tableau Annexe III.4.1 : Récapitulatif des différents paramètres de la structure anneau, guide droit avec déconfinement pour avoir un coefficient de couplage de 20 %.

Annexe III.5 : Divers calculs réalisés dans une étude interne au CCLO.

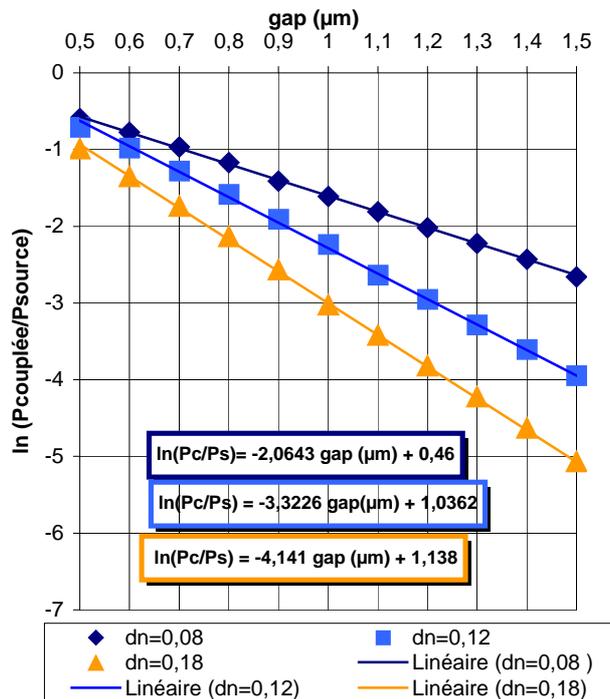


Figure Annexe III.5.1 : Interpolation linéaire des courbes du logarithme népérien de la puissance couplée en fonction du gap.

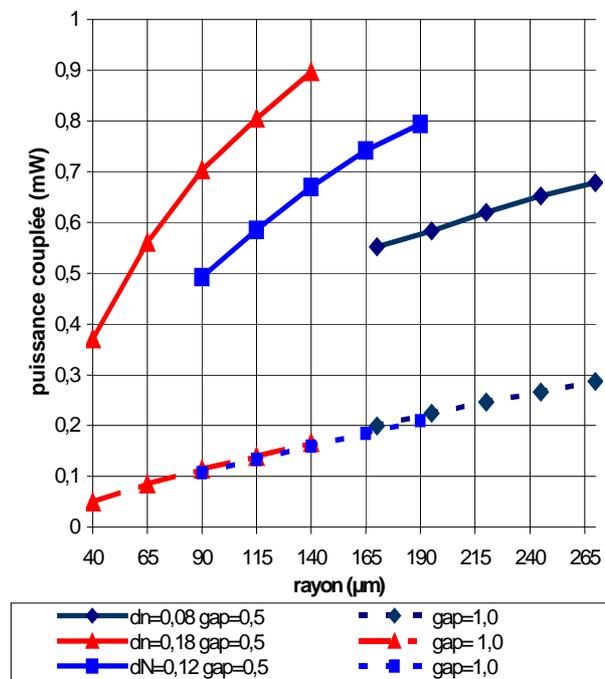
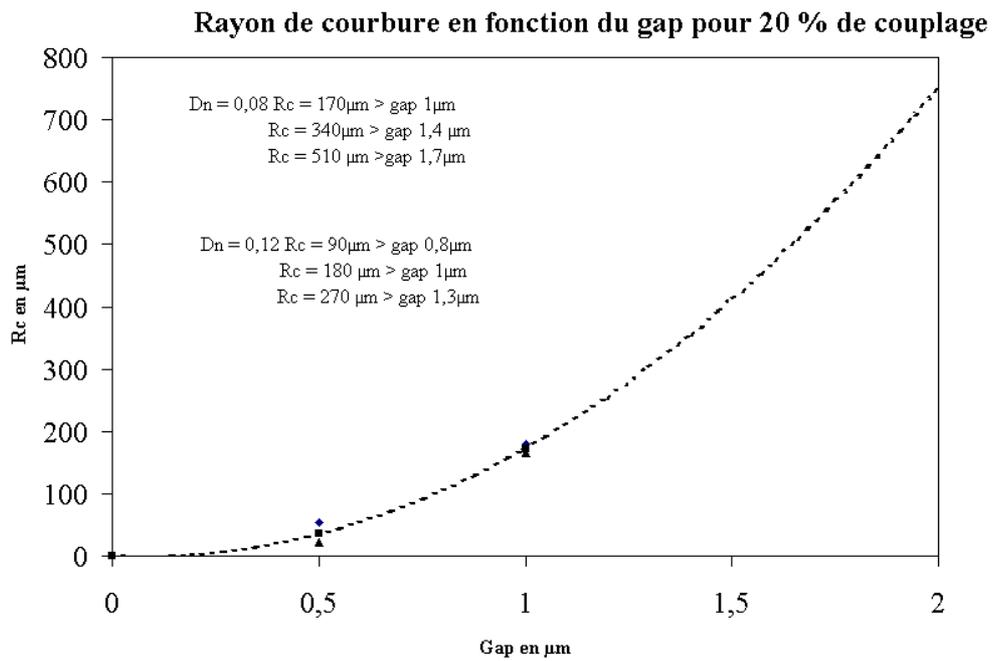
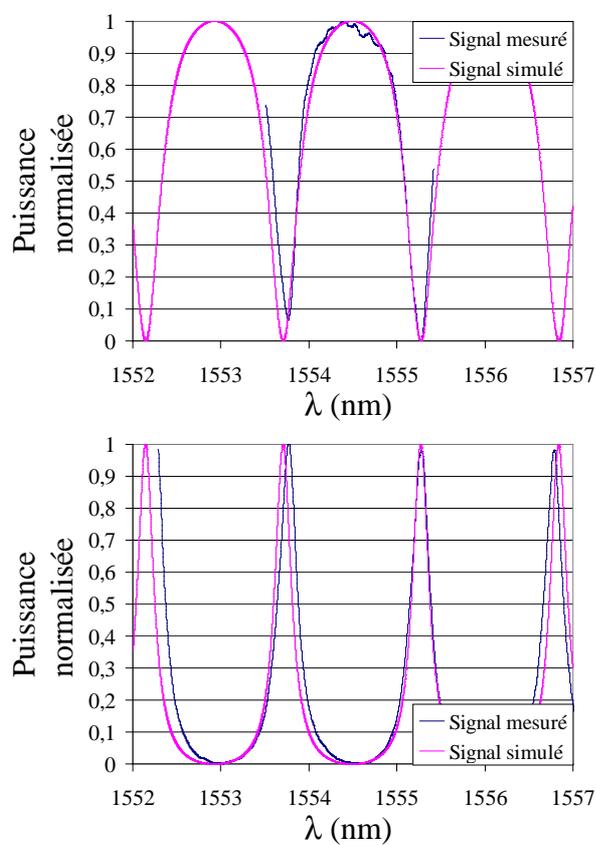


Figure Annexe III.5.2 : Puissance couplée en fonction du rayon de courbure des anneaux pour deux valeurs de gap 0.5 et 1  $\mu\text{m}$  (cas des guides enterrés).



*Figure Annexe III.5.3 : Evolution du rayon de courbure en fonction du gap pour 20% de couplage.*

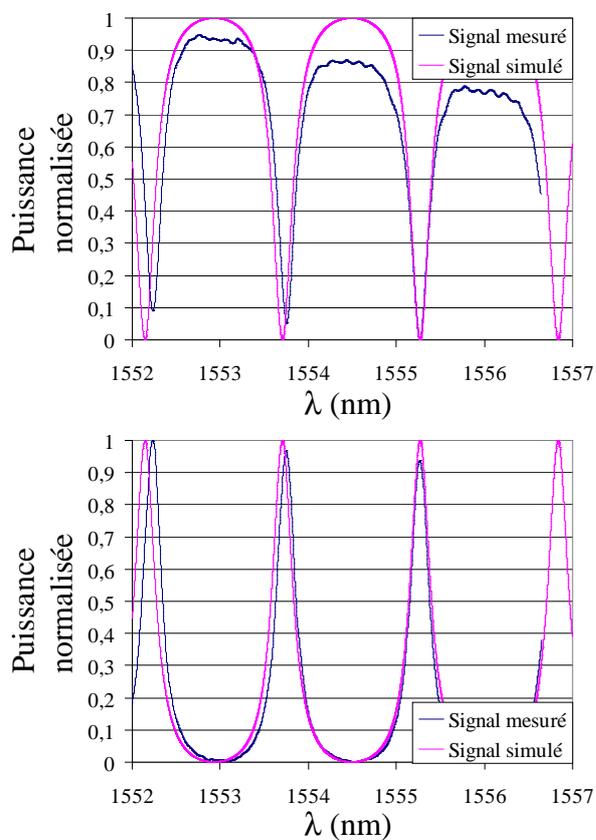
Annexe III.6 : Réponses spectrales normalisées et simulées de différents micro-résonateurs.



PMMA  $w=2,2$   $R=170$   
**OUT**  
 Finesse = 6,0  
 ISL = 1,51nm  
 Taux d'extinction: <-20dB (<1%)  
 Taux de couplage = 42%  
 Facteur de qualité = ~6100

**DROP**  
 Finesse = 6,4  
 ISL = 1,51nm  
 Efficacité d'extraction = 90%  
 Taux de couplage = 40%  
 Facteur de qualité = ~6400

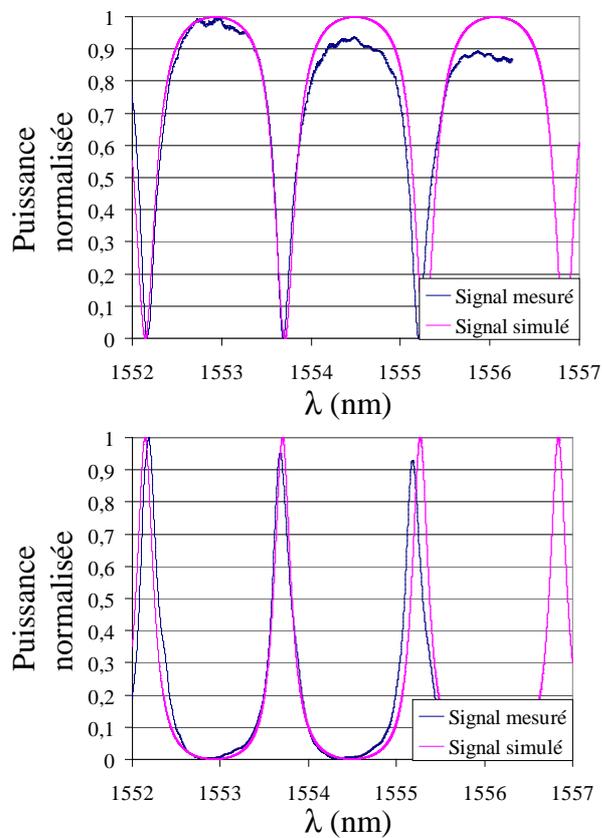
Figure Annexe III.6.1 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE de rayon de courbure  $170\mu\text{m}$ .



PMMA  $w=2,2$   $R=170$   
**OUT**  
 Finesse = 6,4  
 ISL = 1,52nm  
 Taux d'extinction: <-20dB (<1%)  
 Taux de couplage = 40%  
 Facteur de qualité = ~6500

**DROP**  
 Finesse = 6,7  
 ISL = 1,52nm  
 Efficacité d'extraction = 90%  
 Taux de couplage = 38%  
 Facteur de qualité = ~6800

Figure Annexe III.6.2 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE de rayon de courbure  $170\mu\text{m}$ .



PMMA  $w=2,2$   $R=170$   
**OUT**  
 Finesse = 6,7  
 ISL = 1,5  
 Taux d'extinction:  $<-20\text{dB}$  ( $<1\%$ )  
 Taux de couplage = 38%  
 Facteur de qualité =  $\sim 6900$

**DROP**  
 Finesse = 6,9  
 ISL = 1,5  
 Efficacité d'extraction = 90%  
 Taux de couplage = 37%  
 Facteur de qualité =  $\sim 7100$

Figure Annexe III.6.3 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE de rayon de courbure  $170\mu\text{m}$ .

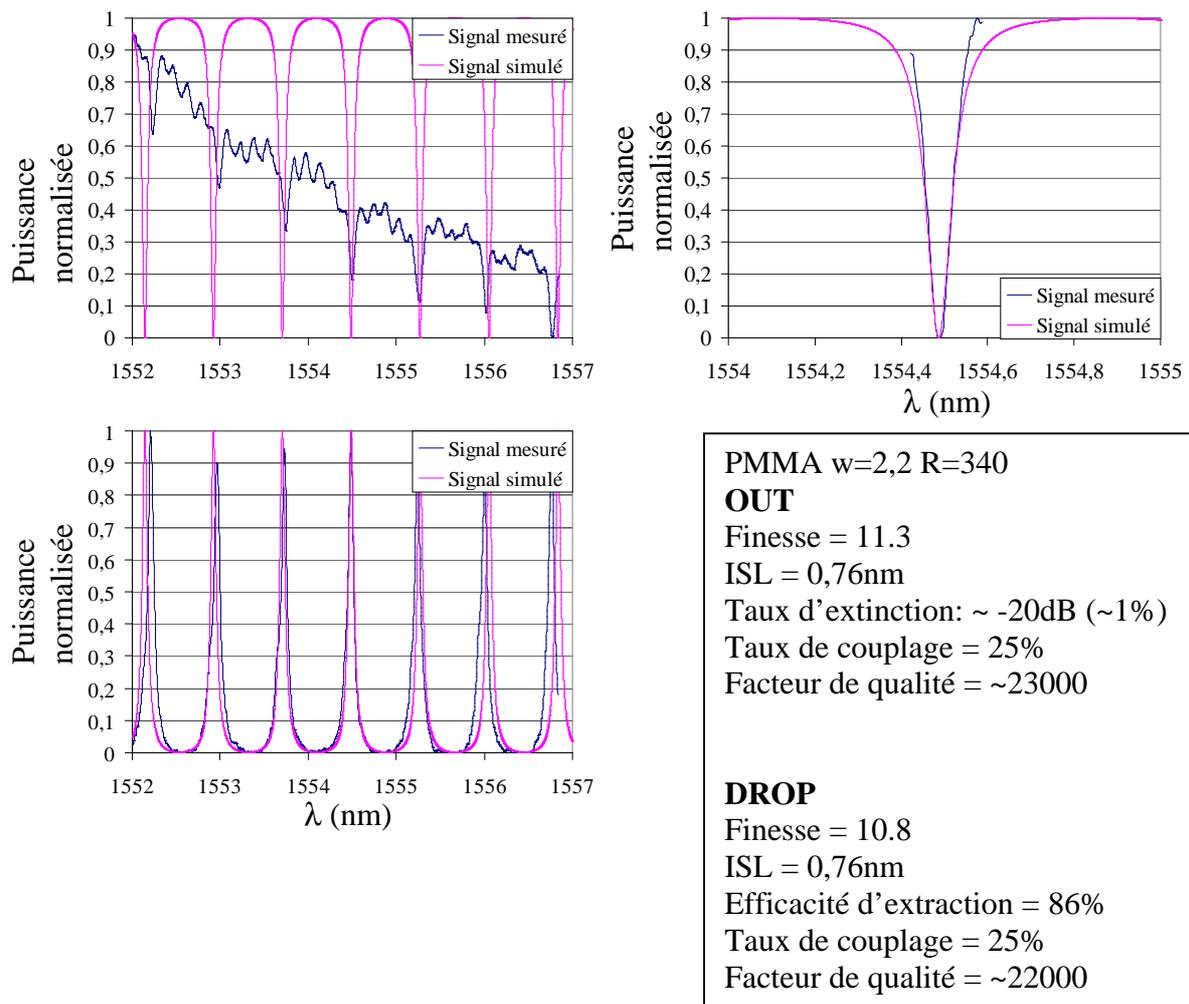
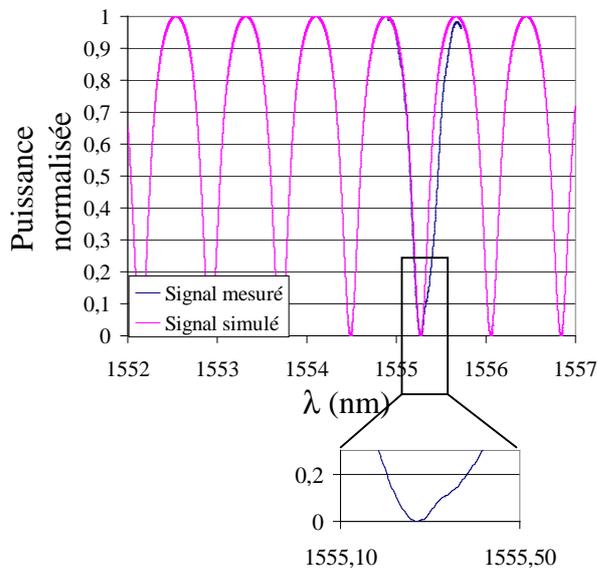
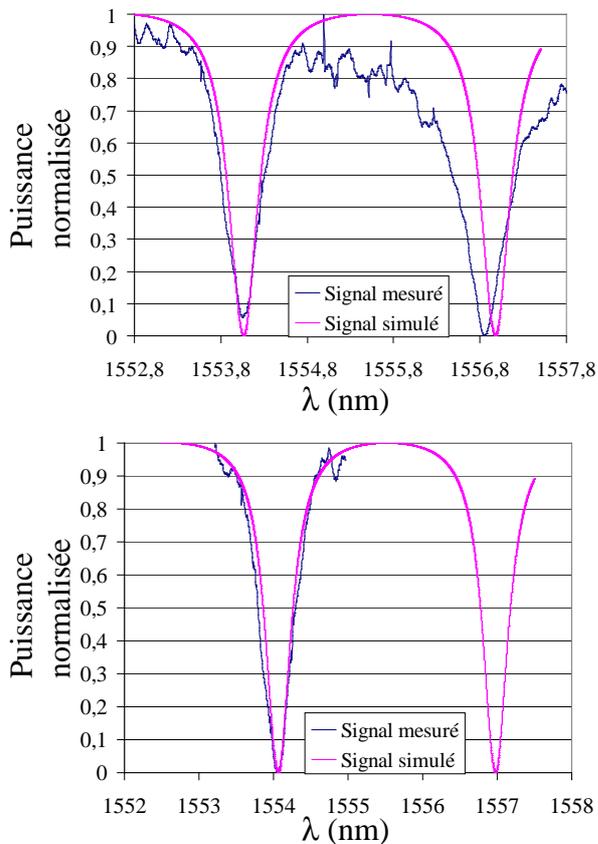


Figure Annexe III.6.4 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE de rayon de courbure  $340\mu\text{m}$ .



PMMA  $w=2,2$   $R=340$  **DEMUX**  
**OUT**  
 Finesse = 2,5  
 ISL = 0,76  
 Taux d'extinction: <-20dB (<1%)  
 Taux de couplage = 84%  
 Facteur de qualité = ~5100

Figure Annexe III.6.5 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMA/PMATRIFE de rayon de courbure  $340\mu\text{m}$  mesuré sur la sortie 2 d'un multiplexeur à 4 longueurs d'ondes.



PMMI  
 $w=1,4 \times 2,2$   $R=90$  simple  
**OUT**  
 Finesse = 5,5  
 ISL = 2,8  
 Taux d'extinction: <-20dB (<1%)  
 Taux de couplage = 46%  
 Facteur de qualité = ~3000

Figure Annexe III.6.6 : Réponses spectrales normalisées (bleu) et simulées (rose) d'un micro-résonateur PMMI/PMATRIFE de rayon de courbure  $90\mu\text{m}$ .



## BIBLIOGRAPHIE

- [1] L. Eldada, "Polymer integrated optics: Promise vs. practicality" Proceedings SPIE, vol. 4642, pp. 1-22, 2002.
- [2] E. Pennings, G.-D. Khoe, M. K. Smit, T. Staring, "Integrated-Optic Versus Microoptic Devices for Fiber-Optic Telecommunication Systems: A Comparison", IEEE Journal of Selected Topics In Quantum Electronics, vol. 2, n° 2, 1996.
- [3] M. Smit, S. Oei, F. Karouta, R. Nötzel, J. Wolter, E. Bente, X. Leijtens, J. van der Tol, M. Hill, H. Dorren, D. Khoe, H. Binsma, "Photonic integrated circuits: where are the limits?", Optical Society of America OCIS codes: (130.3120) Integrated optics devices, (130.5990) Integrated Optics: Semiconductors, 2004.
- [4] C. Arnaud, "Etude de fonctions actives et/ou passives à base de micro-résonateurs à modes de galerie", thèse présentée devant l'université de Rennes 1, France, décembre 2004.
- [5] H. Kogelnik, "Guided-Wave Optoelectronics", ch. "Theory of Optical Waveguides", Springer Series in Electronics and Photonics 26, second edition, 1990.
- [6] K.S. Yee, "Numerical solution of initial boundary value problems involving Maxwell's equations in isotropic media", IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. AP 14, n° 3, pp. 302-307, 1966.
- [7] P. P. Absil, J. V. Hryniewicz, B. E. Little, R. A. Wilson, L. G. Joneckis, and P.-T. Ho, "Compact Microring Notch Filters", IEEE Photonics Technology Letters, vol. 12, n°4, 2000.
- [8] C-Y. Chao, L. J. Guo, "Thermal-flow technique for reducing surface roughness and controlling gap size in polymer microring resonators", Applied Physics Letters, vol. 84, n° 14, 2004.
- [9] T. A. Ibrahim, W. Cao, Y. Kim, J. Li, J. Goldhar, P.-T. Ho, Chi H. Lee, "All-Optical Switching in a Laterally Coupled Microring Resonator by Carrier Injection", IEEE Photonics Technology Letters, vol. 15, n° 1, 2003.
- [10] P. Dumon, I. Christiaens, W. Bogaerts, V. Wiaux, J. Wouters, S. Beckx, D. Van Thourhout and R. Baets, "Microring resonators in silicon-on-insulator", Proceedings ECIO 05: 12<sup>th</sup> european conference on integrated optics, pp. 196, 2005.

- [11] S. T. Chu, W. Pan, S. Sato, T. Kaneko, B. E. Little, Y. Kokubun, "Wavelength Trimming of a Microring Resonator Filter by Means of a UV Sensitive Polymer Overlay", *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 11, n° 6, 1999.
- [12] Y. Kokubun, H. Haeiwa, H. Tanaka, "Precise center wavelength trimming of vertically coupled microring resonator filter by direct UV irradiation to ring core", *Lasers and Electro-Optics Society*, vol. 2, pp. 746 – 747, 2002.
- [13] P. Rabiei, W. H. Steier, C. Zhang, L. R. Dalton, "Polymer Micro-Ring Filters and Modulators", *Journal of Lightwave Technology*, vol. 20, n° 11, 2002.
- [14] J. K. S. Poon, Y. Huang, G. T. Paloczi, A. Yariv, "Soft Lithography Replica Molding of Critically Coupled Polymer Microring Resonators", *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 16, n° 11, 2004.
- [15] F.S. Tan, D.J.W. Klunder, H.F. Bulthuis, G. Sengo, H.J.W.M. Hoekstra, and A. Driessen, "Direct measurement of the on-chip insertion loss of high finesse microring resonators in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub> technology", *Proceedings IEEE LEOS Chapitre Benelux 2001*.
- [16] B. E. Little, J. S. Foresi, G. Steinmeyer, E. R. Thoen, S. T. Chu, H. A. Haus, E. P. Ippen, L. C. Kimerling, W. Greene, "Ultra-Compact Si-SiO Microring Resonator Optical Channel Dropping Filters", *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 10, n° 4, 1998.
- [17] F.C. Blom, H. Kelderman, H.J.W.M. Hoekstra, A. Driessen, Th.J.A. Popma, S.T. Chu, B.E. Little, "A single channel dropping filter based on a cylindrical microresonator", *Optics Communications* 167, pp. 77–82, 1999.
- [18] B. E. Little, "Advances in Microring Resonators", *Integrated Photonics Research Conference*, Washington, DC, USA, 16-20 Jun. 2003.
- [19] G. T. Paloczi, Y. Huang, A. Yariv, "Polymeric Mach-Zehnder interferometer using serially coupled microring resonators", *Optics Express* 2666, vol. 11, n° 21, 2003.
- [20] O. Schwelb, I. Frigyes, "Vernier Operation Of Series coupled Optical Microring Resonator Filters", *Microwave And Optical Technology Letters*, vol. 39, n° 4, 2003.
- [21] J. K. S. Poon, J. Scheuer, S. Mookherjea, G. T. Paloczi, Y. Huang, A. Yariv, "Matrix analysis of microring coupled-resonator optical waveguides", *Optics Express*, 90, vol. 12, n° 1, 2004.
- [22] D.H. Geuzebroek, E.J. Klein, H. Kelderman, A Driessen, "Wavelength Tuning and Switching of a Thermo-Optic Microring Resonator", *Acte de conférence du 11<sup>ème</sup> "European Conference on Integrated Optics" (ECIO 2003)*, Prague, Czech Republic, 395-398, ISBN: 80-1-02729-5.
- [23] Y. Yanagase, S. Yamagata, Y. Kokubun, "Wavelength tunable polymer microring resonator filter with 9.4 nm tuning range", *Electronics Letters*, vol. 39 n° 12, 2003.

- [24] P. Rabiei, W. H. Steier, “Tunable Polymer Double Micro-Ring Filters”, *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 15, n° 9, 2003.
- [25] J. K. S. Poon, Y. Huang, G. T. Paloczi, A. Yariv, “Wide-range tuning of polymer microring resonators by the photobleaching of CLD-1 chromophores”, *Optics Letters*, vol. 29, n° 22, 2004.
- [26] T. Naganawa, S. Ueno, Y. Kokubun, “Spectrum Response Improvement of Higher Order Series Coupled Microring Resonator Filter by UV Trimming”, *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 17, n° 10, 2005.
- [27] S. Kim, J. Cai, J. Jiang, G. P. Nordin, “New ring resonator configuration using hybrid photonic crystal and conventional waveguide structures”, *Optics Express* 2356, vol. 12, n° 11, 2004.
- [28] L. G. Cohen, “Power Coupling from GaAs Injection Lasers into Optical Fibers”, *The Bell System Technical Journal*, vol. 51, n° 3, pp. 573-594, 1972.
- [29] D. Kato, “Light coupling from a strip-geometry GaAs diode laser into an optical fiber with spherical end”, *J. Appl. Phys.*, vol. 44, n° 6, pp.2756-2758, 1973.
- [30] I. et M. Joindot, “Les télécommunications par fibres optiques”, DUNOD, pp. 48-49, 1996.
- [31] M. Thual, P. Chanclou, O. Gautreau, L. Caledec, C. Guignard, P. Besnard, “Appropriate micro-lens to improve coupling between laser and singlemode fibres”, *Electronics Letters*, vol. 39, n° 21, pp.1504-1506, 2003.
- [32] K. De Mesel, I. Moerman, R. Baets, B. Dhoedt, P. Van Daele, J. Stulemeijer, “Spot size converters for low cost PICs”, *ECIO'99 - Torino Italy*, 13-16 Avril 1999
- [33] F. Van Laere, G. Roelkens, J. Schrauwen, D. Taillaert, P. Dumon, W. Bogaerts, D. Van Thourhout et R. Baets, “Compact grating couplers between optical fibers and Silicon-on-Insulator photonic wire waveguides with 69% coupling efficiency”, *Proceedings of OFC*, pp. PDP15, 2006.
- [34] M.-C. Oh, S.-H. Cho, H.-J. Lee, “Fabrication of large-core single-mode polymer waveguide connecting to a thermally expanded core fiber for increased alignment tolerance”, *Optics Communications*, vol. 246, pp. 337–343, 2005.
- [35] S.E. Miller, “Integrated Optics: An Introduction”, *The Bell System Technical Journal*, vol. 48, pp. 2059–2068, 1969.
- [36] K. O. Hill, Y. Fujii, D. C. Johnson, and B. S. Kawasaki, “Photosensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filter fabrication”, *Applied Physics Letters*, vol. 32, n° 10, pp. 647-649, 1978
- [37] A. Boukenter, F. Goutaland, H. Kuswanto, E. Marin, J.P. Meunier and Y. Ouerdane, “Formation et transformation de défauts ponctuels par insolation UV dans les

- diélectriques à base de silice : application à l'intégration de composants optiques sur fibre”, J. Phys. IV France vol. 108, n° 23, 2003.
- [38] G. Chen, Y. Li, L. Liu, Yaoji He, “The photosensitivity and ultraviolet absorption change of Sn-doped silica film fabricated by modified chemical vapor deposition”, Journal of Applied Physics, vol. 96 n° 11, 2004.
- [39] D. P. Hand, P. St. J. Russell, “Photoinduced refractive-index changes in germanosilicate fibers”, Optics Letters, vol. 15, n°2, 1990
- [40] B. Poumellec, P. Niay, M. Douay and J. F. Bayon, “The UV-induced refractive index grating in Ge:SiO<sub>2</sub> preforms: additional CW experiments and the macroscopic origin of the change in index”, J. Phys. D: Appl. Phys. 29, 1842–1856, 1996.
- [41] K. Miura, Jianrong Qiu, H. Inouye, and T. Mitsuyu, K. Hirao, “Photowritten optical waveguides in various glasses with ultrashort pulse laser”, Appl. Phys. Lett. vol. 71, n° 23, pp. 3329-3331, 1997.
- [42] R. A. Bellman, G. Bourdon, G. Alibert, A. Beguin, E. Guiot, L. B. Simpson, P. Lehuède, L. Guiziou, and E. LeGuen, “Ultralow Loss High Delta Silica Germania Planar Waveguides”, Journal of The Electrochemical Society, vol. 151 n° 8, pp. G541-G547, 2004.
- [43] F. Smektala, B. Bureau, J.L. Adam et J. Lucas, “Guides d’ondes infrarouges pour applications en télécommunications, capteurs chimiques et biochimiques”, J. Phys. IV France 12, pp. Pr5-41-Pr5-51, 2002.
- [44] Y. Zhao, S. LaRoche, E. J. Knystautas, N. Bélanger, A. Villeneuve, M. Saad, “Planar waveguides in ZBLAN fabricated by He ion implantation”, Proceedings of IPR, paper Ith17, pp. 174-176, 2000.
- [45] Y. C. Yan, A. J. Faber, and H. de Waal, P. G. Kik and A. Polman, “Erbium-doped phosphate glass waveguide on silicon with 4.1 dB/cm gain at 1.535 μm”, Appl. Phys. Lett., vol. 71, n° 20, 1997.
- [46] Ch. Martinez, B. Hoarau, L. Chirossel, O. Jacquin, C. Guidoux, “Advanced spectral filtering functionalities in ion-exchanged waveguides with artificial cladding gratings”, Optics Communications vol. 233, pp. 97–106, 2004.
- [47] A. Morand, C. Sanchez-Pérez, P. Benech, S. Tedjini, D. Bosc, “Integrated Optical Waveguide Polarizer on Glass with a Birefringent Polymer Overlay”, IEEE Photonics Technology Letters, vol. 10, n° 11, 1998.
- [48] B. N. Kurdi, D. G. Hall, “Optical waveguides in oxygen-implanted buried-oxide silicon-on-insulator structures”, Optics letters, vol. 13, pp. 175-177, 1988.
- [49] K. Izumi, M. Doken and H. Ariyoshi, “ CMOS devices fabricated on buried SiO<sub>2</sub> layers formed by oxygen implantation into silicon” Electronics Letters, vol. 14, pp. 593, 1978.

- [50] J.B. Lasky, S.R. Stiffler, F.R. White, J.R. Abernathy, "Silicon-On-Insulator (SOI) By Bonding And Etch-Back", Proc. Int. Electron Device Meeting (USA), pp. 684-687, 1985.
- [51] A. G. Rickman, G. T. Reed, and Fereydoon Namavar, "Silicon-on-Insulator Optical Rib Waveguide Loss and Mode Characteristics", Journal of Lightwave Technology, vol. 12, n° 10, 1994.
- [52] P. D. Trinh, S. Yegnanarayanan, F. Coppinger and B. Jalali, "Silicon-on-Insulator (SOI) Phased-Array Wavelength Multi/Demultiplexer with Extremely Low-Polarization Sensitivity", IEEE Photonics Technology Letters, vol. 9, n° 7, 1997.
- [53] L. Vivien, S. Laval, B. Dumont, S. Lardenois, A. Koster, E. Cassan, "Polarization-independent single-mode rib waveguides on silicon-on-insulator for telecommunication wavelengths", Optics Communications vol. 210, pp. 43-49, 2002.
- [54] S. F. Pesarcik, G. V. Treyz, S. S. Iyer and J. M. Halbout, "Silicon germanium optical waveguides with 0.5dB/cm losses for singlemode fiber optic system", Electronic Letters, vol. 28, pp. 159-160, 1992.
- [55] J. Schmidtchen, B. Schuppert, K. Petermann, "Passive integrated-optical waveguide structures by Ge-diffusion in silicon", Journal of Lightwave Technology, vol. 12, n° 5, pp. 842 – 848, 1994.
- [56] B. Liu, A. Shakouri, P. Abraham, Y. J. Chiu, S. Zhang, and John E. Bowers, "Fused InP–GaAs Vertical Coupler Filters", IEEE Photonics Technology Letters, vol. 11, n° 1, 1999.
- [57] H. El-Refaei, D. Yevick and T. Jones, "Slanted-Rib Waveguide InGaAsP–InP Polarization Converters", Journal Of Lightwave Technology, vol. 22, n° 5, 2004.
- [58] L. Eldada, "Advances in telecom and datacom optical components", Opti. Eng. vol. 40 n° 7, pp. 1165-1178, 2001.
- [59] H. Ma, X. Yi, S. Chen, "1310 nm AlGaInAs–InP polarization insensitive multiple quantum well optical amplifier", Infrared Physics & Technology vol. 45, pp. 9–12, 2004.
- [60] C. Y. Liu, S. F. Yoon, S. Z. Wang, W. J. Fan, Y. Qu, and S. Yuan, "Fabrication of High-Performance InGaAsN Ridge Waveguide Lasers With Pulsed Anodic Oxidation", IEEE Photonics Technology Letters, vol. 16, n° 11, 2004.
- [61] N. Daldosso, M. Melchiorri, F. Riboli, F. Sbrana, L. Pavesi, G. Pucker, C. Kompocholis, M. Crivellari, P. Bellutti, A. Lui, "Fabrication and optical characterization of thin two-dimensional Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> waveguides", Materials Science In Semiconductor Processing 7, pp. 453–458, 2004.
- [62] Y.T. Kim, D.S. Kim, D.H. Yoon, "Optimization of SiN thin film for high index contrast planar silica waveguides", Materials Science And Engineering B 118, pp. 242–245, 2005.

- [63] W. Gleine, J. Müller, “Low-pressure chemical vapor deposition silicon-oxynitride films for integrated optics”, *Applied Optics*, vol. 31, n° 12, pp. 2036-2040, 1992.
- [64] L. T. Canham, “Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers”, *Applied Physics Letters*, vol. 57, n° 10, pp. 1046-1048, 1990.
- [65] A. Najar, J. Charrier, H. Ajlani, N. Lorrain, H. Elhouichet, M. Oueslati, L. Haji, “Optical properties of erbium-doped porous silicon waveguides”, *Journal of Luminescence* 121, pp. 245–248, 2006.
- [66] S. Langa, S. Frey, J. Carstensen, H. Föll, I. M. Tiginyanu, M. Hermann and G. Böttger, “Waveguide Structures Based on Porous Indium Phosphide”, *Electrochemical and Solid-State Letters*, vol. 8 Iss. 2, C30-C32, 2005.
- [67] J. Sefcik, M. Krosiak, M. Morbidelli, “Optical Response of Porous Titania-Silica Waveguides to Surface Charging in Electrolyte Filled Pores”, *Helvetica Chimica Acta*, Vol. 85, pp. 3508-3515, 2002.
- [68] D. Bosc, N. Devoldère, M. Bonnel, J.L. Favennec, D. Pavy, “Hybrid silica–polymer structure for integrated optical waveguides with new potentialities”, *Materials Science and Engineering B57*, pp. 155–160, 1999.
- [69] E. J. Nassar, R. R. Goncalves, M. Ferrari, Y. Messaddeq, S. J.L. Ribeiro, “Titania-based organic–inorganic hybrid planar waveguides”, *Journal of Alloys and Compounds* 344, pp. 221–225, 2002.
- [70] J. Cardin, D. Leduc, T. Schneider, C. Lupi, D. Averty, H.W. Gundel, “Optical characterization of PZT thin films for waveguide applications”, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, pp. 2913–2916, 2005.
- [71] I. Assaid, “Matériaux et technologies de photoinscription de guides optiques en polymère”, thèse présentée devant l’université de Rennes 1, France en décembre 2004.
- [72] B. Boutevin, D. Bosc et A. rousseau, "Desk Reference of Functional Polymers : Syntheses and Applications", Reza Arshady, 1996, pp 489-503.
- [73] W. Groh, “Overtone absorption in macromolecules for polymer optical fibers”, *Die Makromolekulare Chemie*, vol. 189, n° 12, pp. 2861 – 2874, 1988.
- [74] B. Boutevin, A. Rousseau, D. Bosc, “Accessible new acrylic monomers and polymers as highly transparent organic materials”, *J. Polym. Sci. : Part A : Polym. Chem.*, vol. 30, pp. 1279-1286, 1992.
- [75] D. Bosc, A. Rousseau, B. Boutevin, “New Halexonated Monomers and Polymers for Low Loss Plastic Optical Fiber”, *Fiber and Integrated Optics*, vol.16, n° 3, pp. 309-319, 1994.

- [76] D. Bosc, C. Toimen, "Full Polymer Single-Mode Optical Fiber", *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 4, n°7, 1992.
- [77] S.-J. Park, K.-S. Cho, C.-G. Choi, "Effect of fluorine plasma treatment on PMMA and their application to passive optical waveguides", *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 258, pp. 424–426, 2003.
- [78] CONCISE, "Encyclopedia of polymer science and engineering", Wiley Interscience publication, pp. 78-82, 1990.
- [79] Y.-O. Noh, H.-J. Lee, Y.-H. Won, M.-C. Oh, "Polymer waveguide thermo-optic switches with -70 dB optical crosstalk", *Optics Communications*, vol. 258, pp. 18–22, 2006.
- [80] C. Kostrzewa, R. Moosburger, G. Fischbeck, B. Schüppert, and K. Petermann, "Tunable Polymer Optical Add/Drop Filter for Multiwavelength Networks", *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 9, n° 11, 1997.
- [81] T. Watanabe, N. Ooba, Y. Hida, M. Hikita, "Influence of humidity on refractive index of polymers for optical waveguide and its temperature dependence", *Applied Physics Letters*, vol. 72, n° 13, 1998.
- [82] T. Matsuda, Y. Funae, M. Yoshida, T. Takaya, "Novel thiophene methacrylates for materials of high refractive index", *Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry*, vol. 36, n° 9, pp. 1271-1288, 1999.
- [83] H. Ma, A. K.-Y. Jen and L. R. Dalton, "Polymer-based Optical Waveguides : Materials, Processing, and Devices", *Adv. Mater.*, vol. 14, n° 19, 2002.
- [84] Y.-O. Noh, C.-H. Lee, J.-M. Kim, W.-Y. Hwang, Y.-H. Won, H.-J. Lee, S.-G. Han, M.-C. Oh, "Polymer waveguide variable optical attenuator and its reliability", *Optics Communications* vol. 242, pp. 533–540, 2004.
- [85] D. Chiron, T. Trigaud and J. P. Moliton, "Optical waveguides etched in 6FDA-ODA by focused ion beam", *Synthetic Metals*, vol. 124, n° 1, pp. 33-35, 2001.
- [86] C. Pitois, R. Vestberg, M. Rodlert, E. Malmström, A. Hult, M. Lindgren, "Fluorinated dendritic polymers and dendrimers for waveguide applications", *Optical Materials* vol. 21, pp. 499–506, 2002.
- [87] Y. Zhao, F. Wang, A. Li, B. Liu, Z. Wu, D. Zhang, S. Liu, M. Y, "Cross-linkable fluorinated poly(ether ether ketone) polymers for optical waveguide devices", *Materials Letters* vol. 58, pp. 2365– 2368, 2004.
- [88] J.-P. Kim, J.-W. Kang, J.-J. Kim, J.-S. Lee, "Fluorinated poly(arylene ether sulfone)s for polymeric optical waveguide devices", *Polymer*, vol. 44, pp. 4189–4195, 2003.
- [89] M. Hikita, R. Yoshimura, M. Usui, S. Tomaru, S. Imamura, "Polymeric optical waveguides for optical interconnections", *Thin Solid Films* vol. 331, pp. 303-308, 1998.

- [90] S. Toyoda, N. Ooba, M. Hikita, T. Kurihara, S. Imamura, "Propagation loss and birefringence properties around 1.55  $\mu\text{m}$  of polymeric optical waveguides fabricated with cross-linked silicone", *Thin Solid Films* vol. 370, pp. 311-314, 2000.
- [91] C.-Y. Chao, L. J. Guo, "Polymer microring resonators fabricated by nanoimprint technique", *J. Vac. Sci. Technol. B* vol. 20 n°6, 2002.
- [92] Y. Li, S. Minoru, H. Kazuhiro, "Micro-optical components based on silicon mold technology", *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 41, pp. 545–552, 2004
- [93] W. F. X. Frank, J. Kullisch, H. Franke, D. M. Ruck, S. Brunner, R. A. Lessard, SPIE-the International Society for Optical Engineering, Vol 1559, "Photopolymer Device Physics, Chemistry, and Applications II", pp. 344-353, 1991.
- [94] Ambassade de France aux Etats-Unis, "Mission pour la Science et la Technologie", Sciences Physiques, "Nanosciences, Microelectronique, Materiaux", n°21, juillet-août 2005.
- [95] J.R Kulish, H. Franke, "Ion implantation, a method for fabricating light guides in polymers", *J. Appl. Phys.*, vol. 63, n° 8, 1988.
- [96] S. Brunner, D. M. Rück, K. Tinschert, W. F. X. Frank and B. Knödler, "Polymer based waveguiding structures obtained by ion beam irradiation at different energies", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 107, n° 1-4, pp. 333-336, 1996.
- [97] P. Cottin, R.A. Lessard, E. J. Knystautas, Sjoerd Roorda, "Polymer waveguides under ion implantation: optical and chemical Aspects", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 151, pp. 97-100, 1999.
- [98] F. Kajzar and J. Messier, "Cubic hyperpolarizabilities and local electric field in alkanes and substituted alkanes", *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 4, n° 6, 1987.
- [99] W. Ehrfeld, M. Abraham, U. Ehrfeld, M. Lacher, H. Lehr, "Materials For LIGA Products", *Proceedings of Micro Electro Mechanical Systems*, IEEE, Japan, 86, 404, (1994).
- [100] H.-D. Bauer, W. Ehrfeld, M. Harder, T. Paatzsch, M. Popp, I. Smaglinski, "Polymer waveguide devices with passive pigtail: an application of LIGA technology", *Synthetic Metals*, vol. 115, pp.13-20, 2000.
- [101] B.Y. Shew, C.H. Kuo, Y.C. Huang, Y.H. Tsai, "UV-LIGA interferometer biosensor based on the SU-8 optical waveguide", *Sensors and Actuators A* 120, pp. 383–389, 2005.
- [102] N. Kehagias, M. Zelsmann, C. M. Sotomayor Torres, "Polymer optical devices made by reverse and 3D nanoimprint lithography", *Acte de conférences de SPIE*, vol. 5825, pp. 654-660, 2005.

- [103] K.D. Lee, S.W. Ahn, S.H. Kim, S.H. Lee, J.D. Park, P.W. Yoon, D.H. Kim, S.S. Lee, “Nanoimprint technology for nano-structured optical devices”, *Current Applied Physics* 6S1, pp. e149–e153, 2006.
- [104] D. Bosc, Ph. Grosso, I. Hardy, I. Assaïd, Th. Batté, S. Haesaert, B. Vinouze, “High refractive index contrast in a photosensitive polymer and waveguide photo-printing demonstration”, *Optics Communications*, vol. 235, pp. 281–284, 2004.
- [105] D. Cristea, P. Obreja, M. Kusko, E. Manea, R. Rebigan, “Polymer micromachining for micro- and nanophotonics”, *Materials Science and Engineering C* 26, pp.1049 – 1055, 2006.
- [106] T. C. Sum, A. A. Bettiol, S. Venugopal Rao, J.A. van Kan, A. Ramam and F. Watt, “Proton Beam Writing of Passive Polymer Optical Waveguides”, *Micromachining Technology for Micro-Optics and Nano-Optics II*, edited by Eric G. Johnson, Gregory P. Nordin, *Proceedings of SPIE Vol. 5347*, pp. 160-169.
- [107] T. C. Sum, A. A. Bettiol, J. A. van Kan, F. Watt, E. Y. B. Pun and K. K. Tung, “Proton beam writing of low-loss polymer optical waveguides”, *Applied Physics Letters*, vol. 83, n° 9, 2003.
- [108] M. J. Madou, “Fundamentals of microfabrication, The Science of Miniaturization”, Second Edition, CRC press LLC, 2002.
- [109] Y. Zhao, F. Wang, Z.C. Cui, J. Zheng, H.M. Zhang, D.M. Zhang, S.Y. Liu, M.B. Yi, “Study of reactive ion etching process to fabricate the PMMA-based polymer waveguide”, *Microelectronics Journal*, vol. 35, pp. 605–608, 2004.
- [110] C.-Y. Chao, L. Jay Guo, “Reduction of Surface Scattering Loss in Polymer Microrings Using Thermal-Reflow Technique”, *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 16, n°. 6, pp. 1498-1500, 2004
- [111] C. Moussant, B. Lucas, A. Moliton, “Etching techniques using a collimated ion beam for the realization of waveguides”, *Synthetic Metals*, vol. 115, pp. 29-32, 2000.
- [112] B. Lucas, C. Moussant , R. Antony, A. Moliton, “Ion Beam Assisted Etching of a Fluorinated Polyimide in order to Insert it in an Electra-Optical System”, *Synthetic Metals*, vol. 102, pp. 1423-1 424, 1999.
- [113] C. Zhang, C. Yang, D. Ding, “Deep reactive ion etching of PMMA”, *Applied Surface Science*, vol. 227, pp. 139–143, 2004.
- [114] J.H. Kim, E.J. Kim, H.C. Choi, C.W. Kim, J.H. Cho, Y.W. Lee, B.G. You, S.Y. Yi, H.J. Lee, K. Han, W.H. Jang, T.H. Rhee, J.W. Lee, S.J. Pearton, “Evaluation of Fluorinated polyimide etching processes for optical waveguide fabrication”, *Thin Solid Films* vol. 341, pp.192-195, 1999.
- [115] D. W. Van Krevelen, “Properties of polymers : their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions”, troisième édition, Elsevier, 1990.

- [116] J. Brandrup et E. H. Immergut, "Polymer Handbook", troisième édition, a Wiley-Interscience Publication, 1989.
- [117] E. Marti, *eurostar-science* Newsletter 04, September 29, pp. 1-9, 2002.
- [118] L. Andreozzia, M. Faetti, F. Zulli, and M. Giordano, "Enthalpy relaxation of polymers: comparing the predictive power of two configurational entropy models extending the AGV approach", *Eur. Phys. J. B* 41, pp. 383–393, 2004.
- [119] S. Bistac et J. Schultz, "Solvent retention in solution-cast films of PMMA: study by dielectric spectroscopy", *Progress in Organic Coatings*, vol. 31, n° 4, pp. 347-350, 1997.
- [120] M. Ferriol, A. Gentilhomme, M. Cochez, N. Oget, J.L. Mieloszynski, "Thermal degradation of poly(methyl methacrylate) (PMMA): modelling of DTG and TG curves", *Polymer Degradation and Stability*, vol. 79, n° 2, pp. 271-281, 2003.
- [121] L. E. Manring, "Thermal Degradation of Poly(methyl methacrylate). 2. Vinyl-Terminated Polymer", *Macromolecules*, vol. 22, pp. 2673-2677, 1989.
- [122] E. Süske, T. Scharf, P. Schaaf, E. Panchenko, D. Nelke, M. Buback, H. Kijewski, H.-U. Krebs, "Variation of the mechanical properties of pulsed laser deposited PMMA films during annealing", *Appl. Phys. A* 79, pp. 1295–1297, 2004.
- [123] D. Bosc, A. Maalouf, S. Haesaert, F. Henrio, "Investigation into defects occurring on the polymer surface during the photolithography process", *Applied Surface Science*, doi:10.1016/j.apsusc.2007.01.019, 2007.
- [124] J. R. Serrano, Q. Xu, and David G. Cahill, "Stress-induced wrinkling of sputtered SiO<sub>2</sub> films on PMMA", *J. of Vac. Sci. & Tech. A*, vol. 24, n° 2, pp. 324-327, 2006.
- [125] D.-Y. Khang, H. Jiang, Y. Huang, J. A. Rogers, "A Stretchable Form of Single-Crystal Silicon for High-Performance Electronics on Rubber Substrates", *Science*, vol. 311, 2006.
- [126] R. Huang, Ch. M. Stafford, B. D. Vogt, "Wrinkling of Ultrathin Polymer Films", *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* vol. 924, 0924-Z04-10, 2006.
- [127] J. Genzer, J. Groenewold, "Soft matter with hard skin: From skin wrinkles to templating and material characterization", *Soft Matter*, vol. 2, pp. 310–323, 2006.
- [128] Z. Huang, W. Hong, Z. Suo, "Evolution of wrinkles in hard films on soft substrates", *Physical Review E* 70, 030601(R), 2004.
- [129] C. M. Stafford, C. Harrison, Kathryn L. Beers, A. Karim, E. J. Amis, M. R. Vanlandingham, H-C. Kim, W. Volksen, R. D. Miller, E. E. Simonyi, "A buckling-based metrology for measuring the elastic moduli of polymeric thin films", *Nature Materials*, vol. 3, 2004.

- [130] M. Born et E. Wolf, “Principles of optics : Electromagnetic theory of propagation interference and diffraction of light”, sixième édition, Cambridge University press, pp. 370-458, 1998.
- [131] L. F. Thompson, C. G. Willson et M.J. Bowden, “Introduction to Microlithography”, ACS Symposium Series 219, 1983.
- [132] A J Bourdillon, C B Boothroyd, J R Kong et Y Vladimisky, “A critical condition in Fresnel diffraction used for ultra-high resolution lithographic printing”, J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 33, pp. 2133–2141, 2000.
- [133] F. de Fornel, “Les ondes évanescentes en optique et en optoélectronique”, Eyrolles, , pp 35-38, 1997.
- [134] M. A. Ordal, R. J. Bell, S. E. Bell, Bell R. R., R. W. Alexander Jr and C. A. Ward, “Optical properties of the metals Al, Co, Cu, Au, Fe, Pb, Ni, Pd, Pt, Ag, Ti, and W in the infrared and far infrared”, Applied optics, vol. 22, n° 7, pp. 1099-1120, 1983.
- [135] D. M. Rück, Joachim Schulz, Norbert Deusch, “Ion irradiation induced chemical changes of polymers used for optical applications”, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 131, pp. 149-158, 1997.
- [136] R. Legay, J. Roussel, B. Boutevin, “Synthesis of Polyglutarimides from P(methyl methacrylate) and Cyclohexylamine. I. Influence of Working Conditions on Imidization Reaction”, Journal of Applied Polymer Science, vol. 76, pp. 1876–1888, 2000.
- [137] R. Legay, J. Roussel, B. Boutevin, “Synthèse de polyglutarimides à partir de PMMA, et de la méthylamine II. Influence des conditions opératoires sur la réaction d'imidification”, European Polymer Journal, vol. 36, pp. 1365-1371, 2000.
- [138] A.A.J. Marcatili, “Dielectric rectangular waveguides and directional couplers for integrated optics”, Bell syst. Tech. J., vol. 48, pp.2071-2102, 1969.
- [139] C. Palavicini, Y. Jaouën, G. Debarge, E. Kerrinckx, Y. Quiquempois, M. Douay, C. Lepers, A-F. Obaton, G. Melin, “Phase-sensitive optical low-coherence reflectometry technique applied to the characterization of photonic crystal fiber properties”, OPTICS LETTERS, vol. 30, n° 4, 2005.
- [140] Y. Jaouën, C. Palavicini, A.-F. Obaton, C. Moreau, P. Sillard, “Direct chromatic dispersion determination of higher-order mode fibers using OLCR technique”, Conference on Lasers and Electro-Optics, (CLEO), Vol. 3, pp. 1557- 1559, 2005.
- [141] Daniel Tomicic “Adhesion measurements of positive photoresist on sputtered aluminium surface”, Department of Science and Technology, Thèse présentée à Linköping University, SE-601 74 Norrköping, Sweden, 2002.
- [142] James G. Kohl, Irwin L. Singer, “Pull-off behavior of epoxy bonded to silicone duplex coatings”, Progress in Organic Coating, 36, pp. 15-20, 1999.

## Publications et communications issues de cette thèse

### Publications

- D. Bosc, **A. Maalouf**, S. Haesaert, F. Henrio, “Investigation into defects occurring on the polymer surface during the photolithography process”, Applied Surface Science, Vol. 253, pp. 6162-6164, 2007.

### Communications

- **A. Maalouf**, D. Bosc, F. Henrio, S. Hasesaert, P. Grosso, I. Hardy, M. Gadonna, “Polymer optical circuits technology for large scale integration of passive functions”, SPIE, vol. 6183, pp. 61831H1, 2006.
- **A. Maalouf**, F. Henrio, S. Haesaert, D. Bosc, “Optical circuits for large scale integration of passive functions in polymer technology”, SPIE Communication dans Europhoton Conference in Strasbourg France, 3-7 April, (2006).
- **A. Maalouf**, D. Bosc, S. Haesaert, F. Henrio, P. Rochard, I. Hardy, P. Grosso, “Optique intégrée en polymère pour micro multiplexeur”, JNOG 2005, actes pp.391-393, 2005.
- D. Bosc, **A. Maalouf**, P. Grosso, S. Haesaert, I. Hardy, M. Thual and T. Batté, “Potential of optical circuits integration with polymer technology”, ECIO 2005 communication orale, Acte de conférence, pp. 211-214, 2005.
- P. Grosso, C. Arnaud, D. Bosc, **A. Maalouf**, T. Batté, S. Haesaert, I. Hardy, P. Rochard, M. Baptiste, M. Guillou, M. Gadonna, R. Madec, M. Thual, “Miniaturisation de fonctions optiques en technologie intégrée polymère : exemple des microrésonateurs” 1<sup>er</sup> séminaire GIS FOTON, Actes des conférences pp. 13-16, Plestin-les-Grèves (France), 25 et 26 novembre 2004.

### Communications sans comité de lecture

- **A. Maalouf**, “TEchnologies de Réalisation de Circuits OPTiques et mise en œuvre de fonctions optiques : TERCOP”, Doctoriales de Bretagne, St. Brieuc, Novembre, 2005.
- **A. Maalouf**, “TEchnologies de Réalisation de Circuits OPTiques et mise en œuvre de fonctions optiques”, Soutenance de thèse à mi-parcours, Lannion, Avril, 2005.
- **A. Maalouf**, D. Bosc, S. Haesaert, F. Henrio, Ph. Rochard, I. Hardy, Ph. Grosso, “Technologies de réalisation de circuits optiques et mise en œuvre de fonctions optiques”, Journée des doctorants, Rennes, Décembre 2005.

## Résumé

Au laboratoire, cette thèse fait suite à des modélisations sur des fonctions passives intégrées optiques à base de micro-résonateurs en anneaux. Pour les réaliser, une étude de toutes les étapes de réalisation de circuits en polymère a été effectuée. Les objectifs sont l'obtention de guides arêtes, ridge monomodes avec des performances acceptables et la miniaturisation de fonctions avec les matériaux et technologies envisageables au CCLO. Des points bloquants ont été identifiés au départ, tels que le manque d'adhérence entre matériaux, les incompatibilités technologiques et optiques entre polymères, les phénomènes liés au procédé occasionnant des pertes optiques excessives. Après un état de l'art sur les polymères pour guides d'ondes optiques, le manuscrit présente les travaux spécifiques sur le choix des matériaux et l'évaluation de l'adhérence de polymères amorphes sur les substrats envisagés, ainsi que la qualité et la reproductibilité des dépôts et leur gravure sèche par plasma. L'analyse de l'apparition de défauts de surface des films et « ridge » ainsi que les solutions trouvées pour les éliminer, sont plus particulièrement développés. L'adaptation de la photolithographie classique en UV proche est détaillée pour atteindre des tailles de motifs submicroniques. Les résultats des méthodes d'analyse entreprises pour discriminer les différents facteurs de pertes optiques en propagation sont discutés. Enfin, les réalisations de guides monomodes à base de polymères méthacryliques pour le cœur ainsi que les premières structures de filtres et multiplexeurs en micro-résonateurs intégrés en anneaux et à faible intervalle spectral libre (1-3nm) sont présentées et analysées.

Mots clés : optique intégrée, polymères, micro-résonateurs, guides d'ondes, filtres optiques, photolithographie, pertes optiques, analyse thermomécaniques.

## Abstract

At the laboratory, this thesis is coming after modeling works of integrated optical passive functions containing microring-resonators. To perform these functions, the works of this thesis consists in studying all the stages of polymer circuits processing. At the technology level, the objectives lie in obtaining monomode ridge guides with acceptable performances and with a size as small as possible in order to miniaturize filtering functions with materials and technologies available at the CCLO. In this context, blocking points were identified at the beginning, such as the insufficient properties of adherence between materials, technological and optical incompatibilities of various polymers, phenomena occurring in the process yielding excessive optical losses. After a state of the art on the polymers for optical waveguides, the manuscript presents specific works on the choice of materials and the evaluation of the amorphous polymer adherence on the substrates used, in addition to the quality and the reproducibility of the deposits and their plasma etching. The analysis of the defects occurring at the surface of films and ridges, as well as the solutions, which are found to eliminate them, are more particularly developed. The adaptation of the conditions of UV traditional photolithography is detailed to reach submicronic sizes of pattern. The analysis methods we undertake to discriminate the various factors of optical losses are discussed. Lastly, the achievements of monomode guides with methacrylic polymers as well as the first structures of filters and multiplexers based on integrated microring-resonators and having spectral intervals (1-3nm) are presented and analyzed.

Keywords: integrated optic, polymers, micro-ring resonator, waveguides, optical filters, photolithography, optical losses, thermomécanical Analysis.