ANNÉE 2016

THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Physique

Ecole doctorale Sciences de la matière

Pauline Girault

Préparée à l'Unité mixte de recherche (n°6082 FOTON)
Laboratoire des Fonctions Optiques pour les Technologies de l'informatiON

Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs

Thèse soutenue à LANNION le 14 Décembre 2016 :

devant le jury composé de :

Maurizio FERRARI
Directeur de recherche à IFN-CNR Trento / *rapporteur*

Gilles LERONDEL
Professeur à l'Institut Charles Delaunay Troyes / *rapporteur*

Frédérique CUNIN
Chargé de recherche CNRS ICGM UMR 5253 Montpellier / *examinateur*

Davide BUCCI
Maître de conférences IMEP-LAHC Grenoble / *examinateur*

Monique THUAL
Professeur Laboratoire FOTON UMR 6082 Lannion / *examinateur*

Mohammed GUENDOUZ
Maître de conférences, HDR Laboratoire FOTON UMR 6082 Lannion / *directeur de thèse*

REMERCIEMENTS

Trois ans. Un court laps de temps qui m'a permis de vivre une aventure humaine et scientifique incroyable. Vous aurez largement de quoi satisfaire votre appétit scientifique à partir de la page vii. Laissez-moi dans ces quelques lignes, vous parler de cette aventure humaine. Il est vrai que sans le formidable soutien que j'ai reçu ici au Laboratoire FOTON le contenu des travaux effectués au cours de la thèse serait tout autre.

Je remercie Monsieur Pascal Besnard, directeur de l'UMR-CNRS 6082 FOTON, de m'avoir accueillie au sein du laboratoire. Je remercie également Monsieur Dominique Bosc, directeur du groupe Optique Guidée et Capteurs (en 2013) pour m'avoir totalement intégrée dans le groupe.

Qu'il me soit permis de remercier :
Madame Monique Thual de m'avoir fait le double honneur d'examiner mon travail et d'avoir présidé mon jury de soutenance de thèse. Je remercie également Messieurs Maurizio Ferrari et Gilles Lerondel pour avoir accepté de rapporter mon manuscrit de thèse. Mes remerciements vont également à Madame Frédérique Cunin et Monsieur Davide Bucci pour avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse. Un grand merci à tous les membres du jury pour les discussions enrichissantes suite à la soutenance.

Je tiens à adresser mes profonds remerciements à mes directeurs de thèse : Monsieur Mohammed Guendouz, Madame Nathalie Lorrain et Monsieur Luiz Poffo. Un trio de choc parfait pour mener à bien cette thèse. Je les remercie pour leur grande confiance accordée, leur disponibilité à toute épreuve (notamment pour les dernières semaines de rédaction et de préparation de soutenance !) ainsi que leurs savoir-faire scientifiques qu'ils ont partagé avec moi. Toute ma gratitude et ma reconnaissance aussi pour toutes les discussions enrichissantes, leur patience et leur encouragement qui m'ont permis de réaliser ces travaux dans des conditions idéales. Je tiens aussi à les remercier pour m'avoir fait confiance pour représenter fièrement nos travaux dans des contrées lointaines.

Mes remerciements s'adressent également à tous mes collègues du Laboratoire FOTON. L'ambiance amicale et chaleureuse m'a permis de solliciter de l'aide et de toujours obtenir un soutien infaillible ainsi que des conseils pertinents. Je remercie notamment Monsieur Michel Gadonna pour m'avoir confié le banc optique de caractérisation, Madame Mo-

nique Thual pour m'avoir formée à la méthode de fabrication des fibres micro-lentillées (méthode qui m'a permis de renforcer ma patience et ma dextérité), Monsieur Philippe Rochard pour m'avoir permis de garder bien au chaud mes échantillons en me fournissant un contrôleur de température permettant de combattre le froid glacial de la salle de manip' (tellement que parfois je rêvais d'ours polaires), Madame Isabelle Hardy pour la conception des masques de photolithographie, Madame Christiane Carré pour l'étude sur les polymères, Monsieur Yann Boucher pour les discussions intéressantes. Et je remercie tout particulièrement Monsieur Jonathan Lemaitre pour m'avoir formé à la réalisation technologique de micro-résonateurs en salle blanche, d'avoir toujours été disponible à mes coups de téléphone désespérés "ça marche pas !" "J'ai un souci avec une des machines !", et d'avoir réalisé des micro-résonateurs qui résonnent parfaitement. Je remercie également Madame Parastesh Pirasteh qui toujours dans une bonne humeur communicative, m'a aidé à réaliser mes derniers échantillons. Et enfin, je remercie Messieurs Joël Charrier et Loïc Bodiou pour leurs commentaires toujours d'une grande pertinence.

Je tiens à remercier tout le service technique pour leur réactivité face aux problèmes informatiques, notamment, Monsieur Sébastien Lobo (ah cette satanée licence Origin..), sans oublier Monsieur Robert Madec pour la réalisation de pièces essentielles aux expériences. Merci également à tout le personnel administratif de FOTON et de l'ENSSAT, à la scolarité et à Monsieur Christian Sauquet, responsable de la bibliothèque.

Je suis aussi extrêmement ravie d'avoir pu enseigner à mon tour lors de mon monitorat au département Mesures Physiques de l'IUT de Lannion ; je remercie tout le personnel pour m'avoir accueillie au sein de cet établissement. Malgré mon enthousiasme, il n'est point facile de se lancer devant une classe d'étudiants assoiffés (ou presque...) de connaissances, je tiens donc à remercier la bienveillance et les conseils de l'ensemble du corps enseignement et particulièrement Monsieur Luiz Poffo. Je tiens également à remercier Monsieur Yannick Dumeige qui m'a emmenée dans les salles obscures des TP d'optique avec une grande disponibilité et son soutien face aux questions désarmantes des étudiants a été très enrichissant. Cette expérience d'enseignement m'a conforté une fois de plus dans l'idée que le respect et l'écoute permettent indubitablement de transmettre agréablement un savoir pas toujours évident à de jeunes esprits rebelles.

Je tiens également à remercier toutes les personnes (au sens épicène) qui ont rendu mes pauses particulièrement géniales de manière totalement aléatoire et, que les personnes me pardonnent, non exhaustive : Enguerran, Aldo, Maxime, Christelle, Margaux, Paul, Pierre, Aurélie, Antoine, Rodolphe, Kamal, Amiri, Jean-Baptiste, Yohann, Alphonse, Omar, Carole, François, Olfa, Chaimae, Hien, Vincent, Maxime, Dat ... Un clin d'œil particulier pour le groupe soudé des cruciverbistes, fléchés ou non, avec lequel j'ai appris plein de mots (souvent aussitôt oubliés) : Maxime, Christelle, Margaux, Ronan, Rodolphe et Patrice pour les plus assidus.

Un remerciement particulier pour ma famille (non pas de substitution mais de cœur) :

Enguerran pour mon apprentissage complet à la zythologie, pour les soirées inoubliables à Lille et pour sa persévérance à vouloir prendre soin de mon corps (merci Body Pump), Aldo pour m'avoir fait prendre conscience que l'espagnol est la langue de demain

et pour la fabuleuse soirée "quatro-uno la décima !", Maxime pour toutes les discussions "prises de tête", ses playlists musicales et les sorties à la librairie, Paul du bureau P&P dont l'arrivée a été une vraie bouffée d'air frais, source de remotivation pour ma thèse et pour les moments "jukebox", Christelle pour son aide technique (j'ai eu un beau nouveau laser), son QCM (avec une notation plus ou moins honnête) et son expérience napoléonienne, Margaux pour les sorties Librairie-Bières, la prise de tête sur "trouve moi un fruit qui commence par S" (le sureau !) et les nombreuses discussions fort passionnantes. Merci d'être comme vous êtes ! Et je pense que nous avons encore toute une vie pour (s') apprendre les uns des autres.

Toutes ces personnes ont aussi contribué à rendre mes week-ends plein de vie, notamment les soirées que nous avons toujours, bien entendu, consommées avec modération.

Je remercie aussi tous mes amis non localement bretons qui m'ont soutenu à distance : Lina, Suzelle, Maëlle, Julie-Marine, Valentine, Amandine, Corentin, Hugo, Jean, Agathe et Julie.

Je ne saurais comment remercier de tout cœur mes parents (ravis d'avoir un pied-à-terre pour des vacances bretonnes), ma sœur (qui pense que mon travail consiste essentiellement à "chercher du sucre") et mon frère (qui a corrigé mon anglais). Un grand merci à eux pour leur soutien !

Enfin, je remercie le petit dernier de ma famille, Métisse, une adorable boule de poils qui m'a soutenu à grands renforts de câlins ronronnants.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction **1**

1 État de l'art **5**
1.1 Définition d'un transducteur 6
1.2 Les capteurs optiques intégrés 8
1.2.1 La détection avec marquage 8
1.2.2 La détection sans marquage 8
1.2.3 Principe de détection des capteurs optiques intégrés 10
1.2.4 Exemple de capteurs optiques intégrés sans marquage 11
1.3 Capteurs utilisant des micro-résonateurs 16
1.3.1 Les micro-résonateurs à mode de galerie 17
1.3.2 Les micro-résonateurs à mode guidé 19
1.3.3 La détection par évanescence 21
1.3.4 La détection en volume 27
1.4 Conclusion et objectifs de la thèse 31

2 Théorie sur les micro-résonateurs : applications pour des capteurs optiques **33**
2.1 Propagation avec l'approche de l'optique géométrique 34
2.2 Propagation avec l'approche de la théorie électromagnétique 39
2.2.1 Équation de propagation 39
2.2.2 Méthode de l'indice effectif 43
2.2.3 Pertes optiques dans les guides d'onde 45
2.2.4 Couplage entre deux guides : Méthode de Marcatili 48
2.3 Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur 54
2.3.1 Fonction de transfert : caractéristiques spectrales 54
2.4 Principe de détection d'un capteur optique à base de micro-résonateur . . . 59
2.4.1 Introduction 59
2.4.2 Modification de la position de la longueur d'onde de résonance . . . 60
2.4.3 Différents types de détection : homogène et surfacique 61
2.4.4 Méthode d'analyse de l'indication du capteur optique 62
2.4.5 Caractéristiques d'un capteur : sensibilité et gamme de détection . . 63
2.5 Modélisation d'un micro-résonateur pour les applications capteurs 65

2.5.1 Taille des guides d'onde . . . 65
2.5.2 Méthode de Marcatili - Estimation du taux de couplage . . . 68
2.5.3 Optimisation des caractéristiques du micro-résonateur . . . 70

3 Micro-résonateurs en polymères pour des applications capteurs 75
3.1 Réalisation des guides d'onde en polymères . . . 77
3.1.1 Les polymères . . . 77
3.1.2 Taille et indices effectifs du guide d'onde monomodal . . . 81
3.1.3 Réalisation technologique . . . 83
3.2 Caractérisation optique des guides d'onde . . . 92
3.2.1 Caractérisation du mode optique avec la méthode en champ proche 92
3.2.2 Estimation des pertes optiques . . . 94
3.3 Simulations de la réponse spectrale d'un micro-résonateur . . . 97
3.3.1 Caractéristiques de la transmission spectrale . . . 97
3.3.2 Caractéristiques du capteur . . . 104
3.4 Caractérisations optiques des micro-résonateurs . . . 108
3.4.1 Élaboration et caractérisation structurale . . . 108
3.4.2 Banc optique . . . 109
3.4.3 Contrôle de polarisation . . . 110
3.4.4 Ajustement de la fonction de transfert . . . 110
3.4.5 Étude de différents gaps . . . 113
3.5 Caractérisation du capteur à base de microrésonateur . . . 117
3.5.1 Le protocole . . . 117
3.5.2 Étude de la Répétabilité . . . 118
3.5.3 Application à la détection homogène de concentration de glucose . . 120

4 Micro-résonateurs en silicium poreux pour des applications capteurs 125
4.1 Présentation du silicium poreux . . . 126
4.1.1 L'anodisation électrochimique . . . 126
4.1.2 Le mécanisme de formation . . . 128
4.1.3 Les paramètres de formation . . . 128
4.1.4 L'oxydation du silicium poreux . . . 130
4.1.5 L'indice de réfraction du silicium poreux . . . 131
4.1.6 Structures photoniques en silicium poreux . . . 131
4.2 Élaboration et caractérisation des mono-couches poreuses . . . 132
4.2.1 Conditions expérimentales . . . 132
4.2.2 Caractérisation de l'indice de mono-couches poreuses en configuration "au-dessus" . . . 136
4.3 Mise au point du procédé de fabrication d'un micro-résonateur en silice poreuse . . . 144
4.3.1 Taille des guides d'onde . . . 144
4.3.2 Réalisation technologique . . . 146
4.3.3 Caractérisation structurale au Microscope Électronique à Balayage . 152
4.3.4 Caractérisations optiques . . . 153
4.4 Micro-résonateur en silicium poreux partiellement oxydé pour une application capteur . . . 156
4.4.1 Optimisation de la sensibilité du capteur . . . 156
4.4.2 Taille du guide . . . 157

4.4.3 Estimation des pertes optiques 159
4.4.4 Caractérisation optique d'un micro-résonateur 160
4.4.5 Application capteur 163

Conclusion générale et perspectives **169**

TABLE DES FIGURES

1.1 Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur. 6
1.2 Principe d'un capteur à base de fibres optiques à réseaux de Bragg. 9
1.3 Schéma du principe de détection par onde évanescente dans un guide d'onde optique. 10
1.4 Principe de la résonance plasmonique de surface pour une interrogation angulaire. 12
1.5 Principe d'un capteur à base de *grating couplers*. 13
1.6 Principe d'un capteur à base d'un cristal photonique à deux dimensions. . 13
1.7 (a) Schéma d'un interféromètre de Mach-Zehnder. (b) Schéma d'un interféromètre de Young. 14
1.8 (a) Modes guidés dans un micro-résonateur en forme d'anneau. (b) Modes de galerie dans un micro-résonateur en forme de disque. 16
1.9 Schéma d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome. 17
1.10 Exemples de micro-résonateurs à modes de galerie pour des applications capteurs. (a) Micro-sphère [128], (b) Micro-tore [129], (c) Micro-disque [130] et (d) Capillaire [131]. 18
1.11 Différentes structures : un micro-résonateur en forme d'hippodrome (a) couplé à un seul guide et (b) couplé à deux guides. 19
1.12 Différents types de couplage : (a) Couplage horizontal ; (b) Couplage vertical pour un micro-résonateur couplé à un seul guide. 20
1.13 Exemples de micro-résonateurs à mode guidé pour des applications capteurs. (a) Micro-anneau [3], (b) Exemple d'une puce avec 5 micro-résonateurs [154], (c) Micro-hippodrome [150]. 22
1.14 Exemples d'autres configurations de micro-résonateurs étudiés : (a) Micro-résonateur en spirale [173] ; (b) Micro-anneau suspendu [174] ; (c) Micro-anneaux concentriques [175] ; (d) Micro-anneau qui auto-interfère SMR (de l'anglais *Self-interference Micro Resonator*) [176] ; (e) Micro-triangle couplé à un effet SPR [177]. 24
1.15 Exemple de micro-résonateurs cascadés : (a) [182] ; (b) [183]. 26
1.16 Principe de l'effet Vernier : (a) Transmissions normalisées pour les micro-résonateurs de référence et de détection et (b) Transmissions normalisées du système cascadé. Un décalage est représenté pour une valeur arbitraire de Δn_{sp}. 26

1.17 Exemple d'un micro-résonateur *slot* : (a) Image MEB du micro-résonateur *slot* en silicium ; (b) Vue en coupe d'un guide d'onde *slot* ; (c) Profil calculé du mode TE [186]. 28
1.18 Différents types de détection : (a) Détection par évanescence ; (b) Détection en volume. 29
1.19 Exemple de micro-résonateurs poreux : (a) un micro-résonateur en polystyrène [190] ; (b) Simulation d'un micro-résonateur en forme d'anneau avec des pores réguliers [191]. 29

2.1 Différents types de guides d'onde : (a) fibre optique, (b) guide plan unidimensionnel et (c) guide à confinement bidimensionnel. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du confinement supérieur ou superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement. n_c est l'indice de réfraction le plus élevé. 35
2.2 Vue en coupe des différentes configurations de guides d'onde à confinement bidimensionnel. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement. n_c est l'indice de réfraction le plus élevé. 35
2.3 Schéma du guide plan. h est la hauteur de la couche de cœur du guide plan. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur. 36
2.4 Schéma de l'interface entre deux milieux d'indice de réfraction $n_1 > n_2$. Dans tous les cas, une réfraction s'accompagne d'une réflexion. (a) $\theta_1 < \theta_{cr}$, le rayon lumineux incident est réfracté avec un angle θ_2 dans le milieu 2. (b) $\theta_1 = \theta_{cr}$, le rayon incident est réfracté avec un angle maximal $\theta_2 = \frac{\pi}{2}$. (c) $\theta_1 > \theta_{cr}$, le rayon incident est réfléchi dans le milieu 1. 36
2.5 Propagation de la lumière dans un guide d'onde plan en fonction de l'angle incident θ : (a) $\theta<\theta_{cf}$, (b) $\theta_{cf}<\theta<\theta_{sp}$, et (c) θ_{cf}, $\theta_{sp}<\theta<\frac{\pi}{2}$. 37
2.6 Condition de propagation : l'onde réfléchie 2 fois en A et en C se répète elle-même. $\bar{\theta} = \frac{\pi}{2} - \theta$. h est la hauteur de la couche de cœur. λ est la longueur d'onde de la lumière propagée dans le coeur. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement [204]. 38
2.7 Représentation du vecteur d'onde $\vec{k}$. 38
2.8 Représentation des polarisations : (a) le mode Transverse Électrique TE et (b) le mode Transverse Magnétique TM. 40
2.9 Représentation du champ électrique des modes m pour un guide plan de hauteur h (a) m= 0, le mode fondamental (b) m = 1 et (c) m = 2. 42
2.10 Représentation de la vue en coupe d'un guide d'onde ridge de hauteur h et de largeur w. 44
2.11 Schéma de la méthode de l'indice effectif pour un guide d'onde ridge : (a) Le guide ridge est découpé en 3 régions horizontales (I, II et III) et verticales (1, 2 et 3) ; (b) 1ère étape : calcul de l'indice effectif de la région 2 correspondant à un guide plan dans la direction x ; (c) 2ème étape : Calcul de l'indice effectif du guide d'onde plan dans la direction (y) en utilisant l'indice effectif calculé grâce à l'étape précédente comme indice de réfraction du cœur. 44

2.12 Schéma des pertes de diffusion : (a) en volume (b) surfacique. σ représente la rugosité de surface. 46
2.13 Niveaux énergétiques d'un matériau, structure en bandes. 47
2.14 Schéma des pertes radiatives dans un guide d'onde courbe. 48
2.15 Section d'un guide d'onde ridge selon la méthode de Marcatili. 49
2.16 Distribution du champ du mode fondamental. ξ_i et η_i correspondent à la profondeur de pénétration de l'onde dans le milieu i. 50
2.17 Représentation de la section de deux guides d'onde couplés. 52
2.18 Représentation du fonctionnement d'un micro-résonateur : (a) Schéma d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome, (b) Fonction de transfert ou Transmission du micro-résonateur. 54
2.19 Transmission spectrale d'un micro-résonateur. 57
2.20 Schéma d'un capteur. 59
2.21 Courbe d'étalonnage d'un capteur s=f(M). 60
2.22 Variation de l'indice effectif n_{eff} en fonction de l'indice de réfraction du superstrat n_{sp} pour un guide d'onde ridge en polymères de dimensions 1,5 μm (largeur) x 1,5 μm (hauteur). 60
2.23 Différents types de détection de capteur à base de micro-résonateur : (a) détection homogène ; (b) détection surfacique ; e est l'épaisseur des molécules cibles immobilisées. 61
2.24 Technique de mesure de la réponse d'un micro-résonateur : (a) Décalage de la longueur d'onde de résonance $\Delta\lambda$; (b) Variation de l'intensité δI 62
2.25 Représentation du profil des modes TE 00, 01 et 10 pour un guide d'onde ridge de taille 3 x 3 μm^2 réalisé en polymères Air/SU8/PMATRIFE/Si ($n_{sp}= 1/n_c = 1{,}58/n_{cf} = 1{,}41/n_{si} = 3.5$). La longueur d'onde λ de la lumière propagée dans le guide d'onde vaut 1,55 μm. 66
2.26 Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10. . . 66
2.27 Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10. La croix blanche correspond au guide d'onde réalisé avec des dimensions de 1 μm $\times$ 1 μm. 67
2.28 Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10. La croix blanche correspond au guide d'onde réalisé avec des dimensions de 2 μm $\times$ 3 μm. 67
2.29 (a), (b) et (c) Solutions des équations de dispersion (Equation 2.26) (indice effectifs) pour les modes, polarisés TE, 00, 01 et 10 en fonction des dimensions du guide d'onde. (d) La zone grise, située entre la courbe du mode fondamental et des courbes des modes 01 et 10, représente l'ensemble des dimensions pour lesquelles la propagation monomodale est possible. 68
2.30 Schéma de la zone de couplage : (a) vue de dessus, (b) vue en coupe. . . . 68
2.31 Transmission spectrale pour différentes valeurs de κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9. 71

2.32 Facteur de qualité Q en fonction du taux de couplage κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9. 72
2.33 Contraste C en fonction du taux de couplage κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9. 72
2.34 Taux de couplage κ^2 en fonction du gap g pour 3 valeurs différentes de L_c. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm, de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm et réalisé en polymères (SU8/PMATRIFE/Si). 73

3.1 Représentation de la vue en coupe (a) d'un guide d'onde plan et (b) d'un guide d'onde ridge en polymères. 77
3.2 Structure chimique du polymère SU8 [234]. 78
3.3 Structure chimique du polymère PMATRIFE [236]. 79
3.4 L'ellipsomètre Jobin Yvon-Uvisel du LIMATB utilisé avec ses principaux éléments : (a) représentation schématique et (b) photographie du dispositif expérimental. 80
3.5 Évolution de l'indice de réfraction du polymère SU8 en fonction de la longueur d'onde variant de 1200 à 1630 nm. 80
3.6 Évolution de l'indice de réfraction du polymère PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde variant de 1200 à 1630 nm. 81
3.7 Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde pour (a) un superstrat d'air, (b) un superstrat d'eau désionisée et (c) un superstrat d'eau glucosée ($[C]_{gl}$=100 g/L). 82
3.8 Indices effectifs de guides d'onde : Superstrat/SU8/PMATRIFE/Si de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour des superstrats : air, eau désionisée et eau glucosée (100 g/L de glucose). 83
3.9 Représentation du procédé de *spin-coating* : (a) dépôt du matériau sur le substrat (b) étalement et (c) évaporation du solvant par rotation de la tournette. 84
3.10 Schéma de la structure après l'étape de dépôt du PMATRIFE sur un substrat de silicium et du traitement plasma d'oxygène. 85
3.11 Schéma de la structure après l'étape du dépôt de SU8. 86
3.12 Schéma de la structure après l'étape de dépôt de la silice (SiO_2). 87
3.13 Schéma de la structure après l'étape de dépôt de la résine SPR. 88
3.14 Schéma de la structure après l'étape d'insolation aux rayons UV de la résine à travers un masque en chrome. 88
3.15 Schéma de la structure après insolation aux rayons UV à travers un masque en chrome. 89
3.16 Schéma de la structure après le développement de la résine. 89
3.17 Schéma de la structure après la gravure RIE de la silice. 90
3.18 Schéma de la structure finale. 91
3.19 Image MEB de la vue en coupe d'un guide d'onde ridge Air/SU8/PMATRIFE/Si. 91
3.20 Schéma du banc optique de caractérisations optiques des guides d'onde. . . 92
3.21 Photographie du champ proche (a) ; Profils vertical et horizontal du mode à la sortie du guide (b). 94

3.22 Méthode de *cut-back*. 94
3.23 Schéma du banc optique de caractérisations optiques des guides d'onde. . . 95
3.24 Représentation des guides d'onde en "S" de différentes longueurs. 95
3.25 Évolution de la puissance de sortie P_s mesurée en fonction de la différence de longueur ΔL des guides d'onde en polymères de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm @ 1550 nm. 95
3.26 Représentation du micro-résonateur inscrit sur le masque. 97
3.27 Transmission spectrale d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si avec un rayon de 120 μm pour des pertes optiques de 10 dB/cm et un taux de couplage κ^2 de 15,7 %. 98
3.28 Contraste C de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques 5, 10 et 15 dB/cm déterminées à 1550 nm. 99
3.29 Taux de couplage calculé en fonction du gap entre la cavité et le guide d'accès rectiligne de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour trois superstrats : l'air, l'eau désionisée et l'eau glucosée (100 g/L de glucose) @ 1550 nm. . . 100
3.30 Contraste en fonction du taux de couplage calculé pour des pertes optiques de 5 dB/cm. Les régimes de couplage obtenus pour des gaps variants de 0,5 à 1 μm pour un superstrat d'eau sont indiqués. 101
3.31 Facteur de qualité Q de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques de 5, 10 et 15 dB/cm déterminées à 1550 nm pour un superstrat d'air. 102
3.32 Finesse F de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques de 5, 10 et 15 dB/cm choisies @ 1550 nm pour un superstrat d'air. 103
3.33 (a) Transmissions spectrales pour un superstrat d'eau et d'eau glucosée (100 g/L). (b) Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissout dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice de superstrat Δn_{sp} pour les modes TE et TM. 106
3.34 (a) Limite de détection LD et (b) variation maximale d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}$ en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques choisies de 5, 10 et 15 dB/cm à 1550 nm. 107
3.35 Images MEB d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si. (a) Vue de dessus, (b) et (c) vue de dessus de la zone de couplage, (d) vue tiltée des guides d'onde dans la zone de couplage. 109
3.36 Banc optique de caractérisation optique des micro-résonateurs. 109
3.37 Transmission spectrale normalisée d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1570 à 1580 nm : (a) sans contrôle de polarisation, (b) polarisation TE sélectionnée et (c) polarisation TM sélectionnée. 110
3.38 Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1553 nm. 111
3.39 Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour (a) un gap = 0,5 μm,(b) un gap = 0,6 μm et (c) un gap = 0,7 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1555 nm. 114

3.40 Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour (a) un gap = 0,5 μm et (b) un gap = 0,6 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm. 116
3.41 (a) Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm après plusieurs rinçages et repositionnements du micro-résonateur et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1552,9 nm. 118
3.42 Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1550 à 1555 nm pour trois acquisitions et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1553,8 nm. 119
3.43 (a) Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau + 100 g/L de glucose/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm pour trois acquisitions et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1553,4. 119
3.44 Transmissions spectrales d'un micro-résonateur de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1556 nm pour une concentration de 0 g/L (utilisée comme référence) et de 100 g/L. 121
3.45 Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissoute dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp}. 121
3.46 Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1555 nm. . . . 122

4.1 Le silicium poreux : (a) Image MEB et (b) schéma d'une couche de silicium poreux réalisé sur un substrat P^+ d'orientation cristalline (100). 127
4.2 Caractéristique I(V) pendant l'anodisation d'un substrat de silicium de type P^+ [264]. 127
4.3 Mécanisme réactionnel responsable de la formation du silicium poreux par anodisation électrochimique [265]. 128
4.4 Schéma d'une couche de silicium poreux : (a) non oxydée, (b) oxydée partiellement et (c) oxydée totalement (silice poreuse). 131
4.5 Images obtenues par microscopie électronique à balayage : (a) d'un guide plan (b) d'un guide canal et (c) d'une micro-cavité. 132
4.6 Schéma de la cellule d'anodisation électrochimique en configuration (a) "cathode sur le côté" et "cathode au-dessus". 132
4.7 Photographies de masques d'ouverture de surface égale à : 3,54 cm^2 (a) et 11 cm^2. (b) 133
4.8 Profils d'épaisseur de la couche poreuse pour une ouverture de masque de 3.54 cm^2 en fonction de la position de l'électrode (a) sur le côté et (b) au-dessus, à 1 cm du substrat, pour une ouverture de 3,54 cm^2. 133
4.9 Schéma du principe de la spectrométrie en incidence normale utilisée sur une couche de silicium poreux élaborée sur un substrat de silicium. 136

4.10 Exemple de spectres de réflectance expérimental et théorique d'une couche de silicium poreux non oxydé de porosité 77 % et d'épaisseur de 5,12 μm sur la gamme de longueur d'onde 1,2-2,1 μm. 139
4.11 Vitesse d'anodisation v en fonction de la densité de courant J. 140
4.12 Porosité p en fonction de la densité de courant J. 141
4.13 Indice de réfraction n en fonction de la densité de courant J pour des monocouches d'épaisseur visée de 2 et 5 μm de sliclium poreux avant traitement thermique. 142
4.14 Taux d'oxydation τ_{ox} et porosité p en fonction de la température maximale du traitement thermique d'oxydation appliqué. Les valeurs encadrées correspondent à un traitement thermique sous oxygène ; pour toutes les autres, le traitement thermique est effectué sous air. 143
4.15 Indice de réfraction n en fonction de la densité de courant J pour différents traitements thermiques pour un superstrat d'eau. 143
4.16 Représentation d'un guide d'onde (a) plan et (b) ridge en silice poreuse. . . 144
4.17 Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde en silice poreuse pour un superstrat d'air à 1550 nm. 145
4.18 Indice effectif d'un guide d'onde en silice poreuse Air/50/100/Si de dimensions 2,5 μm $\times$ 2 μm en fonction de la longueur d'onde. 146
4.19 Spectres de réflectance d'une couche poreuse appelée barrière technologique, avant et après y avoir déposé de la résine. 147
4.20 Représentation d'un guide d'onde avec un degré d'anisotropie (a) A = 0 et (b) A = 1. 149
4.21 Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF. 150
4.22 Sélectivité S_{gv} en fonction du rapport des puissances ICP et RF du plasma. 151
4.23 Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF de 20 W et une puissance ICP de 500 W. 151
4.24 Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF de 25 W et une puissance ICP de 400 W. 152
4.25 Images MEB du micro-résonateur en forme d'hippodrome : vues de dessus à différents grossissements : (a) L'ensemble du micro-résonateur de rayon égal à 25 μm et de longueur de couplage égale à 70 μm, (b) et (c) la zone de couplage. 153
4.26 Schéma du banc optique utilisé pour la caractérisation des micro-résonateurs. 154
4.27 Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur en silice poreuse Air/50/100/Si de rayon R = 25 μm et de longueur de couplage L_c = 70 μm et pour un gap = 0,8 μm sur une plage de longueur d'onde de 1548 - 1556 nm. 154
4.28 Sensibilité S en fonction des indices de réfraction, du cœur et du confinement inférieur, calculée pour une détection homogène de glucose. 50 et 80 étant les densités de courant à appliquer. 157
4.29 Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C pour (a) un superstrat d'air et (b) un superstrat d'eau à 1550 nm. 158

4.30 Indices effectifs de guide d'onde Superstrat/50/80/Si de dimensions 2 μm $\times$ 1,5 μm pour les superstrats : air et eau désionisée. 158
4.31 Évolution de la puissance de sortie mesurée en fonction de la longueur du guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C à 1550 nm. . 159
4.32 Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Air/50/80/Si de rayon R = 100 μm, une longueur de couplage L_c = 70 μm et pour un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1549 à 1553 nm. 160
4.33 Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Eau/50/80/Si de rayon R = 100 μm, une longueur de couplage L_c = 70 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1550 à 1554 nm. 161
4.34 Vue en coupe obtenue par MEB d'un guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C. 162
4.35 Taux de couplage calculé en fonction du gap entre la cavité et le guide d'accès rectiligne de dimensions 2 μm $\times$ 1,9 μm pour un superstrat d'eau désionisée à 1550 nm. 163
4.36 Transmissions spectrales d'un micro-résonateur de rayon R = 100 μm, de longueur de couplage L_c = 70 μm et avec un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1556 nm pour une concentration de 0 g/L (utilisée comme référence) et de 15 g/L. 164
4.37 Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissoute dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp}. 165

LISTE DES TABLEAUX

1.1 Limites de détection des différents capteurs optiques. 15
1.2 Capteurs à base de micro-résonateurs à mode de galerie. 19
1.3 Capteurs à base de micro-résonateurs simples. 23
1.4 Capteurs à base de micro-résonateurs : autres configurations. 25
1.5 Capteurs à base de micro-résonateurs cascadés. 27
1.6 Capteurs à base de micro-résonateurs *slot*. 29
1.7 Capteurs à base de micro-résonateurs poreux. 30

3.1 Polymères disponibles au laboratoire Foton et leurs indices de réfraction. . 78
3.2 Indices effectifs et de groupe pour un guide d'onde : Superstrat/SU8/PMATRIFE/Si de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour des superstrats : air, eau désionisée et eau glucosée (100 g/L de glucose) (@ 1550 nm). 83
3.3 Paramètres de dépôt à la tournette pour le PMATRIFE. 85
3.4 Paramètres de dépôt à la tournette pour la SU8. 86
3.5 Paramètres de dépôt par pulvérisation cathodique de la silice. 87
3.6 Paramètres de dépôt à la tournette de la résine SPR-700. 88
3.7 Paramètres de gravure sèche RIE de la silice. 90
3.8 Paramètres de gravure de la SU8. 91
3.9 Exemples de pertes optiques obtenues sur des guides d'onde avec un cœur en polymère SU8. 96
3.10 Taux de couplage pour des guides d'onde de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm. 100
3.11 Facteur de qualité Q pour trois différents superstrats et deux pertes linéiques différentes. 102
3.12 Finesse F pour trois superstrats différents et deux pertes linéiques différentes. 103
3.13 Limite de détection LD et variation maximale d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}$. 107
3.14 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe. 112
3.15 Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F à 1550 nm. 113
3.16 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe. 114
3.17 Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F. . . . 115

3.18 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe. 116
3.19 Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F. . . . 117
3.20 Paramètres calculés et d'ajustement : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe. 122

4.1 Les différents types de silicium poreux. 129
4.2 Paramètres d'anodisation électrochimique et caractéristiques des couches de silicium poreux étudiées - configuration "sur le côté". 134
4.3 Paramètres d'anodisation électrochimique et caractéristiques des couches de silice poreuse étudiées. 135
4.4 Les étapes des différents traitements thermiques d'oxydation. 135
4.5 Caractéristiques des différentes mono-couches étudiées pour une épaisseur visée de 5 μm 140
4.6 Caractéristiques des différentes mono-couches étudiées pour une épaisseur visée de 2 μm 141
4.7 Paramètres de dépôt à la tournette de la résine S1805 148
4.8 Vitesses de gravure de la résine et de la couche de coeur obtenues pour différentes valeurs de puissances RF et ICP 150
4.9 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe. 155
4.10 Caractéristiques du micro-résonateur ajustées et calculées : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F. 155
4.11 Indices effectif et de groupe pour un guide d'onde Superstrat/50/80/Si de dimensions 2 μm $\times$ 1,5 μm pour des superstrats : air et eau désionisée. . . 159
4.12 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe pour un superstrat d'air. 161
4.13 Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques, et indice de groupe pour un superstrat d'eau désionisé. 162

INTRODUCTION

L'une des préoccupations mondiales actuelles est d'offrir aux habitants de la planète une très bonne qualité de vie sur la plus longue période possible. La surveillance et l'amélioration de ces conditions de vie ont mené aux développements de capteurs pour détecter différentes molécules cibles susceptibles d'être dangereuses, incluant des gaz, des protéines ou encore des virus par exemple. Ces capteurs ont une place importante dans notre société et ont une application dans tous les domaines de la vie quotidienne, alimentaire (pour évaluer la présence d'allergènes,...), de l'environnement (traitement de l'eau, surveillance de la pollution,...), de la santé (recherche médicale, contrôle de paramètres physiologiques,...) ou encore de la sécurité (détection de risques biologiques,...).

Le marché mondial des capteurs a été évalué à 79,5 milliards de dollars en 2013 et atteindrait 154,4 milliards de dollars en 2020 avec une croissance annuelle de 10,1 % sur la période 2015-2020. Le marché des biocapteurs, qui représente 7 % du marché global, suit la même tendance d'évolution annuelle. Les capteurs ont été désignés technologies clés pour l'horizon 2020 par la Direction Générale des Entreprises (DGE) en 2015 [1]. Aux vues de la demande du marché et de la diversité des domaines d'applications concernés, différents types de capteurs ont été développés depuis ces dernières décades. L'objectif de ces capteurs est de réaliser une détection sensible, rapide et sélective de faibles concentrations de molécules afin de, par exemple, déterminer au plus tôt l'apparition d'une maladie chez un patient pour le traiter et le soigner rapidement, ou encore prévenir d'une catastrophe écologique par la détection de polluants dans un environnement.

Il est maintenant bien établi que les capteurs portatifs compacts peuvent être d'une grande aide pour alléger la limitation inhérente aux techniques de laboratoire en terme de résolution spatiales et temporelles. Dans cette démarche, les circuits intégrés optiques sont une solution particulièrement intéressante pour leur capacité d'intégration et leur fabrication accessible grâce aux technologies matures de la microélectronique qui peuvent permettre la réalisation de systèmes de capteurs optiques portables, robustes et à faible coût. Parmi les capteurs développés en optique intégrée, les micro-résonateurs optiques offrent l'avantage de posséder une grande sensibilité tout en réduisant considérablement la taille du dispositif par rapport à des dispositifs interférométriques par exemple ; ainsi la quantité de molécules à détecter et donc à prélever est réduite.

Les capteurs à base de micro-résonateurs sont majoritairement réalisés à partir de matériaux massifs, polymères ou semi-conducteurs, et s'appuient sur l'interaction entre la partie évanescente de l'onde avec les molécules à détecter, présentes dans l'environnement

du guide d'onde. Le principe général de détection est simple et consiste à mesurer un décalage de la longueur d'onde de résonance avec la variation d'indice effectif due à la présence des molécules à détecter. Cependant, les facteurs de qualité des micro-résonateurs en optique intégrée sont limités contrairement aux micro-résonateurs sphériques par exemple. Sachant cela et afin d'améliorer la sensibilité d'un tel micro-résonateur, l'interaction entre les molécules à détecter et la lumière doit être améliorée [2]. Actuellement, les sensibilités atteintes dans la littérature avec de la détection par évanescence et avec un seul micro-résonateur avoisine les 100 nm/UIR en moyenne [3]–[5]. Quant à la limite de détection, exprimée comme la plus petite variation d'indice détectable, elle peut atteindre théoriquement jusqu'à 10^{-9} [6] contre 10^{-7} expérimentalement [7].

Dans cette thèse, afin d'exalter davantage la sensibilité, nous prévoyons de détecter les molécules par leur interaction directe avec la majeure partie de l'onde optique propagée dans le micro-résonateur, c'est à dire grâce à une détection en volume et non pas avec la partie de l'onde évanescente. Ce type de détection est réalisable avec l'utilisation d'un matériau poreux comme le silicium poreux.

L'intérêt du silicium poreux est sa porosité modulable en fonction des paramètres d'élaboration mais aussi en fonction de traitement thermique d'oxydation. Cette porosité ajustable, directement liée à son indice de réfraction (qui peut alors varier entre l'indice de l'air et celui du silicium massif), permet la réalisation de structures optiques guidantes [8]. En outre, le silicium poreux est déjà largement utilisé comme couche de détection active pour la détection de biomolécules grâce à sa grande surface spécifique et sa biocompatibilité ce qui permet sa fonctionnalisation pour le greffage de molécules [9]. Par ailleurs, le potentiel du silicium poreux comme matériau pour la réalisation de micro-résonateur à destination d'application capteur, a été démontré par Hutter *et al* avec une amélioration de la sensibilité, pouvant atteindre théoriquement 700 nm/UIR [10].

Afin de profiter simultanément des avantages des capteurs à base de micro-résonateurs optiques et ceux apportés par l'utilisation du silicium poreux, l'objectif final de la thèse est de combiner les deux et de réaliser des micro-résonateurs à base de silicium poreux. Ainsi, dans la perspective de développer des capteurs performants, nous exposons dans ce manuscrit les études préliminaires menées pour l'élaboration d'un micro-résonateur optique à base de silicium poreux.

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres :

— Dans le premier chapitre, nous présentons une étude bibliographique relative aux capteurs optiques intégrés. Un état de l'art de leurs caractéristiques (sensibilité et limite de détection) est présenté ; il permet de mettre en évidence l'avantage d'utiliser un micro-résonateur optique intégré comme transducteur. L'intérêt d'associer le micro-résonateur avec le silicium poreux est aussi souligné dans ce chapitre.

— Dans le chapitre 2, nous introduisons toutes les notions nécessaires à la compréhension du principe de fonctionnement d'un micro-résonateur utilisé en tant que transducteur pour des applications de détection. Après une introduction de certaines notions de base de l'optique guidée, le principe de fonctionnement et les caractéristiques du micro-résonateur sont décrits. Dans un second temps, les caractéristiques du transducteur, sensibilité et gamme de détection, sont décrites pour différents types de détection et différentes méthodes d'analyse. Dans un troisième temps, les modèles utilisés pour la conception des guides d'onde et du micro-résonateur sont décrits.

— Dans le chapitre 3, nous présentons la conception, la fabrication et la caractérisation de micro-résonateurs à base de polymères ; ce qui permet de vérifier expérimentalement les modèles développés lors e ces travaux de thèse et présentés dans le chapitre 2. Nous y présentons les polymères SU8 et PMATRIFE choisis pour réaliser les micro-résonateurs. Nous présentons ensuite la conception, à l'aide de la méthode de l'indice effectif, des guides d'onde ridges monomodes constituant le micro-résonateur, ainsi que toutes les étapes de leur réalisation technologique. Les caractéristiques du micro-résonateur et du transducteur sont ensuite calculées théoriquement. La dernière partie est consacrée à la caractérisation optique des micro-résonateurs et à la détection homogène de différentes concentrations de glucose.
— Dans le chapitre 4, la conception, la fabrication et la caractérisation de micro-résonateurs à base de silicium poreux partiellement et totalement oxydé sont présentées. Dans un premier temps, le silicium poreux et sa réalisation par anodisation électrochimique sont exposés. Dans un deuxième temps, les conditions expérimentales d'élaboration du silicium poreux sont présentées et l'indice de réfraction des couches de silicium poreux réalisées est étudié en fonction des paramètres d'anodisation électrochimique et des traitements thermiques appliqués. Dans un troisième temps, la mise au point du procédé de fabrication d'un micro-résonateur en silicium poreux oxydé totalement est décrite. Le micro-résonateur réalisé est ensuite caractérisé optiquement validant ainsi la réalisation technologique. Finalement, afin de réaliser des applications de détection avec un capteur sensible, un micro-résonateur à base de silicium poreux oxydé partiellement est réalisé et caractérisé optiquement et pour la détection de différentes concentrations de glucose.

Ce manuscrit se termine par une conclusion et des perspectives aux travaux effectués.

CHAPITRE 1

ÉTAT DE L'ART

Sommaire

1.1 Définition d'un transducteur 6
1.2 Les capteurs optiques intégrés 8
1.2.1 La détection avec marquage 8
1.2.2 La détection sans marquage 8
1.2.3 Principe de détection des capteurs optiques intégrés 10
1.2.4 Exemple de capteurs optiques intégrés sans marquage 11
1.3 Capteurs utilisant des micro-résonateurs 16
1.3.1 Les micro-résonateurs à mode de galerie 17
1.3.2 Les micro-résonateurs à mode guidé 19
1.3.3 La détection par évanescence 21
1.3.4 La détection en volume 27
1.4 Conclusion et objectifs de la thèse 31

Les différents domaines d'applications concernés par les capteurs comme l'agroalimentaire, l'environnement, la santé ou encore la sécurité, ont un besoin toujours croissant de développer des capteurs sensibles, rapides et faciles d'utilisation. Aux vues du marché et de la diversité des domaines d'applications concernés, une multitude de capteurs, tels que des microbalances, des transistors, ou des cristaux photoniques par exemple, ont été développés lors de ces dernières décennies [11].

Parmi toutes les technologies étudiées et les différents capteurs réalisés, les capteurs optiques présentent de nombreux avantages pour répondre aux différents besoins comme l'immunisation aux interférences électromagnétiques, leur stabilité dans les environnements agressifs et leur faculté à réaliser de la détection [12]. Un grand intérêt a été porté plus particulièrement aux capteurs optiques intégrés à base de guides d'onde. Ces capteurs ont connu une croissance rapide et une grande variété de conception a été développée afin d'être intégrée sur des plateformes optiques [13]. La nature robuste de ces capteurs en font de bons candidats destinés à la détection de molécules spécifiques hors laboratoire par des personnes qualifiées ou non.

Dans la vaste étendue de capteurs optiques étudiés, les capteurs à base de micro-résonateurs ont attiré l'attention des chercheurs par leur capacité à être miniaturisés, tout en étant sensibles, et pour leur potentiel d'intégration relativement aisée dans des réseaux de capteurs pour de la détection multiple [14].

Dans ce chapitre, nous commencerons par des notions générales sur les capteurs optiques notamment sans marquage. Nous présenterons ensuite une liste non exhaustive d'exemples de capteurs optiques intégrés étudiés. Puis, nous nous focaliserons sur les capteurs optiques intégrés à base de micro-résonateurs.

1.1 Définition d'un transducteur

Un capteur est un système analytique intégré transformant une grandeur à détecter en un signal mesurable. L'objectif du capteur est de détecter, de manière générale, un paramètre physique, comme la température [15], chimique, comme le pH [16], ou encore biologique, comme la concentration de molécules spécifiques (biomolécules,...) [17]. Dans la suite, nous nous intéresserons aux capteurs pour la détection de molécules biologiques comme les protéines, l'ADN, ou encore le glucose. Ces molécules que l'on souhaite détecter sont appelées molécules cibles. La figure 1.1 représente le schéma du principe d'un capteur pour la détection biologique. Ce capteur permet la détection, la transmission et l'analyse de l'information recherchée [18]. Il est composé d'un milieu de détection contenant notamment les molécules à détecter, d'un transducteur et d'une interface de commande.

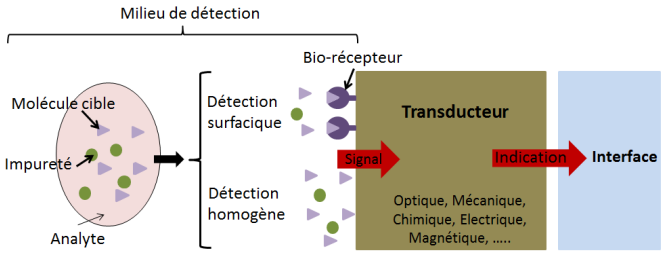


FIGURE 1.1 – Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur.

Le rôle du transducteur est de traduire la présence des molécules cibles en une grandeur physiquement mesurable, appelée indication du capteur ; la valeur de l'indication étant proportionnelle ou inversement proportionnelle à la variation de la concentration des molécules cibles. Pour exemple, on distingue différents types de capteurs selon la nature des propriétés modifiées du transducteur : optiques [11], [13], chimiques [19], [20], électriques [21], [22], magnétiques [23], [24] ou encore mécaniques [25], [26]. L'interaction entre les molécules cibles présentes dans le milieu de détection, qui est plus ou moins complexe (présence ou non d'impuretés), et le transducteur peut se faire de deux façons différentes :

— les molécules sont réparties de manière homogène dans le milieu de détection, la détection est alors dite homogène,
— les molécules sont greffées à d'autres espèces biologiques sensibles aux molécules cibles, appelées bio-récepteurs. La surface du transducteur est alors fonctionnalisée. Les bio-recepteurs sont capables de reconnaître spécifiquement les molécules grâce à leur site sélectif et ont pour rôle la fixation des molécules cibles contenues dans l'analyte. Ces types de capteurs sont appelés bio-capteurs et la détection est dite surfacique.

Le premier bio-capteur a été étudié dans les années 1960 par Clark et Lyons pour des mesures de concentration en oxygène dans le sang [27]. Il consistait à piéger l'enzyme Glucose Oxydase sur une membrane à dialyse à la surface d'une électrode de platine sensible à l'oxygène. Ils découvrirent que la concentration en oxygène de l'échantillon diminuait proportionnellement à l'augmentation de la concentration de glucose. Ce qui a permis, en 1975, la commercialisation pour la première fois d'un bio-capteur pour la détection du glucose dans le sang par Yellow Spring Instruments [28]. A ce jour, les détecteurs de glucose constituent la plus grande part de marché des bio-capteurs, notamment pour assister les personnes atteintes du diabète. La voix prometteuse, ouverte par Clark et Lyons, dans le domaine de la recherche a suscité l'intérêt général d'un grand nombre de scientifiques issus de différentes disciplines, comme des biologistes, chimistes et physiciens. Ces collaborations ont amené à exploiter de nombreuses variantes de capteurs en cherchant à acquérir des performances toujours meilleures. Les performances des capteurs sont définies principalement à l'aide des caractéristiques suivantes [29] :

— La sensibilité S qui représente la variation de l'indication du capteur par unité de changement du paramètre à détecter.
— La limite de détection LD qui représente la plus petite variation détectable du paramètre à détecter par le capteur.
— La gamme de détection qui représente l'intervalle de détection possible, de la plus petite (LD) à la plus grande variation mesurables du paramètre à détecter par le capteur.

Les capteurs sont étudiés dans le but de détecter de très faibles concentrations d'une molécule cible bien spécifique ; pour cela les capteurs doivent présenter à la fois une sensibilité S élevée et une limite de détection LD faible. Les capteurs doivent aussi présenter d'autres propriétés. Notamment, ils doivent présenter une bonne sélectivité ; c'est à dire qu'ils doivent être capables de distinguer la molécule cible d'une autre molécule. Ils doivent aussi être immunisés aux interférences, être fiables, robustes, portables, réalisés avec un procédé de fabrication simple et peu onéreux. De plus, la détection doit se faire rapidement et de manière réversible c'est à dire qu'après la mesure le capteur revient à son état de référence.

Parmi les différents transducteurs présentés, les transducteurs optiques sont intéressants car ils permettent aux capteurs de présenter une grande sensibilité et une large gamme de détection comme nous le verrons ci-dessous [11].

De plus, les capteurs optiques présentent d'autres avantages : ils ne détruisent pas l'environnement à sonder, ils peuvent être utilisés en milieu aqueux, ils ne sont pas sujet aux risques de chocs électriques ou d'explosion, ils sont immunisés aux interférences électromagnétiques, et en utilisant des fibres optiques pour injecter et extraire la lumière du composant, la détection déportée est aussi réalisable [12].

Ces capteurs optiques s'appuient sur l'optique guidée qui permet de contrôler la trajectoire de la lumière et d'éviter l'optique en espace libre qui induit des aberrations optiques et qui demandent de réaligner des composants massifs qui ne se prêtent pas à la miniaturisation des composants [13].

Dans la suite, nous présentons les différentes formes de capteurs optiques étudiés et donnons leur performance en terme de détection. Les principales caractéristiques de ces capteurs sont : la sensibilité donnée en nm/UIR (Unité d'Indice de Réfraction) et la limite de détection exprimée en UIR ou parfois en pg/mm^2 pour la détection surfacique.

1.2 Les capteurs optiques intégrés

Il existe deux types de détection principalement utilisés par les capteurs optiques : avec marquage et sans marquage.

1.2.1 La détection avec marquage

Dans le cas de la détection avec marquage, les molécules cibles sont étiquetées grâce à une interaction avec des molécules appelées marqueurs. La détection s'appuie sur l'exploitation d'une propriété optique des marqueurs, comme par exemple la fluorescence. Les molécules fluorescentes absorbent de l'énergie lumineuse à une certaine longueur d'onde et la restituent rapidement sous forme de lumière fluorescente à une autre longueur d'onde. Ce type de capteur permet la détection jusqu'à la molécule unique [30]. Cependant, ce type de détection fait face à un certain nombre d'inconvénients. L'étape de marquage, qui doit être renouvelée pour chaque nouveau couple molécule-marqueur, est un processus complexe qui allonge le temps de préparation et engendre des coûts supplémentaires et empêche la réalisation de la détection sur le point d'intervention *in situ* (ou *Point-of-Care*, en anglais). L'émission du marqueur est victime du phénomène de photoblanchiment ou d'extinction (ou *quenching*) et se dégrade au cours du temps (vieillissement). Les interactions entre le milieu, la molécule et le marqueur peuvent dénaturer soit la molécule, soit le marqueur, altérant ainsi l'analyse [31]. De plus, c'est un réel défi de quantifier précisément les molécules cibles puisqu'il est difficile de contrôler le nombre exact de marqueurs sur celles-ci [32].

1.2.2 La détection sans marquage

Dans le cas de la détection sans marquage, les molécules cibles sont détectées dans leur forme naturelle. Cette technique permet donc d'analyser un échantillon de façon non destructive. De plus, elle fournit des informations quantitatives et cinétiques de l'interaction moléculaire étudiée [33]. La détection sans marquage offre l'avantage de pouvoir

permettre une détection rapide puisque, contrairement à la détection avec marquage, il n'y a pas nécessité de marquer la molécule cible. Elle permet donc de réaliser des mesures en temps réel et des détections pour du *Point-of-Care*. Tous ces avantages rendent légitime le développement de capteurs sans marquage comme alternative à la méthode basée sur le marquage. Dans la suite et dans les travaux de cette thèse, nous étudierons la détection sans marquage.

Les différents capteurs optiques sans marquage développés peuvent se distinguer en deux catégories distinctes : des capteurs à base de fibres optiques et des capteurs intégrés à base de guides d'onde réalisés sur un substrat plan.

1.2.2.1 Les fibres optiques

Les fibres optiques ont été largement étudiées dans le domaine des télécommunications [34], [35] ; ainsi le procédé de fabrication est bien établi et fiable, ce qui a permis de développer des capteurs à base de fibres optiques : à réseau de Bragg [36], à réseaux à longues périodes [37] ou encore à cristaux photoniques [38]. Le capteur optique à fibre à réseau de Bragg représenté sur la figure 1.2 est l'un des plus utilisés.

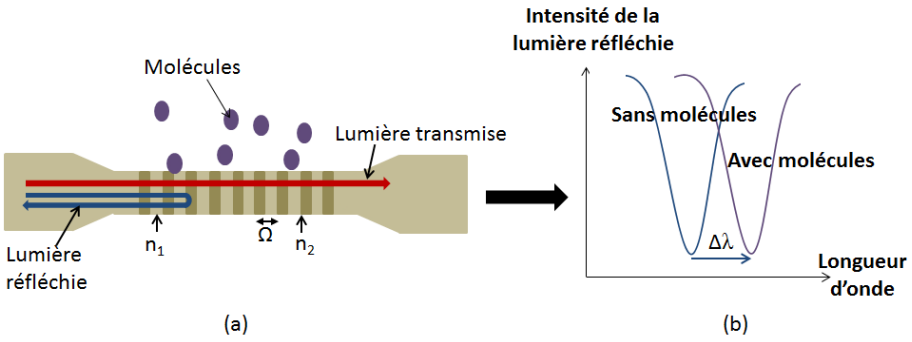


FIGURE 1.2 – Principe d'un capteur à base de fibres optiques à réseaux de Bragg.

La périodicité Ω de la structure permet la réflexion d'une longueur d'onde bien précise (figure 1.2a). Le décalage $\Delta\lambda$ de celle-ci avec la présence de molécules, représenté sur la figure 1.2b, est utilisé pour la détection [39]. Des fibres optiques à réseaux à longues périodes, jusqu'à quatre ordres de grandeur plus élevés que les périodes des réseaux des fibres à réseaux de Bragg, sont aussi étudiées, car elles présentent une meilleure sensibilité aux variations d'indice de réfraction de l'environnement [40]. En 2016, une plateforme a été développée avec une fibre à réseau à longues périodes pour la détection de glucose [41]. La limite de détection des capteurs à fibres optiques est de l'ordre de 10^{-6} UIR [39], [42]. Toutefois, une limite de détection de $4{,}6.10^{-7}$ UIR a été obtenue sur des capteurs à base de fibres à cristaux photoniques [43]. Pour obtenir une meilleure interaction entre la lumière et les molécules, la gaine de la fibre optique doit être gravée ou amincie jusqu'au cœur de la fibre cependant cette action dégrade fortement la robustesse de la fibre [44].

1.2.2.2 Les capteurs optiques intégrés

Contrairement aux capteurs à fibres optiques, les capteurs à base de guides d'onde réalisés sur un substrat plan, aussi appelés capteurs optiques intégrés, peuvent être sujets à la miniaturisation et ont, donc, le potentiel de pouvoir être intégrés en grand nombre sur

une petite surface afin de réaliser des laboratoires-sur-puce (LOC, de l'anglais Lab-On-Chip). Ce sont des plateformes sur lesquelles toutes les fonctions sont intégrées (à l'image d'une puce électronique), de la préparation de l'analyte à la mesure de l'indication du capteur [45]. Les LOCs présentent l'avantage d'être miniaturisés et portables. De plus, de par leur miniaturisation, les LOCs consomment de faibles quantités d'analyte et d'énergie [46]. Les LOCs combinent la micro-fluidique et les capteurs optiques [47], [48] ; la micro-fluidique est un système qui permet de manipuler de faibles volumes de fluides dans des canaux de quelques μm de diamètre [49], et permet d'amener l'analyte au contact du transducteur. Les capteurs optiques intégrés étant incorporables facilement dans les dispositifs micro-fluidiques, ils sont attractifs pour l'intégration sur un LOC ; ce qui permet dans un même temps de réduire le temps de réponse du capteur optique [50]. De plus, les capteurs optiques intégrés, stables mécaniquement [12], peuvent être intégrés sur des LOCs qui doivent aussi être robustes afin de pouvoir être manipulés par une personne qualifiée ou non. Il est aussi possible de produire les capteurs optiques intégrés en masse et donc de les rendre potentiellement peu onéreux.

Ils permettent aussi la réalisation de la multi-détection puisqu'il est possible de fabriquer des réseaux de capteurs optiques intégrés destinés à la détection de différentes molécules sur une même puce à partir des mêmes prélevements [51].

Les capteurs optiques intégrés sont donc de bons candidats pour réaliser des composants sensibles, miniaturisés, rapides, peu onéreux, robustes et adaptés à la multi-détection.

1.2.3 Principe de détection des capteurs optiques intégrés

La plupart des capteurs optiques intégrés sont basés sur le principe de la détection par évanescence [11], [12], [32], [45]. Ils sont composés de guides d'onde dans lesquels la lumière se propage ; ils sont représentés sur la figure 1.3.

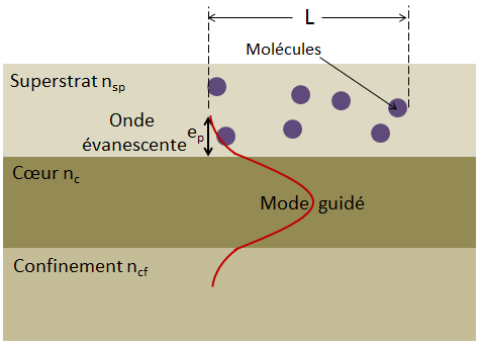


FIGURE 1.3 – Schéma du principe de détection par onde évanescente dans un guide d'onde optique.

Un guide d'onde est composé de 3 couches différentes : une couche guidante (ou cœur), d'indice de réfraction élevé n_c entourée par deux couches d'indice de réfraction plus faible, la couche de confinement supérieur, ou superstrat, d'indice de réfraction n_{sp}, où se déroule la détection, et la couche de confinement inférieur d'indice n_{cf}. La lumière est alors confinée dans la couche guidante, d'indice n_c, et se propage dans le guide d'onde, on parle alors de modes guidés ; le principe de propagation de la lumière dans un guide d'onde est détaillé

dans le chapitre 2. Malgré le confinement de la lumière, une partie de celle-ci, appelée onde évanescente, va s'étendre notamment sur une profondeur de pénétration e_p dans le superstrat d'indice n_{sp}. La présence de molécules dans le superstrat, sur une longueur d'interaction L, va modifier les propriétés optiques du mode guidé, notamment son indice effectif, par le changement des propriétés optiques du milieu de l'onde évanescente. Ce dispositif est sensible et adapté à la détection de faibles quantités de molécules cibles [12]. La sensibilité d'un tel capteur peut être augmentée par l'accroissement de la profondeur de pénétration e_p de l'onde évanescente dans le milieu de détection. Celle-ci est augmentée par la conception du guide d'onde, le choix des indices de réfraction ou encore par le choix de la longueur d'onde de la lumière propagée dans le guide. La sensibilité est aussi améliorée par l'ajustement de la longueur d'interaction L entre la lumière et les molécules à une valeur optimale.

Les capteurs optiques intégrés, basés sur le principe de la détection par évanescence, s'appuient sur différents mécanismes de détection dont notamment la fluorescence [52], l'absorption [53] et la réfractométrie [32].

Les capteurs basés sur la fluorescence ont été développés pour une large gamme de molécules cibles. La majorité de ces capteurs utilise la technique de l'excitation de la fluorescence par le biais de l'onde évanescente qui vient exciter les molécules fluorescentes localisées à la surface du guide d'onde. Cette technique possède tous les inconvénients d'une détection avec marquage. Les deux autres principes lui sont donc préférés.

Les capteurs basés sur l'absorption exploitent l'absorption de l'onde évanescente. La variation du coefficient d'absorption du milieu de détection résulte en une variation de l'absorption de l'onde évanescente, qui est répercutée sur les propriétés de transmissions optiques du guide d'onde.

Les capteurs basés sur la réfractométrie s'appuient, quant à eux, sur la variation d'indice de réfraction du milieu de détection, due à la concentration de molécules cibles ajoutées dans le superstrat [54], [55].

1.2.4 Exemple de capteurs optiques intégrés sans marquage

Les progrès croissants dans le domaine de l'optique intégrée, à la fois sur la compréhension des phénomènes physiques en jeu, sur les procédés de fabrication et sur les outils de mesure associés, ont favorisé le développement et l'amélioration d'une grande variété de capteurs optiques intégrés sans marquage. Les capteurs optiques intégrés basés sur la réfractométrie sont les plus largement étudiés [32]. Les principaux capteurs optiques intégrés sans marquage utilisant la détection par évanescence pour sonder un changement d'indice de réfraction sont présentés, de manière non exhaustive, ci-après.

1.2.4.1 Résonance plasmonique de surface

L'utilisation de la résonance plasmonique de surface SPR (de l'anglais *Surface Plasmon Resonance*) a été étudiée pour la détection à partir des années 1980 [56]–[58]. Suite à des recherches approfondies pendant trois décennies [59], [60], les capteurs optiques SPR sont maintenant largement commercialisés par plusieurs entreprises internationales pour la caractérisation et la quantification de molécules comme par exemple Biosensing Instrument [61], BioNavis [62], Reichert Technologies [63] ou encore GE Healthcare [64], par exemple. Le principe de la détection basée sur la SPR est décrit sur la figure 1.4. Les plasmons de surface sont des oscillations de la densité de charge qui existent à l'interface

entre deux milieux possédant des constantes diélectriques opposées, le plus souvent, un milieu métallique et un diélectrique. Le couplage par un prisme de la lumière à l'interface diélectrique-métal, représenté sur la figure 1.4a, crée une onde évanescente qui pénètre dans la couche métallique. D'autres méthodes de couplage ont été étudiées : couplage avec un guide d'onde, avec une fibre optique ou un réseau (*grating*) [32], [65]. Pour un certain angle dit de résonance, la constante de propagation du champ évanescent correspond à celui des plasmons de surface et les photons sont couplés avec les électrons de la bande de conduction du métal. Ce phénomène physique est la résonance plasmonique de surface. L'angle de résonance correspond à un minimum d'intensité du faisceau lumineux réfléchi à l'interface. La variation de l'indice de réfraction du milieu environnant induit un décalage de l'angle de résonance $\Delta\theta_{res}$; cette propriété est utilisée pour la détection. La détermination de la présence de molécules à la surface se fait par une interrogation angulaire (en faisant varier l'angle d'incidence à une longueur d'onde fixe), représentée sur la figure 1.4b [56], [60]. Elle peut aussi être réalisée par une interrogation spectrale (en faisant varier la longueur d'onde pour un angle fixe)[66], [67].

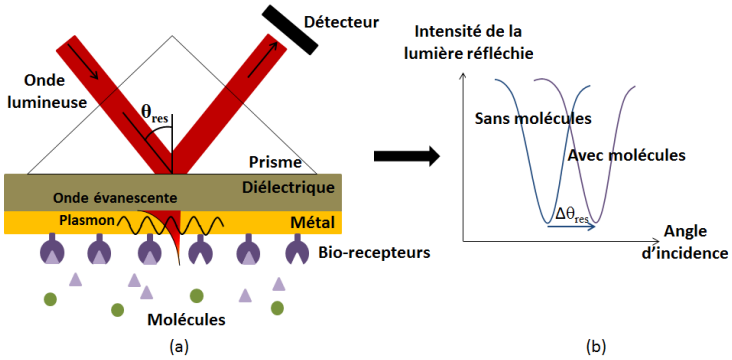


FIGURE 1.4 – Principe de la résonance plasmonique de surface pour une interrogation angulaire.

Les capteurs SPR présentent une bonne limite de détection jusqu'à 10^{-8} UIR [68]. Pour améliorer la détection des capteurs SPR jusqu'à la détection d'une molécule unique, de nouvelles structures sont étudiées comme celle où la couche de métal est entourée par deux diélectriques d'indice de réfraction similaire permettant l'exploitation de la *long range* SPR [32], [60], [69]–[72]. Cependant, elles rajoutent de nouvelles étapes au procédé de réalisation et demandent plus de temps d'analyse [73], [74].

De la multi-détection d'antibiotiques dans des échantillons de lait a été réalisée avec un capteur portable avec plusieurs canaux [75]. D'autres recherches sont menées pour miniaturiser ces capteurs, notamment, en étudiant la résonance plasmonique de surface localisée LSPR (de l'anglais *Localized Surface Plasmon Resonance*) qui utilise des nanoparticules de métal [74], [76] ou bien en utilisant le couplage par un guide d'onde [77]. Cependant, l'intégration des capteurs SPR sur un LOC reste encore complexe [45].

1.2.4.2 Coupleur à réseau de diffraction

Un *grating coupler* est un guide d'onde avec des perturbations périodiques. A un certain angle d'incidence θ_{ce}, la condition de couplage entrant est effectuée pour exciter le mode guidé. Lorsque des molécules sont introduites à la surface du réseau de diffraction,

la condition de couplage entrant est alors modifiée changeant ainsi l'angle incident θ_{ce} permettant la propagation de la lumière. Un détecteur est placé à la sortie du guide d'onde pour mesurer l'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence θ_{ce}. Le principe de détection est schématisé sur la figure 1.5.

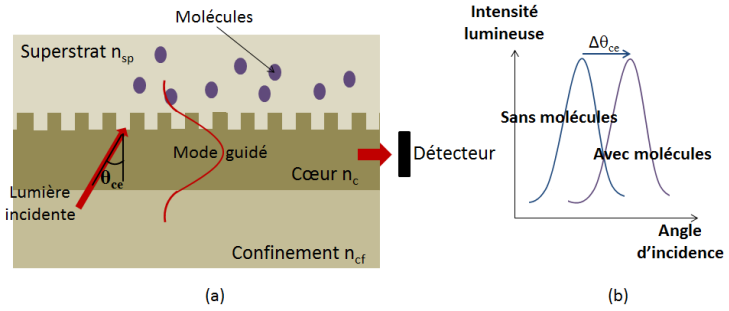


FIGURE 1.5 – Principe d'un capteur à base de *grating couplers*.

Pour faire varier l'angle d'incidence, le coupleur à réseau de diffraction est placé sur un support de rotation [78], [79]. Il est aussi possible, à l'inverse, de lire l'angle de couplage sortant θ_{cs} de la lumière injectée à l'entrée du guide. Cet angle θ_{cs} est modifié par l'ajout de molécules. Dans ce cas, il est possible d'exclure l'utilisation d'un support de rotation [80]. La limite de détection d'un capteur à base de coupleur à réseau de diffraction est de l'ordre de 10^{-6} UIR. Un autre système a été développé pour analyser la détection en variant, non plus, l'angle d'incidence de la lumière mais sa longueur d'onde. Un deuxième coupleur à réseau de diffraction est placé après le premier au niveau de la sortie du guide d'onde, couplant hors de celui-ci la lumière vers un détecteur. La limite de détection de ce système est de 10^{-7} UIR [81]. Les capteurs à base de coupleur à réseau de diffraction ont aussi été intégrés sur des plateformes avec plusieurs canaux permettant la détection multiple de trois protéines différentes dans le lait avec une limite de détection inférieure à 10^{-6} UIR [82], [83]. Ce type de capteur est commercialisé, notamment, par Corning [84] et Microvacuum [85].

1.2.4.3 Cristaux photoniques

Les cristaux photoniques ont été proposés pour la première fois il y a trois décennies [86], [87]. Ce sont des structures périodiques de dimension de l'ordre de la longueur d'onde de la lumière. Le motif est une répétition de variation d'indices de réfraction dans une, deux ou trois dimensions (figure 1.6a).

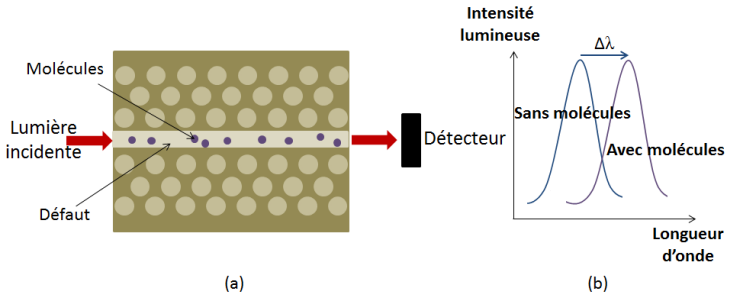


FIGURE 1.6 – Principe d'un capteur à base d'un cristal photonique à deux dimensions.

A l'image des semi-conducteurs en électronique, il y a création de bandes interdites photoniques dans lesquelles les longueurs d'onde ne peuvent pas se propager dans le cristal photonique [86]. L'introduction d'un défaut dans la structure périodique va entraîner la création d'un pic de résonance dans la bande interdite. Un mode de défaut est créé et il se propage dans le cristal photonique. La position spectrale de ce pic de résonance dépend de l'environnement du défaut. Cette position est modifiée par l'ajout de molécules cibles autour du défaut ; comme l'illustre la figure 1.6b. Des capteurs à base de cristaux photoniques ont été étudiés à la fois en configuration à une [88], [89], deux [90], [91] et trois [92], [93] dimensions. Les limites de détection sont de l'ordre de grandeur de 10^{-3} à 10^{-5} UIR [89], [94]–[96]. De la multi-détection de protéines a aussi été réalisée avec plusieurs cristaux photoniques sur une même puce, chacun destiné à la détection d'une molécule particulière [97], [98]. Ces capteurs ne possèdent pas encore d'aussi bonnes limites de détection que les capteurs interférométriques, que nous verrons dans la partie suivante, ou les capteurs SPR mais des études sont menées pour améliorer cette limite de détection notamment par le biais de l'augmentation du facteur de qualité des structures, permettant d'obtenir un pic de résonance plus fin, d'un ordre de grandeur, jusqu'à 10^5 dans l'eau glucosée, permettant d'obtenir une limite de détection de $8{,}6.10^{-6}$ UIR [99].

1.2.4.4 Interféromètres

Les deux principaux interféromètres étudiés sont de type Mach-Zehnder ou de Young, représentés sur la figure 1.7. Ces différentes structures diffèrent dans la configuration, mais le principe de détection reste le même et repose sur une variation d'indice qui induit une modification de la phase de la lumière due à la présence des molécules.

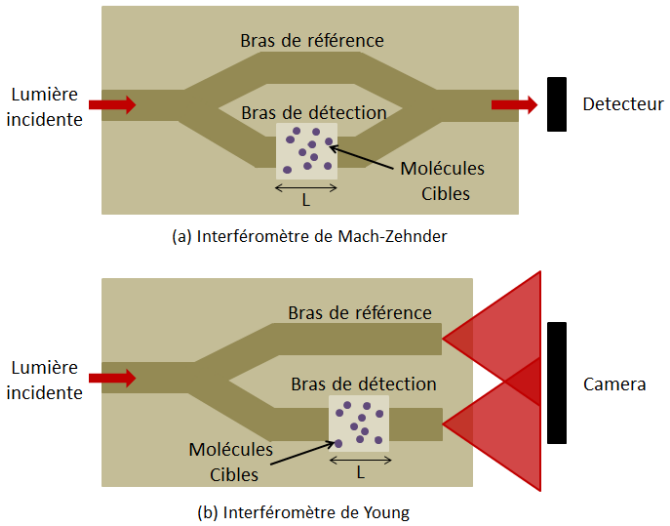


FIGURE 1.7 – (a) Schéma d'un interféromètre de Mach-Zehnder. (b) Schéma d'un interféromètre de Young.

Dans le cas d'un interféromètre de Mach-Zehnder, la lumière incidente est injectée dans un guide d'onde d'accès puis est séparée équitablement par le biais d'une jonction Y vers deux autres guides d'ondes, le bras de référence et le bras de détection qui est en contact avec les molécules cibles (figure 1.7a). Les ondes propagées dans chacun des guides se combinent et interfèrent après la deuxième jonction Y. L'ajout de molécules

cibles à la surface du bras de détection sur la longueur d'interaction L modifie l'indice de réfraction du superstrat de ce dernier et modifie la phase de l'onde propagée et donc l'interférence à la sortie de l'interféromètre de Mach-Zehnder. La mesure de l'intensité lumineuse transmise permet de remonter à la différence de phase liée à la variation d'indice. Les capteurs basés sur l'interféromètre de Mach-Zehnder sont étudiés depuis deux décennies [100], [101], la limite de détection atteinte par ces capteurs est de l'ordre de 10^{-6} à 10^{-8} UIR [102]–[105]. Ce type de capteur est commercialisé, notamment, par Optisense [106].

L'interféromètre de Young est semblable à l'interféromètre de Mach-Zehnder, les deux intensités transmises sont récoltées sur une caméra (figure 1.7b) où se produit une figure d'interférence . Le changement de la position des franges, induit par les molécules, est analysé par une transformée de Fourier rapide [107]–[109]. L'interféromètre de Young possède les limites de détection les plus faibles des capteurs optiques de l'ordre de 10^{-8} à 10^{-9} UIR [110]–[112]. Un interféromètre de Young à quatre bras a aussi été développé pour réaliser de la détection multiple avec une limite de détection de $8{,}5.10^{-8}$ UIR [113].

D'autres types d'interféromètres, possédant des limites de détection similaires, ont été étudiés : de Hartman [114], à double-polarisation [115], bi-modale [116], par couplage par réseau [117] ou encore par rétrodiffusion [118]. L'interféromètre par couplage par réseau est commercialisé par Creoptix Sensors [119] et l'interféromètre par rétrodiffusion par Molecular Sensing [120]. La sensibilité des interféromètres est améliorée lorsque la longueur d'interaction L est grande ce qui entre en conflit avec le souci actuel de miniaturisation des capteurs. De plus, la réponse en sortie du capteur interférométrique étant dépendante d'un cosinus, la sensibilité va donc dépendre de la position sur la courbe d'interférométrie. Au maximum de cette courbe, la sensibilité va décroître [45].

Le tableau 1.1 récapitule les limites de détection des différents capteurs évoqués précédemment.

Tableau 1.1 – Limites de détection des différents capteurs optiques.

Type de capteur	LD (UIR)	Référence
Fibres optiques	$4{,}6.10^{-7}$	[43]
SPR	10^{-8}	[68]
Grating coupler	10^{-7}	[81]
Cristaux photoniques	$8{,}6.10^{-6}$	[99]
Interféromètre de Mach-Zehnder	2.10^{-8}	[102]
Interféromètre de Young	9.10^{-9}	[112]

1.3 Capteurs utilisant des micro-résonateurs

Différentes configurations de capteurs optiques intégrés ont été présentées possédant des bonnes limites de détection, jusqu'à 10^{-9} UIR et des capacités à réaliser de la multi-détection. L'un des facteurs les plus importants, dans les capteurs sans marquage est l'interaction entre la lumière et les molécules cibles ; plus celle-ci est grande, plus le capteur est sensible et peut atteindre une faible limite de détection. Sauf dans le cas de la détection de la molécule unique où la recherche d'une grande sensibilité n'est pas nécessaire.

L'une des solutions pour augmenter cette sensibilité est d'augmenter la longueur L d'interaction entre les molécules cibles et la lumière, cependant ceci réduit les capacités de miniaturisation.

Les capteurs à base de micro-résonateurs ont fait l'objet de recherches intensives ces dernières années pour exploiter leur caractère résonant [11] qui permet de s'affranchir d'une augmentation de la longueur L d'interaction. En effet, leur architecture circulaire permet, selon la forme du micro-résonateur, la propagation de deux types de modes, représentés sur la figure 1.8, les modes guidés et les modes de galerie WGM (de l'anglais *Whispering Gallery Mode*) [121], qui circulent dans le micro-résonateur plusieurs fois.

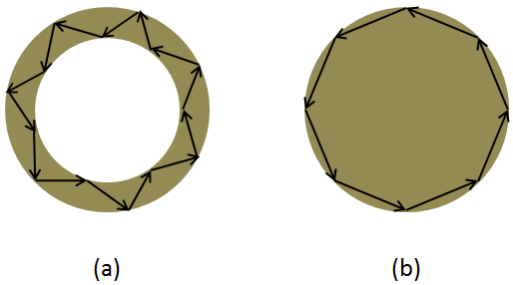


FIGURE 1.8 – (a) Modes guidés dans un micro-résonateur en forme d'anneau. (b) Modes de galerie dans un micro-résonateur en forme de disque.

A la surface des micro-résonateurs, il existe un champ évanescent qui permet d'utiliser le principe de détection par évanescence et de déterminer la variation d'indice de réfraction quand les molécules cibles sont à la surface.

Dans le cas des micro-résonateurs, la longueur d'interaction entre la lumière et la matière n'est plus déterminée par la longueur physique des guides d'onde mais par le nombre de révolutions de la lumière dans le micro-résonateur. Cette propriété est déterminée par le facteur de qualité Q du micro-résonateur qui représente le nombre de tours parcourus par la lumière. La longueur effective d'interaction L_{eff} est donnée par :

$$L_{eff} = \frac{Q\lambda}{2\pi n_{eff}} \tag{1.1}$$

avec λ la longueur d'onde et n_{eff} l'indice effectif du mode guidé du micro-résonateur.

Par exemple, un micro-résonateur de quelques μm de circonférence, possédant un facteur de qualité de 10^5, est l'équivalent d'un guide d'onde de l'ordre du centimètre. Les facteurs de qualité Q des micro-résonateurs sont de l'ordre de 10^3 jusqu'à 10^9 dans le cas de micro-résonateurs sphériques. Celui-ci est aussi relié à la limite de détection LD. Un facteur

de qualité élevé est souhaité pour pouvoir détecter de faibles concentrations de molécules et donc avoir une limite de détection la plus faible possible [122]. Les micro-résonateurs permettent donc d'obtenir des capteurs sensibles possédant de faibles limites de détection avec des dimensions inférieures à celles nécessaires, par exemple, aux interféromètres. De tels capteurs ont donc plus de potentiel à être intégrés en grand nombre sur un LOC pour de la multi-détection.

Ces dernières années, de nombreuses applications à base de micro-résonateurs ont été étudiées et développées, notamment, dans les télécommunications, pour la réalisation de filtres accordables [123], de modulateurs optiques [124] ou encore de sources laser [125]. Les micro-résonateurs sont aussi utilisés comme capteurs optiques pour détecter des déformations (étirement, compression) [126] ou des positions angulaires, pour réaliser des gyroscopes pour des applications aérospatiales [127], par exemple.

Les micro-résonateurs sont aussi à la base de capteurs optiques pour la détection de molécules cibles [14]. Le principe de détection est présenté sur la figure 1.9 pour un micro-résonateur en forme d'hippodrome mais ce principe reste valable pour toutes les formes de micro-résonateurs. Ces derniers sont constitués d'une cavité résonante dans laquelle la lumière est couplée par l'intermédiaire d'un guide d'accès, comme illustré sur la figure 1.9a. Certaines longueurs d'onde résonnent dans la cavité et des raies de résonance apparaissent dans le spectre de l'intensité transmise. Le principe de fonctionnement d'un micro-résonateur est détaillé dans le chapitre 2. Lorsque des molécules sont introduites dans le superstrat du micro-résonateur, la position des raies de résonance se décale due à la variation d'indice de réfraction (figure 1.9b).

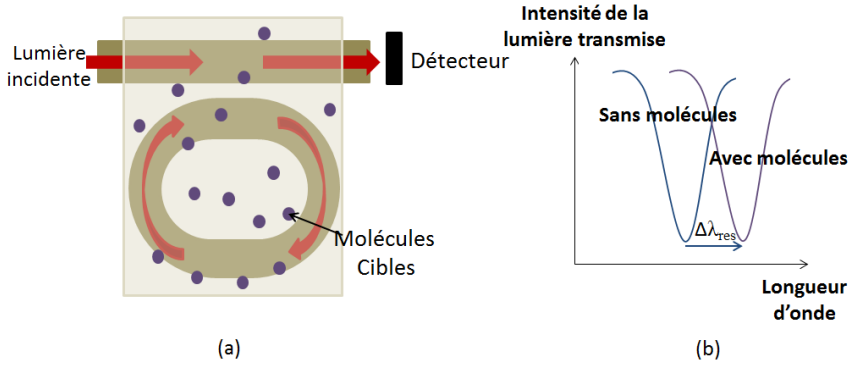


FIGURE 1.9 – Schéma d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome.

Comme nous l'avons vu précédemment, il existe deux types de modes propagés dans un micro-résonateur selon la forme de la cavité résonante : modes guidés et modes de galerie. Les nombreuses études ont abouti à la réalisation de différentes formes pour la cavité résonante du micro-résonateur, comme par exemple : des anneaux, des hippodromes ou des spirales (pour les modes guidés) et des disques, des sphères, des tores ou encore des capillaires (pour les modes de galeries) [11], [14], [32]. Dans un premier temps, nous allons présenter des micro-résonateurs supportant les modes de galerie.

1.3.1 Les micro-résonateurs à mode de galerie

La figure 1.10 représente différents types de micro-résonateurs à modes de galerie.

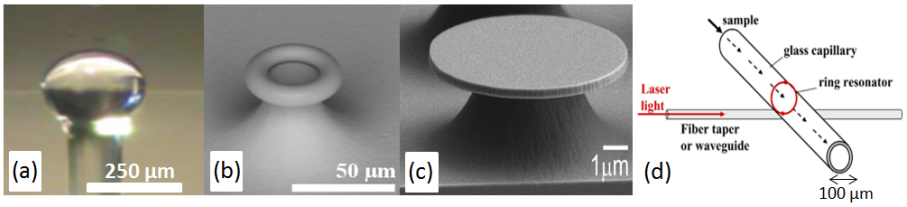


FIGURE 1.10 – Exemples de micro-résonateurs à modes de galerie pour des applications capteurs. (a) Micro-sphère [128], (b) Micro-tore [129], (c) Micro-disque [130] et (d) Capillaire [131].

Il existe des micro-résonateurs pour lesquels la cavité résonante est une sphère (figure 1.10(a))[132]. Les micro-sphères sont réalisées majoritairement à partir de verre (comme la silice) mais elles peuvent aussi être réalisées en germanium ou encore en polymère [11], [133]. Leur surface est très lisse ce qui leur permet d'obtenir de très grands facteurs de qualité, jusqu'à 10^9, obtenus dans des sphères de 220 μm de diamètre [134] pour des applications aux télécommunications. En effet, lors des applications capteurs, les facteurs de qualité obtenus sont plus faibles dus à la présence d'un environnement aqueux ou de molécules greffées à la surface. Pour les applications capteurs optiques nécessitant une très faible limite de détection et donc un très fort facteur de qualité, ce type de micro-résonateur possède un vrai avantage. Une limite de détection de 10^{-7} UIR a été mesurée dans une sphère en silice de 55 μm de diamètre, avec une sensibilité de 30 nm/UIR [135]. Et la détection en dessous du femtomole a été démontrée dans des sphères de 91 μm de diamètre [136]. Cependant, les sphères restent difficiles à produire en masse avec une bonne reproductibilité et à intégrer dans un dispositif micro-fluidique avec d'autres composants optiques sur un LOC [137]. D'autres structures plus intégrables ont été développées : les micro-tores et les micro-disques. Les micro-tores ont une cavité résonante de forme toroïdale (figure 1.10(b)). Ces micro-résonateurs possèdent de très bons facteurs de qualité Q de l'ordre de 10^8 [138], [139]. La détection jusqu'à la molécule unique a été montrée avec un micro-tore de 80 μm de diamètre pour la détection d'interleukine 2 [138]. Les micro-résonateurs possédant une cavité résonante en forme de disque, (figure 1.10(c)), peuvent être réalisés de manière planaire [140] ou bien sur piédestal [141]. La limite de détection est de l'ordre de 10^{-7} UIR [142], [143] et ils possèdent une sensibilité jusqu'à 230 nm/UIR pour des micro-disques de 20 μm de diamètre pour la détection de LiCl [144]. Pour faciliter l'intégration micro-fluidique des résonateurs à modes de galerie, des micro-résonateurs à base de capillaire LCORR (de l'anglais *Liquid Core Optical Ring Resonator*) ont été récemment proposés (figure 1.10(d)). Contrairement aux autres micro-résonateurs pour lesquels les molécules sont ajoutées à la surface, dans les LCORR, l'analyte s'écoule à travers le résonateur. Ce composant est donc utilisé à la fois comme le micro-résonateur et comme canal micro-fluidique. Les facteurs de qualité dépendent de la surface du capillaire et peuvent atteindre 10^6 dans un capillaire de 100 μm de diamètre, présentant une limite de détection de l'ordre de 10^{-6} UIR [145]. Les LCORR présentent des sensibilités du même ordre de grandeur que les micro-sphères jusqu'à 34 nm/UIR selon l'épaisseur du capillaire [146]. Sur le tableau 1.2 sont résumées les différentes valeurs des caractéristiques de ces capteurs à base de micro-résonateurs à modes de galerie.

Tableau 1.2 – Capteurs à base de micro-résonateurs à mode de galerie.

Structure	Matériau	Molécule*	Q	S (nm/UIR)	LD (UIR)*	Référence
Sphère	Silice	Ethanol	5.10^6	30	10^{-7}	[135]
Sphère	Silice	Silice	5.10^5	-	0,4 fmol	[136]
Tore	Silice	Interleukine 2	$1{,}83.10^8$	-	molécule unique	[138]
Disque	As_2S_3	Isopropanol	2.10^5	182	8.10^{-7}	[142]
Disque	Si_3N_4	Température	10^4	-	10^{-7}	[143]
Disque	Si_3N_4	LiCl	$1{,}5.10^4$	230	10^{-6}	[144]
Capillaire	Verre Al_2SiO_5	Glycerol	$1{,}2.10^6$	20	10^{-6}	[145]
Capillaire	Silice	Ethanol	4.10^5	34	$1{,}8.10^{-5}$	[146]

* sauf contre-indication

1.3.2 Les micro-résonateurs à mode guidé

Les micro-résonateurs présentés précédemment supportent les modes de galeries, leur transmission spectrale est complexe et peut être perturbée par les autres modes de propagation. Pour la détection, il est plus simple d'utiliser des dispositifs dans lesquels un seul mode se propage. Les micro-résonateurs à mode guidé peuvent être optimisés afin d'avoir un seul mode de propagation. Les micro-résonateurs optiques intégrés à mode guidé les plus étudiés sont les micro-résonateurs en forme d'anneau et d'hippodrome.

1.3.2.1 Différentes formes de cavité

Un micro-résonateur en forme d'hippodrome est constitué d'une cavité résonante circulaire de rayon R couplée à un guide d'onde dit d'accès comme représenté sur la figure 1.11a ; la lumière peut être extraite de la cavité par le biais d'un deuxième guide d'onde dit d'extraction comme représenté sur la figure 1.11b. Les deux guides sont séparés par un gap g. La cavité résonante du micro-résonateur peut aussi être en forme d'anneau, dans ce cas, la portion rectiligne de longueur L_c, appelée longueur de couplage, est nulle.

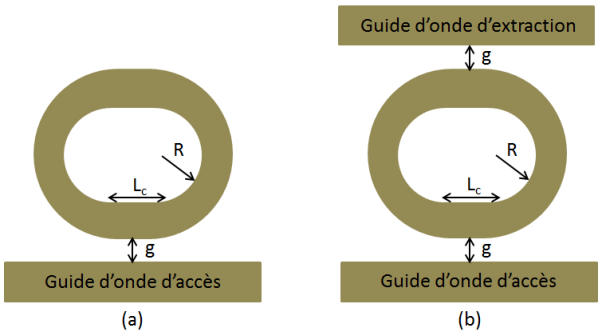


FIGURE 1.11 – Différentes structures : un micro-résonateur en forme d'hippodrome (a) couplé à un seul guide et (b) couplé à deux guides.

1.3.2.2 Différents types de couplage

Le principe de fonctionnement du micro-résonateur se base sur le couplage de la lumière entre les guides d'onde et la cavité résonante. Pour la conception du micro-résonateur, il existe différentes configurations pour réaliser ce couplage telles que le couplage horizontal ou le couplage vertical ; elles sont représentées sur la figure 1.12a et b respectivement.

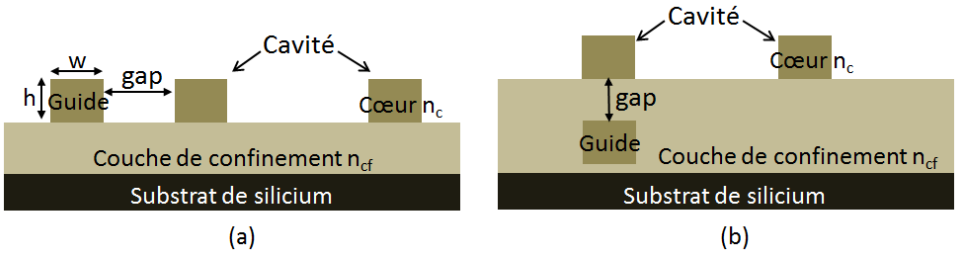


FIGURE 1.12 – Différents types de couplage : (a) Couplage horizontal ; (b) Couplage vertical pour un micro-résonateur couplé à un seul guide.

Dans le cas d'un couplage horizontal, les guides d'onde d'accès et éventuellement d'extraction se situent dans le même plan horizontal que la cavité résonante. Cela signifie qu'ils sont généralement fabriqués à partir du même matériau lors d'une même étape de masquage du procédé de fabrication. Le couplage horizontal impose un contrôle précis du gap g, souvent inférieur au micromètre, dans la zone de couplage ; ce qui est un défi en matière de fabrication technologique avec la résolution en photolithographie classique. Pour atteindre des gaps en dessous de 0,5 μm, d'autres techniques sont utilisées comme la photolithographie électronique [147], la nano-impression [148], la lithographie par projection [149] ou encore en utilisant des UV profonds [150].

En utilisant un micro-résonateur en forme d'hippodrome, qui se rapproche d'un micro-résonateur en forme d'anneau à la seule différence qu'il possède un guide droit rectiligne, appelé longueur de couplage, au niveau de la zone de couplage, il est possible de contourner la limitation en résolution. En effet, la valeur du taux de couplage dépend, notamment, du gap et de la longueur de couplage. Plus le gap est étroit, plus la valeur du taux de couplage augmente. Cependant, dans le cas d'un couplage horizontal, il est difficile d'atteindre un gap inférieur à 0,5 μm. En utilisant une longueur de couplage adaptée, il est possible d'atteindre un taux de couplage équivalent à celui obtenu avec un gap faible, mais avec un gap plus large, facilitant ainsi le procédé de fabrication.

Au niveau de la zone de couplage, les guides d'onde d'accès et d'extraction sont principalement rectilignes, cependant d'autres configurations ont été étudiées pour optimiser le couplage entre les guides d'onde : couplage concentrique ou papillon [151], [152] ou encore, en utilisant non plus le couplage évanescent mais un couplage MMI (de l'anglais, *Multi-Mode Interference*) où les guides d'accès et d'extraction se confondent avec la cavité résonante ; ce qui permet de relâcher les contraintes de fabrication, et de diminuer la sensibilité aux variations de longueur d'onde et de polarisation [153]. Lors de nos travaux, les micro-résonateurs réalisés sont couplés horizontalement.

Dans le cas d'un couplage vertical, les guides d'accès et d'extraction se situent au-dessus ou en-dessous de la cavité résonante. Dans le cas où ils sont en-dessous, ils sont réalisés sur la couche de confinement inférieur, puis sont recouverts d'une couche de confinement (avec un matériau d'indice de réfraction semblable ou différent de la première),

et dont l'épaisseur équivaut à la valeur du gap souhaité. La cavité résonante est ensuite alignée et réalisée au-dessus de la couche de confinement et des guides d'accès et d'extraction (inversement si ceux-ci se situent au-dessus de la cavité). Le choix des matériaux et les dimensions géométriques des guides d'onde peuvent être différents pour les guides d'onde d'accès et d'extraction et la cavité résonante, donnant plus de choix possibles dans la conception des micro-résonateurs. Il n'y a plus de contraintes sur la résolution latérale, critique dans le cas d'un couplage horizontal, puisque les dimensions (hauteur et largeur) des guides d'onde mono-modes sont de l'ordre du μm, résolution facilement réalisable pour des techniques de photolithographie standards. De plus, les gaps réalisés sont plus faibles grâce à l'utilisation de procédé précis de dépôt de film, ce qui permet d'obtenir un couplage optimal entre la cavité résonante et les guides d'accès et d'extraction. En outre, ce type de couplage présente un avantage pour les applications capteurs puisque, dans le cas où la cavité résonante est au-dessus, elle est exposée, seule, au milieu de détection ce qui permet de limiter les interactions avec les guides d'accès et d'extraction et de favoriser la mise en place d'un système micro-fluidique. Cependant le couplage vertical nécessite des dispositifs avec des configurations plus complexes et de nombreuses étapes lors du procédé de fabrication multi-couches. Par exemple, lors du dépôt de la couche de confinement sur le premier guide réalisé, une sur-épaisseur apparaît et doit être planarisée précisément pour maintenir l'épaisseur du gap souhaitée.

1.3.3 La détection par évanescence

Comme nous l'avons vu auparavant, la détection par évanescence est le principe de détection classiquement utilisé pour un capteur à base de micro-résonateur [12]. Nous verrons dans la suite des exemples de capteurs utilisant ce type de détection par évanescence. Nous présenterons aussi un autre type de détection, la détection en volume, récemment, utilisée dans les capteurs à base de micro-résonateur et nous donnerons des exemples.

Les avantages du micro-résonateur pour les applications aux capteurs optiques, à savoir, leur capacité à avoir une forte sensibilité, leur capacité à être miniaturisés dans des dispositifs micro-fluidiques, ont conduit à une grande richesse de types de micro-résonateurs étudiés. Nous présentons dans la suite quelques exemples des micro-résonateurs développés pour les applications à la détection de molécules spécifiques.

1.3.3.1 Micro-résonateurs "simples"

Les configurations en anneau ou hippodrome, couplés horizontalement ou verticalement, à un ou deux guides, ont été exploitées pour la détection. Des exemples sont montrés sur la figure 1.13 et sont répertoriés avec leurs caractéristiques dans le tableau 1.3.

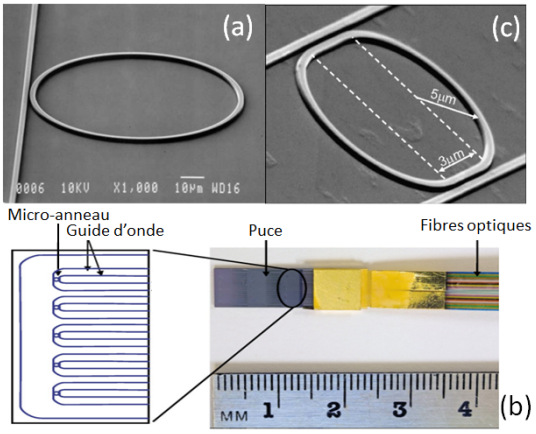


FIGURE 1.13 – Exemples de micro-résonateurs à mode guidé pour des applications capteurs. (a) Micro-anneau [3], (b) Exemple d'une puce avec 5 micro-résonateurs [154], (c) Micro-hippodrome [150].

En 1997, les micro-résonateurs en forme d'anneau sont utilisés pour la détection de variation d'indice de réfraction dans des liquides. Le micro-résonateur est fabriqué à partir de guides d'onde en nitrure de silicium (Si_3N_4) sur une couche de confinement de dioxyde de silicium (SiO_2) ; l'anneau a un rayon de 1 mm. La limite de détection pour différentes concentrations de sucrose est 5.10^{-6} UIR [155].

En 2003, Chao et Guo étudient des micro-résonateurs en forme d'hippodrome en polystyrène de rayon R de 30 μm et avec une longueur de couplage L_c de 30 μm ; ils détectent différentes concentrations de glucose avec une limite de détection de 3.10^{-5} UIR [156]. En 2006, en utilisant une méthode d'analyse différente : en mesurant non plus la variation de longueur d'onde mais la variation d'intensité, la limite de détection atteint 10^{-7} UIR [3] sur le même micro-résonateur. Les mêmes chercheurs détectent aussi des protéines Streptavidine avec un micro-résonateur en forme d'anneau de 45 μm de rayon (figure 1.13a) ; la limite de détection est de 250 pg/mm^2 [3].

La même année, Yalcin *et al* réalisent, en verre Hydex, un micro-résonateur en forme d'anneau de 60 μm de rayon réalisé en couplage vertical pour la détection homogène de phosphate salin (PBS, de l'anglais *Phosphate Buffered Saline*) et la détection surfacique de biotine [157]. La sensibilité est de 140 nm/UIR pour la détection homogène et la limite de détection est de $1{,}8.10^{-5}$ UIR. Ce micro-résonateur est utilisé en 2008 pour la première étape vers des réseaux de micro-résonateurs avec l'étude de 5 micro-résonateurs sur une même puce par Ramachandran *et al* (figure 1.13b)[154].

En 2007, dans un souci de miniaturisation, De Vos *et al* réalisent des micro-résonateurs en silicium en forme d'hippodrome compacts avec un rayon de seulement 5 μm et une longueur de couplage de 3 μm (figure 1.13c). La détection de différentes concentrations de sel est réalisée avec une sensibilité de 70 nm/UIR et une limite de détection de 10^{-5} UIR [150]. Deux ans plus tard, la détection d'Albumine de Sérum Bovin (BSA) est réalisée avec une détection de 17 pg/mm^2 sur un micro-résonateur en silicium en forme d'hippodrome avec un rayon de seulement 5 μm et une longueur de couplage L_c de 2 μm [158]. La même année, ce micro-résonateur est intégré pour de la détection multiple de protéines sur une puce contenant 3 séries de 4 micro-résonateurs ; la limite de détection est de 3,4 pg/mm^2 [159].

En 2010, Iqbal *et al* réalisent une puce avec 32 micro-résonateurs en forme d'anneau de 15 μm de rayon ; la détection de différentes concentrations de sel dans de l'eau est effectuée avec une sensibilité de 163 nm/UIR et une limite de détection de $7{,}6.10^{-7}$ UIR [7]. La détection d'Immunoglobuline G est estimée à 1,5 pg/mm^2 [160].

En 2011, Delezoide *et al*, avec l'utilisation d'un micro-résonateur en matériaux polymères couplé verticalement, en forme d'hippodrome de rayon 180 μm et de longueur de couplage L_c 120 μm, détectent la molécule 5-TAMRA cadavérine avec une limite de détection de 0,22 attogramme (ag) soit l'équivalent de 250 molécules à la surface du micro-résonateur [161].

Comme nous pouvons le voir, les micro-résonateurs simples ont fait l'objet de multiples études qui ont permis de réaliser des puces avec des réseaux de micro-résonateurs permettant de la multi-détection ; conduisant à la commercialisation d'un réseau de micro-résonateurs en silicium par la société Genalyte [162].

Tableau 1.3 – Capteurs à base de micro-résonateurs simples.

Structure	Matériau	Molécule	Q	S (nm/UIR)*	LD (UIR)*	Référence
Anneau	Si3N4	NH3	-	130	8.10^{-5}	[108]
Hippodrome	SOI	NaCl	2.10^4	70	10^{-5}	[150]
Hippodrome	Polystyrène	Glucose	2.10^4	100	10^{-6}	[3]
Hippodrome	Polystyrène	Biotin	2.10^4	-	250 pg/mm^2	[3]
Anneau Vertical	Hydex	PBS	$1{,}2.10^4$	140	$1{,}8 \times 10^{-5}$	[157]
Hippodrome	SOI	ABS	2.10^4	-	17 pg/mm^2	[158]
Anneau	SOI	NaCl	$4{,}3.10^4$	163	$7{,}6.10^{-7}$	[7]
Hippodrome Vertical	SU8	5-TAMRA	$3{,}5.10^4$	23 nm/fg	0,22 ag	[161]
Anneau Vertical	ZPU13-430	Glucose	10^4	200	10^{-6}	[163]
Anneau	SU8	Glucose	$3{,}3.10^4$	70	-	[164]
Anneau	SOI	Glucose	$4{,}5.10^4$	65	$1{,}7.10^{-5}$	[5]
Anneau	SOI	NaCl	$1{,}5.10^4$	130	-	[165]
Anneau	Si3N4	Glucose	10^4	100	10^{-3}	[4]
Anneau Vertical	SU8	Glucose	$1{,}5.10^4$	82	-	[166]
Anneau	Polysiloxane	NaCl	5.10^4	50	10^{-5}	[167]
Anneau	SOI	NaCl	-	75	-	[168]
Hippodrome	Si_xN_y	TNT	-	7,7 pm/ppb	-	[169]
Anneau	SOI	NaCl	$1{,}5.10^4$	136	$1{,}5.10^{-5}$	[170]
Hippodrome	SiON	Glucose	-	112	$1{,}6.10^{-6}$	[171]

* sauf contre-indication

Dans les exemples cités, les facteurs de qualité atteints sont de l'ordre de 10^4 avec une limite de détection la plus faible de $7{,}6.10^{-7}$ UIR. La sensibilité varie de 50 à 200 nm/UIR. La limite de détection de ces capteurs dépend, principalement, de la valeur du facteur de qualité ; celle-ci est limitée par les pertes optiques dans la cavité. La présence d'irrégularités sur les flancs du guide, dues au procédé de photolithographie, entraînent une augmentation des pertes optiques [172]. Dans une configuration en hippodrome, quatre surfaces contribuent aux pertes de diffusion. Les micro-résonateurs en forme d'hippodrome ont des pertes optiques élevées et atteignent de plus faibles facteurs de qualité de l'ordre de 10^4, par rapport à un micro-résonateur à mode de galerie, comme le disque. Ce dernier étant plus difficile à exploiter pour la détection en raison de leur caractère multi-mode.

La fabrication d'un micro-résonateur à mode guidé est aisée (ne nécessitant qu'un seul niveau de masquage) et celui-ci peut être conçu de façon à avoir une propagation mono-modale de la lumière, ce qui facilite la détection. De plus, les capteurs utilisent majoritairement la détection par évanescence. La lumière déconfinée de la couche de cœur du guide d'onde, interagit avec les molécules soit greffées à la surface préalablement fonctionnalisée du capteur, soit en solution dans le milieu environnant du capteur. Dans cette situation, plus l'interaction entre l'onde évanescente et les molécules est grande, plus la sensibilité augmente. Dans le cas d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome, 3 surfaces de la couche de cœur du guide d'onde sont en contact avec les molécules cibles. De ce fait, les micro-résonateurs en forme d'hippodrome permettent d'obtenir des sensibilités plus élevées.

Pour augmenter la sensibilité des capteurs à base de micro-résonateurs, de nombreuses autres configurations sont étudiées et développées. Dans la suite nous allons présenter quelques exemples de ces configurations.

1.3.3.2 Autres types de micro-résonateurs

Des exemples de micro-résonateurs, avec des formes originales, étudiés pour des applications capteurs sont donnés ci-après, répertoriés dans le tableau 1.4 et certains sont montrés sur la figure 1.14.

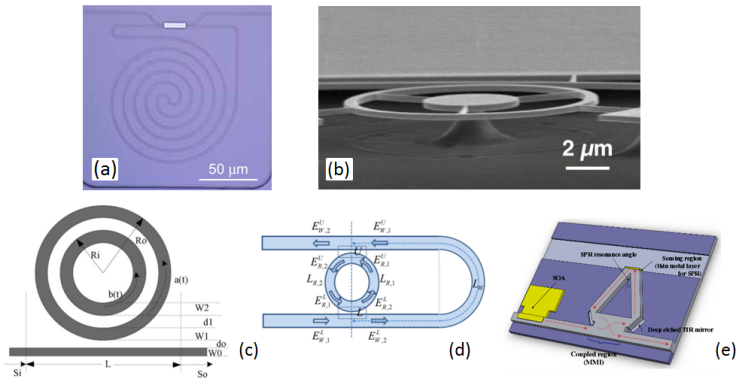


FIGURE 1.14 – Exemples d'autres configurations de micro-résonateurs étudiés : (a) Micro-résonateur en spirale [173] ; (b) Micro-anneau suspendu [174] ; (c) Micro-anneaux concentriques [175] ; (d) Micro-anneau qui auto-interfère SMR (de l'anglais *Self-interference Micro Resonator*) [176] ; (e) Micro-triangle couplé à un effet SPR [177].

En 2008, par Hu *et al.*, un micro-résonateur en spirale (figure 1.14a) a été réalisé, ce qui permet d'augmenter la longueur d'interaction tout en gardant une petite surface. La détection de protéines est effectuée avec une limite de détection de 3 pg/mm^2 [173].

L'étude de micro-résonateurs suspendus permet d'augmenter la surface de contact disponible pour les molécules. En 2011, un résonateur avec des nano-fils de silicium suspendus est proposé avec une sensibilité de 515 nm/UIR [178]. En 2014, un micro-résonateur suspendu en silicium de 5 μm de rayon (figure 1.14b) est utilisé pour la détection de différents solvants et augmente la sensibilité du micro-résonateur non suspendu d'un facteur 3, soit de 102 à 290 nm/UIR [174].

Certaines propositions restent encore au stade de la simulation et doivent être explorées expérimentalement. Les anneaux concentriques font l'objet d'études ces dernières années pour leur potentiel à proposer une sensibilité supérieure aux anneaux seuls sur une petite surface [175], [179], [180]. Par exemple, en 2009, une sensibilité de 683 nm/UIR est prévue pour deux anneaux concentriques en silicium sur une surface de 27 μm^2 (figure 1.14c) [175]. En 2016, une autre étude, avec 3 anneaux concentriques autour d'un disque en polymère, pour une surface totale de 40 μm^2, prévoit une sensibilité de 1000 nm/UIR [179]. La même année, un autre système basé sur un micro-résonateur, qui interfère avec lui-même, en reliant le guide d'accès et le guide d'extraction, est simulé (figure 1.14d). Le facteur de qualité est augmenté jusqu'à une valeur de 10^6 (comparé à 10^4 généralement obtenue) et permet d'obtenir une limite de détection théorique de 10^{-7} UIR [176]. Ou encore, des études ont été effectuées sur des micro-résonateurs utilisant l'effet SPR. Une sensibilité de 1235 nm/UIR est calculée pour un micro-résonateur en forme d'anneau de 150 nm de rayon [181] ; pour un micro-résonateur triangulaire (figure 1.14e), une sensibilité de 930 nm/UIR est simulée [177].

Tableau 1.4 – Capteurs à base de micro-résonateurs : autres configurations.

Structure	Matériau	Molécule	Q	S (nm/UIR)	LD	Référence
Spirale	SOI	Streptavidine	1,96.10^4	-	3 pg/mm^2	[173]
Anneau suspendu	Silicium	Solvant	1,2.10^4	290	-	[174]
Anneaux concentriques	SOI	ADN	-	683	-	[175]*
Anneau triangulaire	InP	-	1,86.10^3	930	-	[177]*
Anneau auto-interférant	-	-	2,55.10^6	-	1,1.10^{-7} UIR	[176]*
Nanofil suspendu	SOI	NaCl	-	515	-	[178]
Anneaux concentriques	Polysiloxane	-	6,7.10^4	1000	-	[179]*
Anneau	-	-	-	1235	-	[181]*

* Étude théorique

1.3.3.3 Micro-résonateurs utilisant l'effet Vernier

L'exploitation de l'effet Vernier est aussi étudiée pour augmenter la sensibilité des capteurs à base de micro-résonateurs. Des exemples sont montrés sur la figure 1.15 et sont répertoriés dans le tableau 1.5.

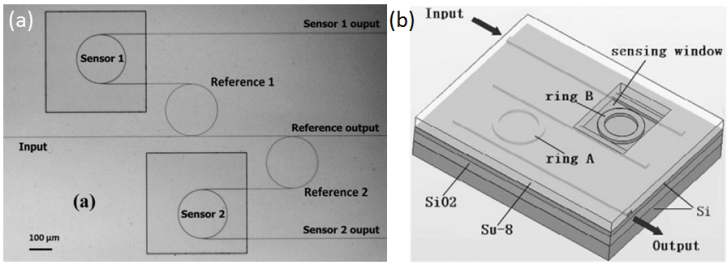


FIGURE 1.15 – Exemple de micro-résonateurs cascadés : (a) [182] ; (b) [183].

La figure 1.16 représente le principe de l'effet vernier qui consiste à cascader plusieurs micro-résonateurs avec des rayons légèrement différents, un micro-résonateur de référence et l'autre de détection. Leurs transmissions spectrales vont se confondre et des raies de résonance avec des contrastes plus élevés apparaissent lorsque deux résonances coïncident. L'ajout de molécules va engendrer un décalage des pics.

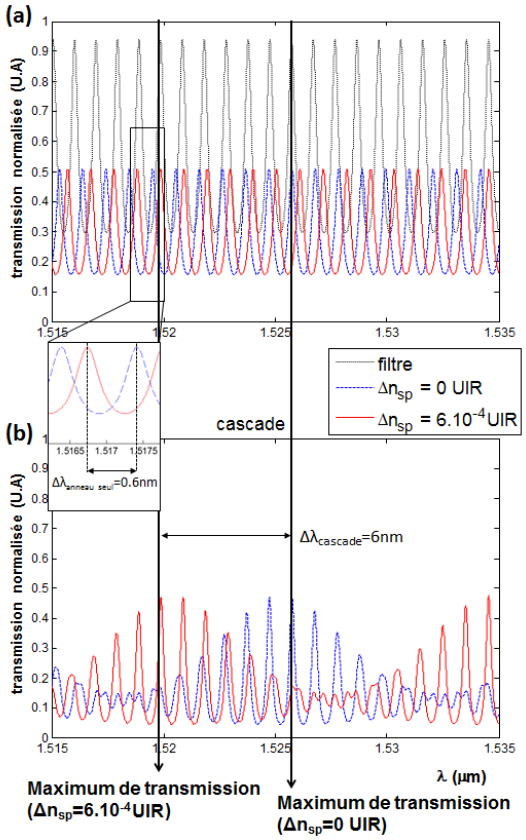


FIGURE 1.16 – Principe de l'effet Vernier : (a) Transmissions normalisées pour les micro-résonateurs de référence et de détection et (b) Transmissions normalisées du système cascadé. Un décalage est représenté pour une valeur arbitraire de Δn_{sp}.

En 2010, Claes *et al* cascadent deux micro-résonateurs en silicium, avec une différence de périmètre de 14 nm, améliorant la sensibilité du micro-résonateur seul d'un facteur 28, soit de 76 à 2169 nm/UIR. La limite de détection est $8{,}3.10^{-6}$ UIR [184].

En utilisant des nanofils de silicium suspendus, en 2011, Hu *et al*, augmentent cette fois-ci la sensibilité d'un micro-résonateur seul d'un facteur 900 atteignant une sensibilité de $4{,}6.10^{5}$ nm/UIR avec une limite de détection de $4{,}8.10^{-6}$ UIR [178].

En 2013, Jiang *et al* obtiennent une sensibilité de $2{,}4.10^{4}$ nm/UIR en cascadant 4 micro-résonateurs en silicium en forme d'hippodrome (figure 1.15a). L'augmentation de la sensibilité du micro-résonateur seul d'un facteur 145, de 165 à $2{,}4.10^{4}$ nm/UIR [182], est mise en évidence par la détection de NaCl.

Tableau 1.5 – Capteurs à base de micro-résonateurs cascadés.

Structure	Matériau	Molécule	Q	S MR seul / effet Vernier (nm/UIR)	LD (UIR) (effet vernier)	Référence
Hippodrome	SOI	NaCl	2.10^{4}	515 / $4{,}6.10^{5}$	$4{,}8.10^{-6}$	[178]
Hippodrome	SOI	NaCl	$1{,}5.10^{4}$	165 / $2{,}4.10^{4}$	$7{,}2.10^{-4}$	[182]
Anneau	SOI	NaCl	-	62 / 1300	-	[183]
Hippodrome	SOI	NaCl	-	76 / 2169	$8{,}3.10^{-6}$	[184]
Hippodrome	SiN	NaCl	$1{,}8.10^{4}$	- / 6317	$3{,}2.10^{-6}$	[185]

Parmi les capteurs à base de micro-résonateurs utilisant la détection par évanescence, les capteurs à base de micro-résonateurs cascadés, exploitant l'effet vernier, permettent d'augmenter considérablement la sensibilité d'un micro-résonateur seul par rapport aux autres configurations de micro-résonateurs. Nous pouvons aussi voir que la sensibilité la plus élevée des micro-résonateurs cascadés correspond aussi à la sensibilité la plus élevée d'un micro-résonateur seul. Pour obtenir une bonne sensibilité pour des capteurs composés de micro-résonateurs cascadés, il est donc important de bien optimiser la sensibilité d'un micro-résonateur seul.

1.3.4 La détection en volume

Il existe un autre type de détection utilisé dans le domaine des capteurs à base de micro-résonateurs, que nous appelons la détection en volume. Dans ce cas, la structure du micro-résonateur permet aux molécules d'interagir non seulement avec l'onde évanescente mais avec la lumière propagée dans le guide d'onde ; cela augmentera ainsi l'interaction entre la lumière et les molécules et par conséquent la sensibilité du capteur. Différents types de micro-résonateurs sont étudiés pour ce type de détection. Nous donnons dans la suite quelques exemples.

1.3.4.1 Micro-résonateurs à base de guides d'onde *slot*

Un micro-résonateur *slot*, représenté sur la figure 1.17, est l'un des différents types de micro-résonateur étudié pour augmenter la sensibilité des micro-résonateurs simples.

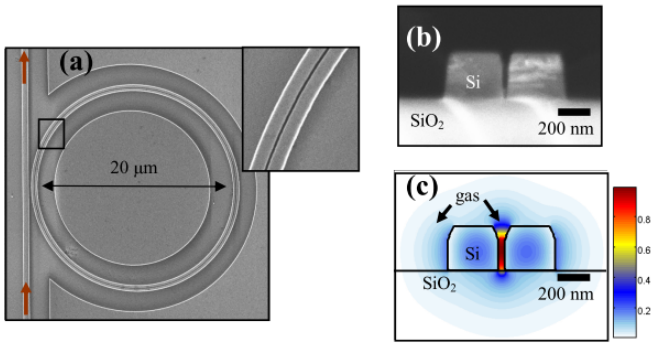


FIGURE 1.17 – Exemple d'un micro-résonateur *slot* : (a) Image MEB du micro-résonateur *slot* en silicium ; (b) Vue en coupe d'un guide d'onde *slot* ; (c) Profil calculé du mode TE [186].

Ils sont constitués de guides d'onde *slot* qui consistent en deux guides d'onde réalisés avec un matériau à haut indice de réfraction, séparés par une rainure constituée d'un milieu à faible indice de réfraction et de dimension inférieure à la longueur d'onde de la lumière (figure 1.17b). La lumière est alors fortement confinée dans la rainure (figure 1.17c). L'interaction entre les molécules cibles et la lumière est alors augmentée, améliorant dans un même temps la sensibilité.

En 2007, Barrios *et al* démontrent expérimentalement la réalisation d'un capteur à base de micro-résonateurs *slot*, en nitrure de silicium, en forme d'anneau avec un rayon de 70 μm ; la rainure est de 200 nm de largeur. En ajoutant différentes concentrations d'éthanol à de l'eau désionisée, la sensibilité obtenue est 212 nm/UIR et la limite de détection est de 2.10^{-4} UIR [187]. Sur ce même micro-résonateur, la détection de BSA est réalisée avec une limite de détection de 16 pg/mm^2 [188].

En 2010, ces micro-résonateurs [187] sont intégrés sur une puce avec un système microfluidique. La détection de méthanol est réalisée avec une limite de détection de 5.10^{-6} UIR ; l'amélioration de cette limite de détection est principalement due à la réduction du bruit du système en utilisant un régulateur de température et une meilleure résolution spectrale. La sensibilité est aussi améliorée de 212 à 246 nm/UIR ; la différence entre les deux sensibilités n'a pas été étudiée. La limite de détection d'anti-BSA est de 0.9 pg/mm^2 [189].

En 2008, Robinson *et al* réalisent en silicium un micro-résonateur *slot* de 10 μm de rayon, et une rainure de 40 nm de largeur. La détection du gaz acétylène s'effectue avec une sensibilité de 490 nm/UIR et une limite de détection de 10^{-4} UIR [186].

En 2009, Claes *et al* utilisent le micro-résonateur en forme d'hippodrome de De Vos *et al* [150] avec une rainure de 104 nm de largeur. La détection de NaCl est améliorée de 70 nm/UIR à 298 nm/UIR [122] et la limite de détection est de $4{,}2.10^{-5}$ UIR.

Les exemples de micro-résonateurs *slot* sont répertoriés avec leurs caractéristiques dans le tableau 1.6.

Tableau 1.6 – Capteurs à base de micro-résonateurs *slot*.

Structure	Matériau	Molécule	Q	S (nm/UIR)	LD (UIR)	Référence
Hippodrome	SOI	NaCl	-	298	$4{,}2.10^{-5}$	[122]
Anneau	SOI	Acétylène gaz	5.10^3	490	10^{-4}	[186]
Anneau	Si_xN_y	Ethanol	-	212	2.10^{-4}	[187]
Anneau	Si_xN_y	Ethanol	-	246	5.10^{-6}	[189]

1.3.4.2 Micro-résonateurs à base de matériaux poreux

Jusqu'à présent, les micro-résonateurs étudiés sont réalisés à partir de matériaux massifs utilisant pour des applications capteurs la détection par évanescence et il est possible d'utiliser le principe de la détection en volume en utilisant des matériaux poreux pour la réalisation des micro-résonateurs. Dans ce cas, les molécules peuvent s'infiltrer dans le guide d'onde et interagir avec l'onde guidée (figure 1.18(b)). L'interaction lumière-molécule est alors augmentée, ainsi que la sensibilité.

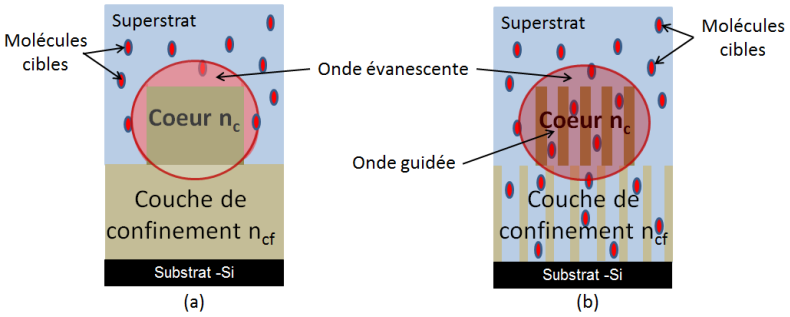


FIGURE 1.18 – Différents types de détection : (a) Détection par évanescence ; (b) Détection en volume.

Quelques études ont été trouvées sur des micro-résonateurs réalisés en matériaux poreux. Nous citons quelques exemples dans la suite et certains sont montrés sur la figure 1.19.

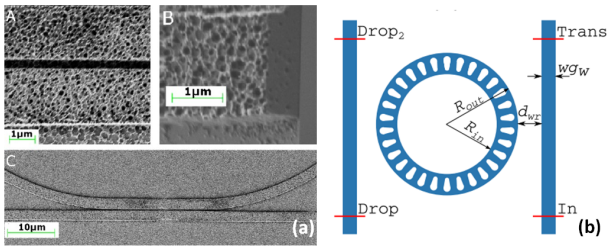


FIGURE 1.19 – Exemple de micro-résonateurs poreux : (a) un micro-résonateur en polystyrène [190] ; (b) Simulation d'un micro-résonateur en forme d'anneau avec des pores réguliers [191].

En 2012, Mancuso *et al* proposent un micro-résonateur en forme d'hippodrome de 35 μm de rayon et une longueur de couplage de 20 μm , en polymère Polystyrène poreux ; 10 % de la surface contient des pores de diamètre de 60 à 120 nm. La détection de glucose dans de l'eau a permis de montrer une augmentation de 40 % de la sensibilité entre le micro-résonateur non-poreux (66 nm/UIR) et celui poreux (94 nm/UIR) [190].

En 2014, une étude a aussi porté sur la simulation de micro-résonateurs avec des pores réguliers le long de l'anneau permettant d'augmenter la sensibilité de 80 nm/UIR à 240 nm/UIR [191].

Un matériau, pour lequel de nombreuses études ont été consacrées pour son application aux capteurs, est le silicium poreux [192]. Il a été largement étudié, depuis la découverte par L. T. Canham en 1990 de la photoluminescence à température ambiante. En effet, en plus de ses propriétés optiques, le silicium poreux est caractérisé par une surface interne spécifique élevée (jusqu'à 900 $m^2.cm^{-3}$), une porosité modulable et donc un indice de réfraction modulable par le biais des conditions de fabrication et une bio-compatibilité qui lui permettent d'être un candidat intéressant pour les applications de capteurs optiques. Parmi les applications aux capteurs optiques intégrés, nous pouvons citer des *grating couplers* avec une sensibilité jusqu'à 1000 nm/UIR [193], [194], des micro-cavités avec des sensibilités dans la gamme de 300 à 500 nm/UIR [195] ou encore des interféromètres de Mach-Zehnder [196].

Ce matériau poreux est donc intéressant pour la réalisation de capteurs à base de micro-résonateurs. En effet, parmi les différentes structures pour la détection en volume, celles qui présentent les meilleures caractéristiques sont celles réalisées en silicium poreux.

En 2010, Hutter *et al* étudient théoriquement des micro-résonateurs réalisés en silicium poreux à 62 % de porosité. Le rayon est de 21 μm. Les simulations démontrent une potentielle sensibilité de 700 nm/UIR [10].

En 2015, le premier micro-résonateur, de 25 μm de rayon, en silicium poreux est réalisé par Rodriguez *et al*. La détection de sel est effectuée avec une sensibilité de 380 nm/UIR [197].

Les exemples de micro-résonateurs à base de matériaux poreux sont répertoriés avec leurs caractéristiques dans le tableau 1.7.

Tableau 1.7 – Capteurs à base de micro-résonateurs poreux.

Structure	Matériau	Molécule	Q	S sans porosité / avec porosité (nm/UIR)	LD	Référence
Hippodrome	Polystyrène	Glucose	3.10^3	66 / 94	-	[190]
Anneau	SOI	-	3.10^3	80 / 240	-	[191]*
Anneau	Silicium Poreux	-	-	- / 700	-	[10]*
Anneau	Silicium Poreux	NaCl	4.10^3	- / 380	-	[197]

* Étude théorique

1.4 Conclusion et objectifs de la thèse

Les capteurs optiques font l'objet de nombreuses études et sont commercialisés pour la détection de molécules cibles. La résonance à plasmon de surface reste encore la technologie principale. Les défis actuels sont donc de présenter de meilleures caractéristiques que les capteurs SPR, ou bien de se démarquer en répondant à d'autres critères que ne peuvent remplir immédiatement les capteurs SPR, comme notamment l'intégration.

En terme de performance, les capteurs doivent présenter des sensibilités meilleures, des limites de détection de plus en plus faibles, une sélectivité plus importante, doivent permettre aussi de réaliser de la multi-détection, être plus manipulables et être réalisés à moindre coût. Les capteurs en optique intégrée présentent les capacités de pouvoir répondre à tous ces besoins. Parmi les architectures étudiées, les micro-résonateurs ont le potentiel pour parvenir à réaliser des capteurs compétitifs. Ils ont été largement étudiés, intégrés sur des puces et ont permis la réalisation de la multi-détection [159]. L'enjeu est d'améliorer encore les performances de tels capteurs.

Les architectures exploitant l'effet Vernier proposent les sensibilités les plus élevées, jusqu'à 10^5 nm/UIR. Dans ces capteurs, des micro-résonateurs simples sont cascadés, l'optimisation de ces micro-résonateurs pris séparément permet d'augmenter la sensibilité du capteur une fois ces micro-résonateurs cascadés. Pour améliorer la sensibilité d'un micro-résonateur seul, différentes propositions ont été faites parmi lesquelles les *slots* et les micro-résonateurs poreux, exploitant un nouveau mode de détection, dit en volume. Les micro-résonateurs poreux sont réalisés à partir de matériaux poreux et non massifs pour la couche de cœur.

Dans cette thèse, nous avons décidé de nous intéresser à la détection en volume afin d'optimiser les caractéristiques d'un micro-résonateur seul. Pour cela, notre choix a porté sur la réalisation de micro-résonateurs en silicium poreux. En effet, ce matériau possède une surface spécifique importante et les études menées sur ce micro-résonateur prédisent de bonnes caractéristiques, jusqu'à 700 nm/UIR pour la sensibilité[10]. De plus, au laboratoire Foton, la fabrication du silicium poreux est maîtrisée suite à des travaux réalisés sur des Mach-Zehnder [198], des micro-cavités multicouches verticales [199] et des guides d'onde résonants et anti-résonants ARROW (de l'anglais *Anti-Resonant Reflecting Optical Waveguide*) [200]. L'objectif est de réaliser, cette fois-ci, des micro-résonateurs en silicium poreux pour effectuer de la détection en volume et améliorer les caractéristiques de détection.

Cette étude prend en compte la conception, la fabrication et la caractérisation des premiers micro-résonateurs en silicium poreux réalisés au laboratoire Foton.

L'étude de détection sur des micro-résonateurs étant réalisée pour la première fois au laboratoire, nous allons dans un premier temps, nous appuyer sur l'étude de micro-résonateurs en matériaux polymères. En effet, ce sont des matériaux attractifs par leur mise en œuvre rapide et simplifiée. Par ailleurs, leur bio-compatibilité leur permet d'être utilisés pour la détection de bio-molécules. La technique de photolithographie est aussi maitrisée au laboratoire pour la réalisation de micro-résonateurs en polymères [123] ; ce qui permet de réaliser rapidement une étude préliminaire afin de mettre en place le banc de caractérisation optique et de valider les modèles théoriques développés parallèlement.

L' objectif est ensuite d'utiliser ces modèles théoriques vérifiés afin de concevoir un micro-résonateur en silicium poreux pour des applications capteurs. Pour cela, il est

nécessaire d'adapter la technique de photolithographie maitrisée pour la fabrication de micro-résonateurs en polymères à la fabrication de micro-résonateurs en silicium poreux, d'utiliser le banc optique pour caractériser optiquement les micro-résonateurs en silicium poreux et enfin de réaliser de la détection homogène de différentes concentrations de glucose avec les micro-résonateurs en silicium poreux pour démontrer expérimentalement les prometteuses caractéristiques des capteurs théoriques à base de ces micro-résonateurs en silicium poreux.

CHAPITRE 2

THÉORIE SUR LES MICRO-RÉSONATEURS : APPLICATIONS POUR DES CAPTEURS OPTIQUES

Sommaire

2.1 Propagation avec l'approche de l'optique géométrique 34
2.2 Propagation avec l'approche de la théorie électromagnétique 39
2.2.1 Équation de propagation 39
2.2.2 Méthode de l'indice effectif 43
2.2.3 Pertes optiques dans les guides d'onde 45
2.2.4 Couplage entre deux guides : Méthode de Marcatili 48
2.3 Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur 54
2.3.1 Fonction de transfert : caractéristiques spectrales 54
2.4 Principe de détection d'un capteur optique à base de micro-résonateur 59
2.4.1 Introduction 59
2.4.2 Modification de la position de la longueur d'onde de résonance 60
2.4.3 Différents types de détection : homogène et surfacique 61
2.4.4 Méthode d'analyse de l'indication du capteur optique 62
2.4.5 Caractéristiques d'un capteur : sensibilité et gamme de détection 63
2.5 Modélisation d'un micro-résonateur pour les applications capteurs 65
2.5.1 Taille des guides d'onde 65
2.5.2 Méthode de Marcatili - Estimation du taux de couplage 68
2.5.3 Optimisation des caractéristiques du micro-résonateur 70

Nous avons vu dans le premier chapitre que le nombre d'études portant sur les micro-résonateurs, pour des applications capteurs, est en augmentation en raison de leur grande sensibilité et de leur potentiel à être miniaturisés. Ils peuvent donc être produits en grand nombre sur des petites surfaces permettant ainsi la détection de différentes molécules sur une même plateforme. Ce deuxième chapitre présente le principe de fonctionnement des micro-résonateurs intégrés en forme d'anneau ou d'hippodrome, ainsi que la méthode permettant de déterminer les dimensions du micro-résonateur pour que les caractéristiques obtenues soient optimisées pour des applications capteurs. Dans un premier temps, un rappel est fait sur la théorie de l'optique guidée afin de bien appréhender le mécanisme de fonctionnement du micro-résonateur. Dans un second temps, après la présentation des principales caractéristiques d'un micro-résonateur, l'application en tant que capteur de celui-ci est développée : à savoir le principe de détection, les différentes méthodes d'analyse et les grandeurs essentielles. Dans un troisième temps, la méthode d'optimisation du capteur, notamment, des dimensions du micro-résonateur est présentée : la détermination de la taille des guides d'onde pour un guidage monomodal facilitant l'analyse de la détection et la conception du micro-résonateur pour atteindre le couplage critique entre le guide d'onde d'accès et la cavité résonante.

2.1 Propagation avec l'approche de l'optique géométrique

L'optique intégrée permet de miniaturiser les dispositifs, et d'intégrer différentes fonctions complexes sur un même composant, suivant le modèle des puces électroniques. Les guides d'onde constituent la base de nombreux dispositifs en optique intégrée [45]. Les guides d'onde utilisés entre autres pour les télécommunications, composent différentes fonctions optiques comme des fonctions de couplage [201], de multiplexage [202], de modulation [124], de filtrage [123],... Ils sont aussi utilisés dans des applications de capteurs comme les guides d'onde résonant ou anti-résonant, les interféromètres ou encore les micro-résonateurs et sont intégrés sur des plateformes destinées à la détection.

Un guide d'onde permet de confiner et de transporter la lumière d'un point à un autre. La figure 2.1 présente les différents types de guides d'onde existants. L'exemple le plus connu est la fibre optique, notamment suite au développement des télécommunications optiques. Mais il est difficile de pouvoir intégrer les fibres optiques. Ces dernières étant majoritairement utilisées pour réaliser des capteurs distribués. Afin d'obtenir des capteurs pour une détection locale, d'autres types de guides d'onde, comme les guides d'onde plans à confinement unidimensionnel ou les guides d'onde à confinement bidimensionnel, pouvant, quant à eux, être intégrés, ont été développés.

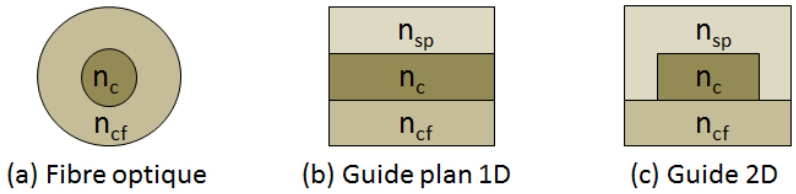


FIGURE 2.1 – Différents types de guides d'onde : (a) fibre optique, (b) guide plan unidimensionnel et (c) guide à confinement bidimensionnel. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du confinement supérieur ou superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement. n_c est l'indice de réfraction le plus élevé.

La figure 2.2 représente les vues en coupe des principales structures existantes pour des guides d'onde bidimensionnels.

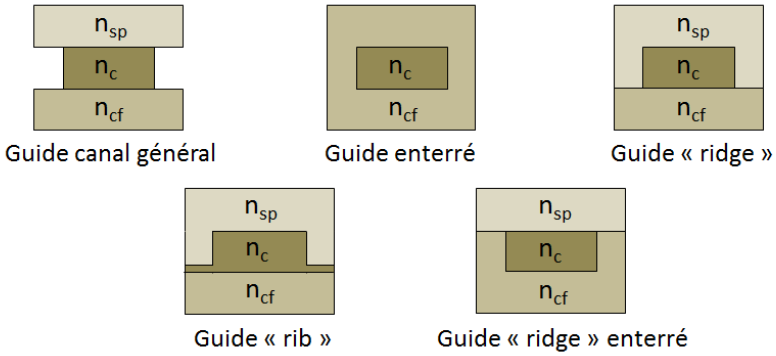


FIGURE 2.2 – Vue en coupe des différentes configurations de guides d'onde à confinement bidimensionnel. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement. n_c est l'indice de réfraction le plus élevé.

Dans cette thèse, les micro-résonateurs étudiés sont conçus à partir de guides d'onde bidimensionnels ridges ou ribs. L'étude de la propagation de la lumière dans un guide d'onde optique peut se faire avec deux approches différentes : l'optique géométrique et la résolution des équations de Maxwell, dite théorie électromagnétique utilisée en optique physique. Les notions d'optique guidée sont présentées avec l'étude d'un guide plan.

Un guide d'onde plan, représenté sur la figure 2.3, est constitué d'une couche guidante, ou de cœur, d'indice de réfraction n_c et de hauteur h, entourée par une couche de confinement inférieur d'indice de réfraction n_{cf} et d'une couche de confinement supérieur, ou superstrat, d'indice de réfraction n_{sp}.

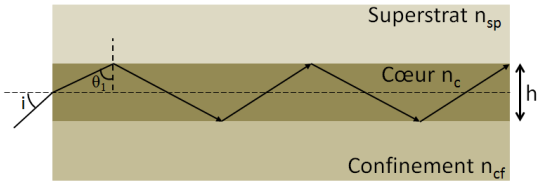


FIGURE 2.3 – Schéma du guide plan. h est la hauteur de la couche de cœur du guide plan. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur.

Les indices de réfraction des couches composant le guide d'onde sont choisis de façon à obtenir : $n_c > n_{cf}$ et $n_c > n_{sp}$. L'indice de réfraction de chacun de ces matériaux est défini comme le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide c et la vitesse v de la lumière dans le matériau traversé :

$$n = \frac{c}{v} \tag{2.1}$$

Ainsi la lumière est confinée et guidée dans la couche de cœur grâce au phénomène de réflexion totale interne (figure 2.3). Selon l'approche géométrique, la lumière est guidée dans la couche de cœur par confinement aux deux interfaces la délimitant :

— l'interface inférieure : entre la couche de cœur et la couche de confinement inférieur
— l'interface supérieure : entre la couche de cœur et le superstrat

Les réflexions et les réfractions à ces interfaces vont déterminer le trajet de la lumière dans le guide d'onde ; ces phénomènes dépendent de l'angle d'incidence i du faisceau lumineux entrant dans le guide et représenté sur la figure 2.3.

Dans un premier temps, nous nous intéressons à une interface, représentée sur la figure 2.4, entre deux milieux d'indice de réfraction n_1 et n_2.

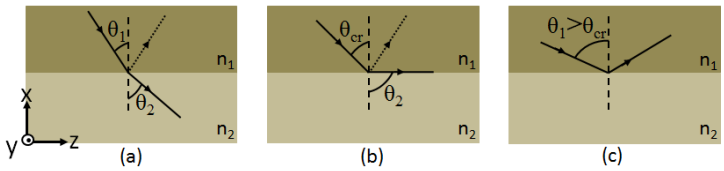


FIGURE 2.4 – Schéma de l'interface entre deux milieux d'indice de réfraction $n_1 > n_2$. Dans tous les cas, une réfraction s'accompagne d'une réflexion. (a) $\theta_1 < \theta_{cr}$, le rayon lumineux incident est réfracté avec un angle θ_2 dans le milieu 2. (b) $\theta_1 = \theta_{cr}$, le rayon incident est réfracté avec un angle maximal $\theta_2 = \frac{\pi}{2}$. (c) $\theta_1 > \theta_{cr}$, le rayon incident est réfléchi dans le milieu 1.

La loi de Snell-Descartes (équation 2.2) décrit la relation entre l'angle incident θ_1 et l'angle de réfraction θ_2 d'un rayon de lumière incident à l'interface des deux milieux [203] :

$$n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2) \tag{2.2}$$

D'après cette équation (2.2), il existe une valeur de l'angle incident θ_1 appelé angle critique θ_{cr}, pour lequel l'angle θ_2 du rayon réfracté est maximal et vaut $\frac{\pi}{2}$ dans le milieu

2 . L'angle critique, représenté sur la figure 2.4 (b), est alors défini par :

$$\theta_{cr} = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \tag{2.3}$$

Lorsque $\theta_1 > \theta_{cr}$, la lumière n'est plus réfractée mais elle est totalement réfléchie dans le milieu 1, comme il est montré sur la figure 2.4 (c).

Dans un guide d'onde pour lequel les indices de réfraction des confinements inférieur et supérieur (superstrat) sont différents, les angles critiques associés aux interfaces inférieure et supérieure sont θ_{sp} et θ_{cf} respectivement, et définis comme suit :

$$\theta_{sp} = \arcsin\left(\frac{n_{sp}}{n_c}\right), \quad \theta_{cf} = \arcsin\left(\frac{n_{cf}}{n_c}\right) \tag{2.4}$$

Différents cas existent selon la valeur de l'angle θ, du rayon incident aux interfaces internes du guide, qui dépend bien sûr de l'angle i avec lequel la lumière entre dans le guide :

- Lorsque l'angle θ du rayon incident est inférieur à l'angle critique θ_{cf}, le rayon incident est en partie réfracté à l'interface. La lumière n'est donc pas confinée et s'échappe de la couche de cœur vers la couche de confinement inférieur (figure 4.4 (a)).
- Lorsque l'angle θ est supérieur à l'angle critique θ_{cf} mais inférieur à l'angle critique θ_{sp}, le rayon incident est totalement réfléchi à l'interface inférieure. Par la suite, le rayon est réfracté à l'interface supérieure. La lumière s'échappe de la couche de cœur vers le superstrat (figure 4.4 (b)).
- Lorsque l'angle θ est supérieur à la fois à l'angle critique θ_{cf} et à l'angle critique θ_{sp} (mais restant inférieur à $\frac{\pi}{2}$), alors la lumière est totalement réfléchie aux deux interfaces. La lumière est alors confinée dans la couche de cœur et se propage, sous certaines conditions décrites ci-après, le long du guide d'onde par le phénomène de réflexion totale interne (figure 4.4 (c)).

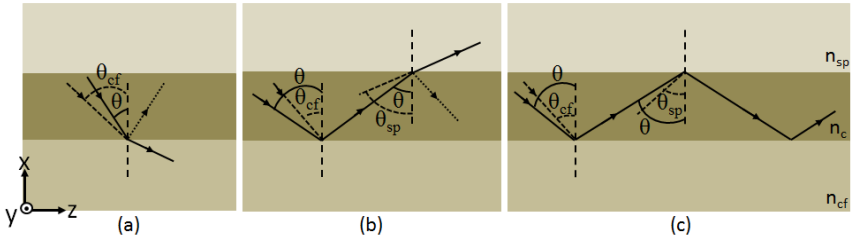


FIGURE 2.5 – Propagation de la lumière dans un guide d'onde plan en fonction de l'angle incident θ : (a) $\theta<\theta_{cf}$, (b) $\theta_{cf}<\theta<\theta_{sp}$, et (c) θ_{cf}, $\theta_{sp}<\theta<\frac{\pi}{2}$.

La condition de réflexion totale est donc satisfaite dès que l'angle incident θ est supérieur aux angles critiques θ_{cf} et θ_{sp}. Une seconde condition de propagation, représentée sur la figure 2.6, impose que l'onde propagée se répète elle-même après deux réflexions aux interfaces.

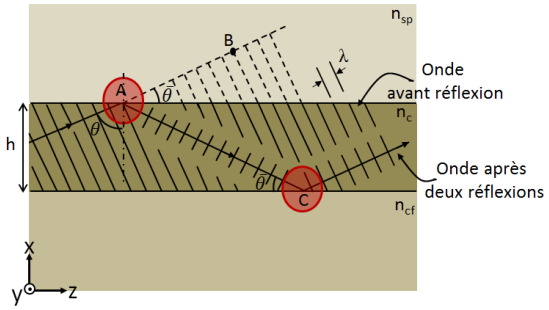


FIGURE 2.6 – Condition de propagation : l'onde réfléchie 2 fois en A et en C se répète elle-même. $\bar{\theta} = \frac{\pi}{2} - \theta$. h est la hauteur de la couche de cœur. λ est la longueur d'onde de la lumière propagée dans le coeur. n_{sp}, n_c et n_{cf} correspondent aux indices de réfraction du superstrat, du cœur et du confinement inférieur respectivement [204].

Le déphasage, entre l'onde originale parcourant la distance de A à B et l'onde réfléchie deux fois parcourant la distance de A à C, doit être un multiple de 2π (équation (2.5)) [204] :

$$2k_0 n_c h \cos\theta - \phi_{sp} - \phi_{cf} = 2\pi m \tag{2.5}$$

avec : m un entier, ϕ_{sp} et ϕ_{cf}, les déphasages dûs aux réflexions aux interfaces supérieure et inférieure et k_0 la norme du vecteur d'onde dans le vide, donnée par :

$$k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0} \tag{2.6}$$

avec λ_0 la longueur d'onde de la lumière propagée dans le vide.

D'après cette condition, la couche de cœur ne supporte qu'un ensemble discret de valeurs d'angle θ correspondant aux différentes valeurs de m. Ils sont notés θ_m. Les ondes respectant cette condition sont appelées modes guidés m. Lorsque m = 0, on parle de mode fondamental.

La direction de propagation de l'onde guidée m de la figure 2.7 est décrite par le vecteur d'onde $\vec{k}$.

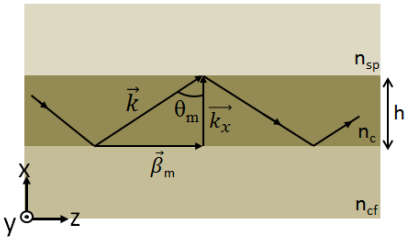


FIGURE 2.7 – Représentation du vecteur d'onde $\vec{k}$.

Il se décompose en une composante transversale $\vec{k_x}$ selon l'axe x et une composante longitudinale nommée constante de propagation $\vec{\beta_m}$ selon l'axe (z). Il s'écrit alors :

$$\vec{k} = \vec{\beta_m} + \vec{k_x} \tag{2.7}$$

La norme de la constante de propagation β_m s'exprime en fonction de l'angle θ_m, défini sur la figure 2.7, de la façon suivante :

$$\beta_m = k \sin(\theta_m) = k_0 n_c \sin(\theta_m) \tag{2.8}$$

La propagation de la lumière dans le guide d'onde implique, d'après ce que l'on a vu précédemment, que la valeur de $\sin(\theta_m)$ soit comprise entre les valeurs suivantes :

$$\begin{cases} \dfrac{n_{sp}}{n_c} < sin(\theta_m) < 1 \ , \text{ à l'interface supérieure} & \text{(2.9a)} \\ \dfrac{n_{cf}}{n_c} < sin(\theta_m) < 1 \ , \text{ à l'interface inférieure} & \text{(2.9b)} \end{cases}$$

Pour que l'onde se propage dans le guide d'onde, la valeur de la constante de propagation est alors bornée selon les relations ci-dessous :

$$\begin{cases} k_0 n_{sp} < \beta_m < k_0 n_c & \text{(2.10a)} \\ k_0 n_{cf} < \beta_m < k_0 n_c & \text{(2.10b)} \end{cases}$$

La notion d'indice effectif n_{eff_m}, du mode guidé m, peut être introduite dans les inéquations (2.10a) et (2.10b) ; l'indice effectif correspond à l'indice perçu par le mode se propageant dans le guide d'onde. Il est défini comme :

$$n_{eff_m} = n_c \sin(\theta_m) = \frac{\beta_m}{k_0} \tag{2.11}$$

Nous pouvons dire que le mode guidé m se propage alors dans un milieu d'indice n_{eff_m}.
La condition de propagation devient :

$$\begin{cases} n_{sp} < n_{eff_m} < n_c & \text{(2.12a)} \\ n_{cf} < n_{eff_m} < n_c & \text{(2.12b)} \end{cases}$$

Les autres valeurs de n_{eff} correspondent à des modes non guidés qui s'échappent dans la couche de confinement inférieur ou dans le superstrat ; ils sont appelés modes à fuites.

2.2 Propagation avec l'approche de la théorie électromagnétique

2.2.1 Équation de propagation

L'approche basée sur l'optique géométrique permet de bien comprendre le principe de propagation d'un faisceau lumineux dans un guide d'onde. Lorsque les valeurs des dimensions géométriques du guide et celle de la longueur d'onde deviennent comparables, comme dans le cas de l'optique intégrée, il est nécessaire d'utiliser la théorie électromagnétique afin d'avoir une description complète de la propagation de la lumière. Le guide étudié est le guide plan de la figure 2.3 de la partie précédente 2.1. Dans notre cas, les guides d'onde étudiés sont réalisés avec des matériaux diélectriques et non magnétiques

avec des sources de charges nulles et une densité de courant nulle, les équations de Maxwell s'écrivent [205] :

$$\nabla \cdot \vec{E} = 0 \tag{2.13}$$

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \tag{2.14}$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \tag{2.15}$$

$$\nabla \times \vec{H} = \epsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \tag{2.16}$$

avec $\vec{E}$ le champ électrique, $\vec{H}$ le champ magnétique, μ_0 la perméabilité du vide et ϵ la permittivité du milieu.

Les équations 2.15 et 2.16 sont combinées pour obtenir les équations d'onde. Ces équations de propagation d'une onde optique, se propageant suivant l'axe (z) (défini sur la figure 2.9), s'écrivent :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial y^2} + [k_0^2 n^2(x,y) - \beta_m^2]\vec{E} = 0 \\ \\ \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial y^2} + [k_0^2 n^2(x,y) - \beta_m^2]\vec{H} = 0 \end{cases} \tag{2.17}$$

où n(x,y) est le profil d'indice du guide d'onde étudié et β_m la constante de propagation tel que β_m=k$_0$n$_{eff}$ (équation (2.8)).

Dans le cas du guide plan de la figure 2.3, l'onde optique, propagée selon (z), est confinée dans la direction (x) et le profil d'indice est constant dans la direction (y).

Les équations d'onde 2.17 sont alors réécrites comme suit :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial x^2} + [k_0^2 n^2(x) - \beta_m^2]\vec{E} = 0 \\ \\ \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial x^2} + [k_0^2 n^2(x) - \beta_m^2]\vec{H} = 0 \end{cases} \tag{2.18}$$

Il existe deux états de polarisation différents pour les modes guidés : le mode Transverse Électrique TE et le mode Transverse Magnétique TM, représentés sur la figure 2.8.

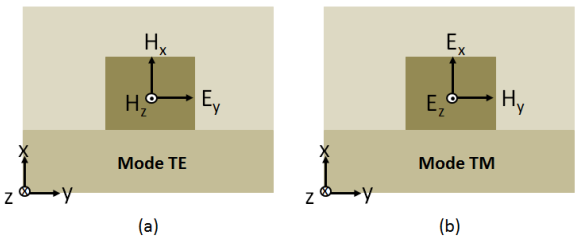


FIGURE 2.8 – Représentation des polarisations : (a) le mode Transverse Électrique TE et (b) le mode Transverse Magnétique TM.

Dans le cas des modes TE, les composantes H_y, E_x et E_z sont nulles : $H_y = E_x = E_z = 0$ et pour les modes TM les composantes E_y, H_x et H_z sont nulles : $E_y = H_x = H_z = 0$. La polarisation est un paramètre important dans les systèmes à base de micro-résonateurs puisqu'elle influe sur la réponse de celui-ci. Les deux polarisations devront être prises en compte dans la modélisation et devront être contrôlées durant la caractérisation optique des micro-résonateurs.

Les équations d'onde 2.18 deviennent en tenant compte de l'équation (2.8) :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + k_0^2[n^2(x) - n_{eff_m}^2]E_y = 0 \ , \quad \text{pour TE} \\ \\ \frac{\partial^2 H_y}{\partial x^2} + k_0^2[n^2(x) - n_{eff_m}^2]H_y = 0 \ , \quad \text{pour TM} \end{cases} \tag{2.19}$$

Ces équations différentielles du second ordre sont résolues pour le profil d'indice suivant :

$$n(x) = \begin{cases} n_{sp} \ , \ \text{pour } h < x \\ n_c \ , \ \text{pour } 0 \leq x \leq h \\ n_{cf} \ , \ \text{pour } x < 0 \end{cases} \tag{2.20}$$

avec h la hauteur de la couche de cœur.

L'équation 2.19 se réécrit, de manière généralisée avec Ψ remplacé par E pour les modes TE et par H pour les modes TM, comme suit :

$$\begin{cases} \frac{\delta^2 \Psi_y}{\delta x^2} + k_0^2[n_{sp}^2(x) - n_{eff_m}^2]\Psi_y = 0 \ , \ \text{pour } h < x \quad et \quad k_0^2[n_{sp}^2(x) - n_{eff_m}^2] < 0 \\ \frac{\delta^2 \Psi_y}{\delta x^2} + k_0^2[n_c^2(x) - n_{eff_m}^2]\Psi_y = 0 \ , \ \text{pour } 0 \leq x \leq h \quad et \quad k_0^2[n_c^2(x) - n_{eff_m}^2] > 0 \\ \frac{\delta^2 \Psi_y}{\delta x^2} + k_0^2[n_{cf}^2(x) - n_{eff_m}^2]\Psi_y = 0 \ , \ \text{pour } x < 0 \quad et \quad k_0^2[n_{cf}^2(x) - n_{eff_m}^2] < 0 \end{cases} \tag{2.21}$$

Solutions générales

Les solutions générales de ces équations sont données dans l'équation 2.22 :

$$\begin{cases} \Psi_y(x) = \Psi_0 \ \exp\left(k_0\sqrt{[n_{eff_m}^2 - n_{sp}^2]}(h - x)\right) \ , \ \text{pour} \quad h < x \\ \Psi_y(x) = \Psi_0 \ \begin{cases} \cos\left(k_0\sqrt{[n_c^2 - n_{eff_m}^2]}\ x\right) \ , \ \text{pour m pair} \quad \text{et} \quad 0 \leq x \leq h \\ \sin\left(k_0\sqrt{[n_c^2 - n_{eff_m}^2]}\ x\right) \ , \ \text{pour m impair} \quad \text{et} \quad 0 \leq x \leq h \end{cases} \\ \Psi_y(x) = \Psi_0 \ \exp\left(k_0\sqrt{[n_{eff_m}^2 - n_{cf}^2]}\ x\right) \ , \ \text{pour} \quad x < 0 \end{cases} \tag{2.22}$$

Ψ_0 est une constante à déterminer, connaissant les conditions initiales.

Les solutions de l'équation différentielle du second degré sont des solutions exponentielles pour les modes à fuite s'échappant dans la couche de confinement inférieur et dans le superstrat ; ces ondes sont appelées ondes évanescentes. Ces ondes évanescentes jouent

un rôle important à la fois dans le couplage de la lumière entre les guides d'onde et dans la détection des molécules cibles. Les solutions des modes guidés m dans la couche de cœur sont de formes oscillatoires. Ils sont représentés sur la figure 2.9. Les modes m obtenus correspondent aux modes guidés déterminés avec l'approche de l'optique géométrique dans la partie 2.1 et définis dans l'équation (2.5). Le mode m=0 correspond au mode appelé mode fondamental (figure 2.9(a)).

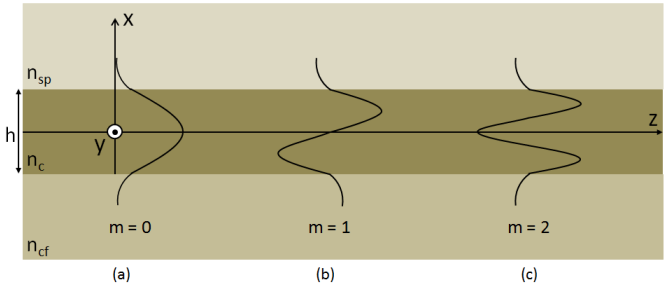


FIGURE 2.9 – Représentation du champ électrique des modes m pour un guide plan de hauteur h (a) m= 0, le mode fondamental (b) m = 1 et (c) m = 2.

Équation de dispersion

A partir de ces équations 2.22, l'équation de dispersion pour les modes TE et TM pour un guide plan est déterminée. Pour cela, différents paramètres sont définis [205] :

$$\text{La fréquence normalisée} \quad V = k_0 h \sqrt{n_c^2 - n_{cf}^2} \tag{2.23}$$

$$\text{L'indice normalisé} \quad b = \frac{n_{eff_m}^2 - n_{cf}^2}{n_c^2 - n_{cf}^2} \tag{2.24}$$

$$\text{Le coefficient d'asymétrie} \quad a = \frac{n_{cf}^2 - n_{sp}^2}{n_c^2 - n_{cf}^2} \tag{2.25}$$

La relation de dispersion s'écrit alors :

$$V\sqrt{1-b} = m\pi + \arctan\left(\left(\frac{n_c}{n_{sp}}\right)^{2l}\sqrt{\frac{b}{1-b}}\right) + \arctan\left(\left(\frac{n_c}{n_{cf}}\right)^{2l}\sqrt{\frac{b+a}{1-b}}\right) \tag{2.26}$$

avec l égal à 0 pour le mode TE et 1 pour le mode TM, m est l'ordre du mode.

L'indice effectif d'un mode m

L'indice effectif est alors déduit après la détermination de b en résolvant l'équation 2.26 et est donné par l'expression :

$$n_{eff_m} = \sqrt{b(n_c^2 - n_{cf}^2) + n_{cf}^2} \tag{2.27}$$

Fréquence et hauteur de coupure

Il existe une valeur de V, appelée fréquence de coupure du mode m notée V_c^m, en dessous de laquelle le mode guidé d'ordre m ne se propage pas. D'après la relation de dispersion 2.26, la fréquence de coupure du mode m vaut :

$$V_c^m = m\pi + \arctan\left(\left(\frac{n_c}{n_{cf}}\right)^{2l}\sqrt{a}\right) \tag{2.28}$$

Pour qu'un mode se propage dans le guide plan, il faut que celui-ci ait une hauteur suffisante. A partir des expressions 2.23 et 2.28, la hauteur minimale, appelée hauteur de coupure, notée h_{c_m}, en dessous de laquelle la lumière n'est pas guidée, s'exprime :

$$h_{c_m} = \frac{V_c^m}{k_0\sqrt{n_c^2 - n_{cf}^2}} \tag{2.29}$$

Par exemple, si $h_{c_0} > h_{guide}$, le mode 0 ne se propage pas dans le guide d'onde et si $h_{c_1} > h_{guide} > h_{c_0}$, le mode 0 se propage mais pas le mode 1. Ainsi les dimensions des guides d'onde sont des paramètres importants pour contrôler le nombre de modes se propageant dans le cœur du guide d'onde.

Nombre de modes guidés

Pour un guide d'onde plan donné, le nombre M de modes guidés pouvant se propager dans le guide est donné par la relation suivante :

$$M = \left\lfloor \frac{V - \arctan\left(\left(\frac{n_c}{n_{cf}}\right)^{2l}\sqrt{a}\right)}{\pi} \right\rfloor + 1 \tag{2.30}$$

Les déterminations de l'indice effectif, de la hauteur de coupure et du nombre de modes guidés ont été présentés dans un guide plan. Dans nos travaux de thèse, les guides d'onde étudiés sont des guides d'onde ridges rendant le problème plus complexe. En effet, les équations d'onde sont décrites avec deux variables d'espace et elles n'admettent pas de solutions analytiques exactes. Nous détaillons ci-après la méthode de détermination de l'indice effectif.

2.2.2 Méthode de l'indice effectif

La méthode de l'indice effectif est une méthode simple qui permet de trouver une valeur, de l'indice effectif du mode guidé m, approximative mais proche de la réalité. L'étude de la propagation de la lumière dans un guide ridge se base sur un outil mathématique qui suppose la séparation des deux variables d'espace (x et y). Le champ électromagnétique s'écrit alors sous la forme suivante : $\Psi = \Psi_x(x)\Psi_y(y)$. Les équations 2.17 généralisées deviennent :

$$\frac{1}{\Psi_x(x)}\frac{\delta^2\Psi_x(x)}{\delta x^2} + \frac{1}{\Psi_y(y)}\frac{\delta^2\Psi_y(y)}{\delta y^2} + [k_0^2 n^2(x,y) - \beta_m^2] = 0 \tag{2.31}$$

Ψ est remplacé par E pour le champ électrique et par H pour le champ magnétique.

La variable, indépendante en x, $k^2 n_{eff}(y)$ est introduite dans l'équation 2.31 et permet de séparer l'équation 2.31 en deux équations indépendantes :

$$\begin{cases} \dfrac{\delta^2 \Psi_x(x)}{\delta x^2} + [k_0^2 n^2(x,y) - k_0^2 n_{eff_m}^2(y)]\Psi_x(x) = 0 & \text{(2.32a)} \\ \dfrac{\delta^2 \Psi_y(y)}{\delta y^2} + [k_0^2 n_{eff_m}^2(y) - \beta_m^2]\Psi_y(y) = 0 & \text{(2.32b)} \end{cases}$$

La méthode de l'indice effectif est décrite ci-après pour la détermination de l'indice effectif d'un guide d'onde ridge de dimensions h et w ; guide ridge utilisé par la suite et dont une représentation en coupe est donnée sur la figure 2.10.

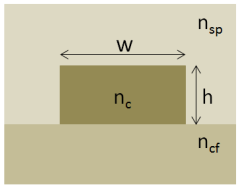


FIGURE 2.10 – Représentation de la vue en coupe d'un guide d'onde ridge de hauteur h et de largeur w.

Les étapes de la méthode de l'indice effectif sont décrites sur la figure 2.11.

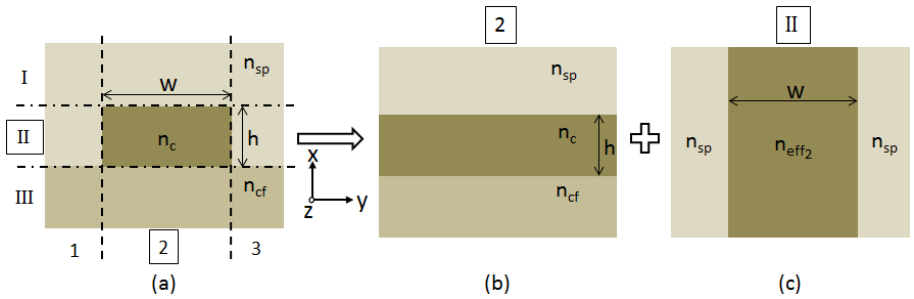


FIGURE 2.11 – Schéma de la méthode de l'indice effectif pour un guide d'onde ridge : (a) Le guide ridge est découpé en 3 régions horizontales (I, II et III) et verticales (1, 2 et 3) ; (b) 1ère étape : calcul de l'indice effectif de la région 2 correspondant à un guide plan dans la direction x ; (c) 2ème étape : Calcul de l'indice effectif du guide d'onde plan dans la direction (y) en utilisant l'indice effectif calculé grâce à l'étape précédente comme indice de réfraction du cœur.

Le guide ridge est divisé en différentes régions : 3 régions horizontales (I, II et III) et 3 régions verticales (1, 2 et 3). Dans un premier temps, à l'aide de l'équation 2.32a, l'indice effectif $n_{eff_{m_2}}$ du guide plan de hauteur h , dans la direction (x), est déterminé (figure 2.11 (b)) dans la région 2. Dans un deuxième temps, un guide plan de hauteur w défini dans la direction (y)(figure 2.11 (c)) avec pour indice de réfraction de la couche de cœur, l'indice effectif $n_{eff_{m_2}}$ calculé dans la région 2. Pour déterminer l'indice effectif n_{eff_m} des modes guidés, dans le guide ridge, l'équation 2.32b est utilisée dans le guide d'onde plan de hauteur w correspondant à la région II. La méthode de l'indice effectif permet donc de déterminer les caractéristiques de propagation, notamment l'indice effectif

et le nombre de modes guidés, dans un guide ridge. Ces caractéristiques déterminées à partir de l'équation de dispersion 2.26, dépendent de la longueur d'onde, des indices de réfraction des matériaux et de la taille (hauteur h et largeur w) du guide ridge.

La longueur d'onde de la lumière qui se propage est fixée par la source utilisée. Les indices de réfraction sont fixés par le choix des matériaux. Le guidage monomodal, souhaité dans les applications de détection, correspond à la propagation seule du mode fondamental m = 0 ; l'obtention de ce guidage monomodal est conditionnée par le choix de la hauteur h et la largeur w des guides d'onde ridges. Il existe, en effet, des valeurs de h et w pour lesquelles seule une propagation monomodale est possible ; c'est pour ces conditions que nous cherchons à dimensionner nos guides.

2.2.3 Pertes optiques dans les guides d'onde

Nous avons vu précédemment qu'un guide d'onde est caractérisé par le nombre de modes qu'il peut supporter. Une autre caractéristique importante d'un guide d'onde est l'atténuation (ou perte) optique que les modes guidés vont subir lors de la propagation dans la couche de cœur de ce guide d'onde. La puissance lumineuse transmise par le guide d'onde est diminuée d'autant plus que les pertes optiques sont grandes. De plus, c'est un paramètre important dans le cadre, notamment, des micro-résonateurs puisque les valeurs des caractéristiques de ces derniers, que nous définirons par la suite dans la partie 2.3.1 : l'intervalle spectral libre ISL, le facteur de qualité Q, le contraste C et la finesse F, dépendent des pertes optiques.

Il existe différentes origines à ces pertes optiques :

— les pertes de diffusion notées α_d
— les pertes d'absorption notées α_a
— les pertes radiatives notées α_r

Les pertes optiques totales, notées α_{pertes}, sont l'addition de ces trois types de pertes. On parle de pertes linéiques α_{pertes_L} lorsqu'elles sont exprimées en cm^{-1} ; un simple facteur multiplicateur de 4,3 permet de les exprimer en dB/cm^{-1}, unité plus usitée dans le domaine de l'optique guidée.

Les pertes optiques totales α_{pertes} sont donc définies comme :

$$\alpha_{pertes} = \alpha_d + \alpha_a + \alpha_r \tag{2.33}$$

Les pertes de diffusion

Il existe deux types de pertes de diffusion, représentées sur la figure 2.12 : les pertes de diffusion en volume et les pertes de diffusion surfacique.

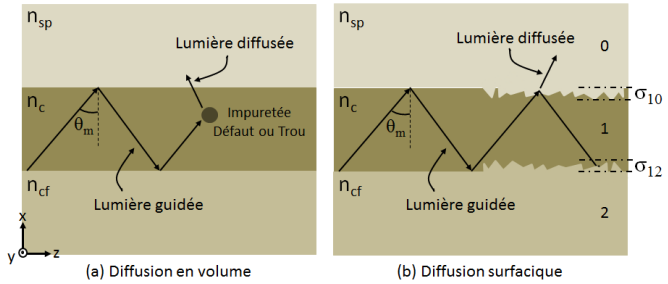


FIGURE 2.12 – Schéma des pertes de diffusion : (a) en volume (b) surfacique. σ représente la rugosité de surface.

Les pertes de diffusion en volume sont dues à des imperfections du guide d'onde (comme des impuretés, des défauts cristallins ou encore des trous). Si ces pertes sont souvent négligées [206], elles ne le sont plus lorsqu'il s'agit de matériaux poreux (comme le silicium poreux que nous allons étudier)[207].

Quant aux pertes de diffusion de surface, elles sont principalement dues à la rugosité présente à la surface des guides d'onde après l'étape de réalisation technologique. Lors de l'étude de la propagation de la lumière avec une approche d'optique géométrique, nous avons vu que la lumière se réfléchit à chaque interface le long du guide d'onde. Ainsi, la lumière subit des pertes optiques à chaque fois qu'elle rencontre la surface à cause des pertes de diffusion de surface. Les pertes de diffusion dues à la rugosité de surface ont été décrites par Tien [172] et sont données par :

$$\alpha_d \text{ (dB/cm)} = 4.3\ K^2 \left(\frac{1}{2}\frac{\cos^3\theta_m}{\sin\theta_m}\right)\left[\frac{1}{h+(\frac{1}{p_{10}})+(\frac{1}{p_{12}})}\right] \tag{2.34}$$

où θ_m est l'angle incident du rayon lumineux (défini sur la figure 2.7), lié à la constante de propagation β_m par la relation (2.8), $p_{10} = \sqrt{\beta_m^2 - k_0^2 n_{sp}^2}$, $p_{12} = \sqrt{\beta_m^2 - k_0^2 n_{cf}^2}$, h est la hauteur de la couche de cœur du guide d'onde et K est donnée par la relation suivante :

$$K = \frac{4\pi}{\lambda}\sqrt{\sigma_{10}^2 + \sigma_{12}^2} \tag{2.35}$$

où σ_{10} et σ_{12} représentent, respectivement, les variances des rugosités de surface des interfaces inférieure et supérieure.

Les pertes d'absorption

Les pertes par absorption sont de deux types : les absorptions dues aux transitions électroniques et celles dues aux vibrations de liaisons.

Les niveaux d'énergie permis des électrons forment des bandes, représentées sur la figure 2.13.

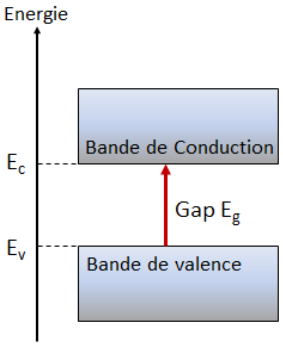


FIGURE 2.13 – Niveaux énergétiques d'un matériau, structure en bandes.

La dernière bande complètement remplie est appelée la bande de valence d'énergie E_v, elle est séparée par une bande interdite appelée gap d'énergie E_g de la bande de conduction d'énergie E_c qui, quant à elle, est vide ou partiellement remplie.

Pour passer d'un niveau d'énergie à un autre, l'électron a besoin d'énergie. Il va venir la chercher en absorbant l'énergie d'un photon. L'absorption due aux transitions électroniques entre la bande de valence et de conduction n'est possible que pour les longueurs d'onde telles que l'énergie du photon soit supérieure à l'énergie du gap :

$$\lambda_c = \frac{2\pi\hbar c}{E_g} \tag{2.36}$$

avec $\hbar$ la constante de Planck réduite.

L'énergie lumineuse est transformée en énergie électronique et la lumière guidée dans le guide d'onde est alors atténuée.

Une autre absorption est possible due à l'excitation de vibrations des liaisons entre atomes du matériau. Ce mécanisme est d'autant plus important que la fréquence de l'onde électromagnétique est proche de la fréquence d'oscillation de la liaison. Dans la gamme de longueur d'onde utilisée, comprise dans celle des télécoms (1260-1675 nm), l'absorption due aux vibrations moléculaires est négligée pour les matériaux polymères et le silicium poreux [208], [209].

Les pertes radiatives

La lumière est aussi atténuée par un effet radiatif, dans lequel la lumière s'échappe de la couche de cœur et n'est alors plus guidée. Dans le cas d'un guide d'onde rectiligne, ces pertes sont généralement négligées [206]. En revanche, elles sont à prendre en compte dans le cas d'un guide d'onde courbé, que l'on rencontre dans les micro-résonateurs en forme d'anneau ou d'hippodrome. Dans le cas de l'approche géométrique, lorsque le guide d'onde est courbé, les conditions sur les angles incidents ne sont plus respectées, et la lumière est perdue aux interfaces inférieure et supérieure (figure 2.14).

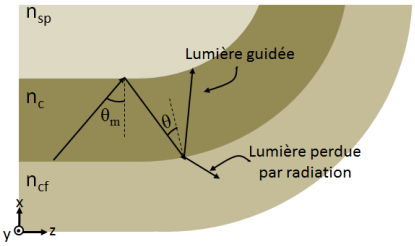


FIGURE 2.14 – Schéma des pertes radiatives dans un guide d'onde courbe.

D'après la méthode developpée par Marcatili [210], les pertes radiatives par courbure dépendent exponentiellement du rayon R de courbure du guide d'onde :

$$\alpha_r(dB/cm) = C_1 \exp(-C_2 R) \tag{2.37}$$

avec C_1 et C_2, des constantes dépendantes des dimensions géométriques du guide d'onde et des indices de réfraction des matériaux le constituant [206], [210]–[213].

La diminution des pertes radiatives se fait par le choix des matériaux, notamment par le choix d'un contraste d'indice de réfraction élevé, pour mieux confiner la lumière, et par le choix de la géométrie du guide courbe en prenant le rayon R le mieux adapté.

Autres pertes optiques

Il existe d'autres types de pertes optiques :

— Les pertes dues aux fuites de la lumière vers le substrat :
Les guides d'ondes composés d'un superstrat, d'une couche de cœur et d'une couche de confinement inférieur sont réalisés sur des substrats d'indice de réfraction n_{sub}. Les pertes dues aux fuites de la lumière vers le substrat apparaissent lorsque n_{sub} est supérieur à l'indice de réfraction du cœur. En effet, nous avons vu qu'aux interfaces inférieure et supérieure, il existe des ondes évanescentes. Si la couche de confinement n'est pas assez épaisse, ces ondes évanescentes vont fuir vers le milieu d'indice de réfraction plus élevé. La lumière est alors atténuée par ce facteur de pertes qui peut-être négligé lorsque l'épaisseur de la couche de confinement est suffisante [212]. Nous négligerons ces pertes en prenant des épaisseurs élevées pour la couche de confinement inférieur.

— Les pertes de désaccord modal :
Elles apparaissent lors de la jonction entre un guide d'onde rectiligne et un guide d'onde courbe, qui existe dans les micro-résonateurs en forme d'hippodrome. Dans un guide d'onde courbe, la lumière se propage vers le bord extérieur du guide d'onde. Le pic d'intensité du mode est alors décalé latéralement vers ce bord extérieur [214].

2.2.4 Couplage entre deux guides : Méthode de Marcatili

Aux interfaces supérieure et inférieure, une partie de la lumière est déconfinée et décroît de manière exponentielle dans le superstrat ou la couche de confinement inférieur comme nous avons pu le voir sur la figure 2.9 représentant le champ des différents modes décrit selon l'équation 2.22. Ces ondes sont appelées ondes évanescentes. Lorsque deux

guides sont proches l'un de l'autre, il y a recouvrement des ondes évanescentes de chacun des guides, ce qui permet le couplage de la lumière d'un guide d'onde vers l'autre.

Un micro-résonateur est constitué de guides d'onde rectilignes d'accès et d'extraction et d'une cavité résonante, séparés d'une distance, appelée gap g, permettant à la lumière de se coupler d'un guide d'onde vers l'autre avec un certain taux de couplage. Celui-ci va influencer la réponse du micro-résonateur ; il est donc intéressant de pouvoir estimer sa valeur. Il peut être déterminé à l'aide de la méthode de Marcatili [215] pour, à la fois, les modes TE et TM.

Description des champs

Nous allons décrire ici la méthode pour des guides d'onde monomodes avec seulement le mode fondamental TE qui se propage dans la couche de coeur (figure 2.9(a)). Dans cette méthode, il est supposé que la lumière est confinée dans la couche de cœur d'indice de réfraction n_1 du guide d'onde (figure 2.15). Dans les couches i d'indice de réfraction n_i autour de la couche de cœur, les profils d'intensité des champs E et H ont une décroissance exponentielle. La contribution des zones hachurées est négligée.

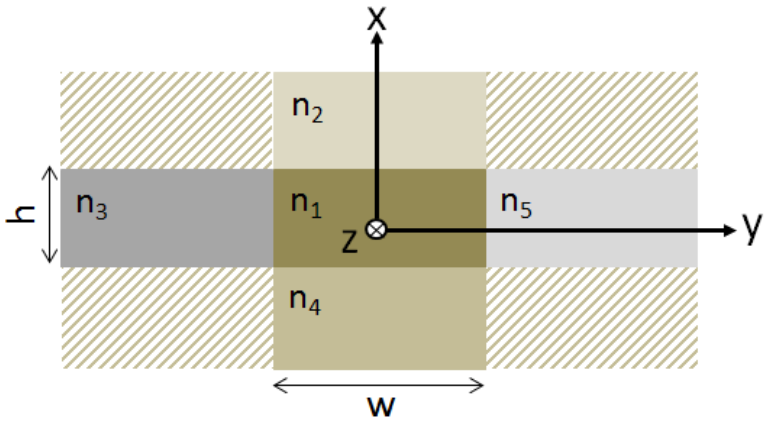


FIGURE 2.15 – Section d'un guide d'onde ridge selon la méthode de Marcatili.

Le modèle, décrit par Marcatili, est valable dans le cas où les indices de réfraction des milieux environnants sont légèrement inférieurs à l'indice de réfraction n_1 du cœur :

$$n_i = n_1(1 - \Delta) \ , \ \text{avec } \Delta << 1 \tag{2.38}$$

Notons k_{x_i} et k_{y_i}, les constantes de propagation transverses, respectivement, dans la direction (x) et (y) dans le milieu i (variant de 1 à 5). La constante de propagation axiale, notée k_z, s'écrit :

$$k_z = (k_1^2 - k_x^2 - k_y^2)^{\frac{1}{2}} \tag{2.39}$$

avec :

$$\begin{cases} k_x = k_{x_1} = k_{x_2} = k_{x_4} \\ \\ k_y = k_{y_1} = k_{y_3} = k_{y_5} \end{cases} \tag{2.40}$$

et

$$k_1 = \frac{2\pi}{\lambda} n_1 \tag{2.41}$$

k_1 est la constante de propagation d'une onde plane dans le coeur du guide, le milieu 1, d'indice de réfraction n_1 et de longueur d'onde dans le vide λ_0.

Les constantes de propagation transverses sont solutions des équations suivantes :

$$\begin{cases} k_x h = p\pi - \arctan\left(\eta_2 k_x\right) - \arctan\left(\eta_4 k_x\right) \\ \\ k_y w = q\pi - \arctan\left(\left(\frac{n_3}{n_1}\right)^2 k_y \xi_3\right) - \arctan\left(\left(\frac{n_5}{n_1}\right)^2 k_y \xi_5\right) \end{cases} \tag{2.42}$$

ξ_i et η_i correspondent à la profondeur de pénétration de l'onde dans le milieu i, respectivement, selon la direction (x) et la direction (y). L'amplitude du champ diminue d'un facteur $\frac{1}{e}$ sur une distance ξ_i ou η_i. Elles sont représentées sur la figure 2.16.

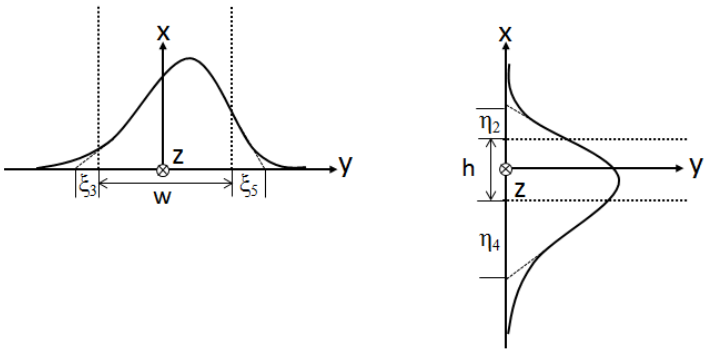


FIGURE 2.16 – Distribution du champ du mode fondamental. ξ_i et η_i correspondent à la profondeur de pénétration de l'onde dans le milieu i.

Elles sont données par les relations suivantes :

$$\xi_i = \frac{1}{|k_{y_i}|} = \frac{1}{\left[\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_y^2\right]^{\frac{1}{2}}} \text{ , pour } i = 3, 5 \tag{2.43}$$

$$\eta_i = \frac{1}{|k_{x_i}|} = \frac{1}{\left[\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_x^2\right]^{\frac{1}{2}}} \text{ , pour } i = 2, 4 \tag{2.44}$$

avec :

$$A_i = \frac{\lambda_0}{2\left(n_1^2 - n_i^2\right)^{\frac{1}{2}}} \ , \ \text{pour } i = 2,3,4,5 \tag{2.45}$$

Les équations (2.42) ne peuvent être résolues exactement. En posant l'hypothèse que la lumière est bien confinée dans la couche de cœur, impliquant :

$$\left(\frac{k_x A_\nu}{\pi}\right)^2 << 1 \ , \ \text{pour } \nu = 2,4 \quad \text{et} \quad \left(\frac{k_y A_\nu}{\pi}\right)^2 << 1 \ , \ \text{pour } \nu = 3,5 \tag{2.46}$$

il est possible de trouver une solution approximée de k_x et de k_y. Les équations (2.42) se réécrivent de la manière suivante :

$$\begin{cases} k_x h = p\pi - \arctan\left(\frac{k_x A_2}{\pi}\right) - \arctan\left(\frac{k_x A_4}{\pi}\right) \\ \\ k_y w = q\pi - \arctan\left(\left(\frac{n_3}{n_1}\right)^2 \frac{k_y A_3}{\pi}\right) - \arctan\left(\left(\frac{n_5}{n_1}\right)^2 \frac{k_y A_5}{\pi}\right) \end{cases} \tag{2.47}$$

En prenant le premier terme du développement limité de la fonction arctan, les solutions suivantes sont obtenues :

$$k_x = \frac{p\pi}{h}\left(1 + \frac{A_2 + A_4}{\pi h}\right)^{-1} \tag{2.48}$$

$$k_y = \frac{q\pi}{w}\left(1 + \frac{n_3^2 A_3 + n_5^2 A_5}{\pi n_1^2 w}\right)^{-1} \tag{2.49}$$

En introduisant ces solutions dans les équations (2.39), (2.43) et (2.44), nous obtenons les solutions explicites de la constante de propagation axiale k_z et des profondeurs de pénétration ξ_i et η_i :

$$k_z = \left(k_1^2 - \left(\frac{q\pi}{w}\right)^2 \left(1 + \frac{n_3^2 A_3 + n_5^2 A_5}{\pi n_1^2 w}\right)^{-2} - \left(\frac{p\pi}{h}\right)^2 \left(1 + \frac{A_2 + A_4}{\pi h}\right)^{-2}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{2.50}$$

$$\xi_i = \frac{A_i}{\pi}\left[1 - \left(\frac{q A_i}{w}\left(1 + \frac{n_3^2 A_3 + n_5^2 A_5}{\pi n_1^2 w}\right)^{-1}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}} \ , \ \text{pour } i = 3,5 \tag{2.51}$$

$$\eta_i = \frac{A_i}{\pi}\left[1 - \left(\frac{p A_i}{h}\left(1 + \frac{A_2 + A_4}{\pi h}\right)^{-1}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}} \ , \ \text{pour } i = 2,4 \tag{2.52}$$

Coefficients de couplage entre deux guides

Le comportement des champs a été décrit. Lorsque les deux guides sont proches l'un de l'autre, les champs dans le milieu d'indice de réfraction n_5 se recouvrent. La lumière est transférée alors d'un guide vers l'autre. Nous supposons que la distribution des champs est similaire avant et après le couplage. La figure 2.17 représente deux guides d'onde identiques, notés 1 et 2, séparés, sur une longueur L, par une distance appelée gap g.

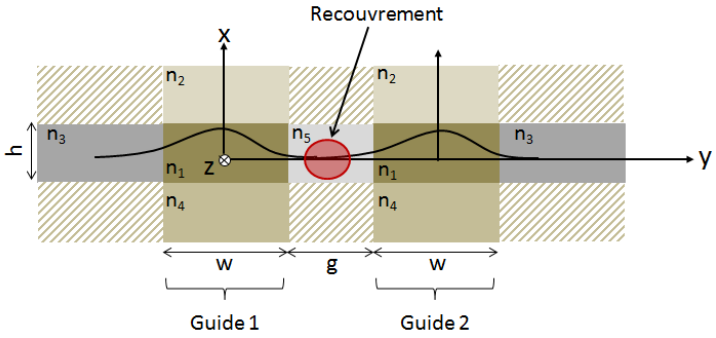


FIGURE 2.17 – Représentation de la section de deux guides d'onde couplés.

Nous notons $a_1(z)$ et $a_2(z)$ l'amplitude des modes, respectivement, dans le guide 1 et 2. En utilisant le formalisme du couplage de mode [204], [216], [217], ces amplitudes sont liées entre elles par deux équations différentielles couplées :

$$\frac{da_1}{dz} + jC_{t_{21}}a_2(z)\exp(-j(\beta_2-\beta_1)z) = 0 \tag{2.53}$$

$$\frac{da_2}{dz} + jC_{t_{12}}a_1(z)\exp(j(\beta_2-\beta_1)z) = 0 \tag{2.54}$$

où $C_{t_{12}}$ et $C_{t_{21}}$ sont les coefficients de couplage du guide 1 vers le guide 2 et inversement. Il est possible de montrer que les solutions de ces équations sont de la forme :

$$a_1(z) = A(z)a_1(0) + B(z)a_2(0) \tag{2.55}$$

$$a_2(z) = C(z)a_1(0) + D(z)a_2(0) \tag{2.56}$$

où

$$\begin{cases} A(z) = D(z) = [\cos(\gamma z) + j\frac{\delta}{2\gamma}\sin(\gamma z)]\exp(-j\frac{\delta}{2}z) \\ B(z) = -j\frac{C_{t_{21}}}{\gamma}\sin(\gamma z)\exp(-j\frac{\delta}{2}z) \\ C(z) = -j\frac{C_{t_{12}}}{\gamma}\sin(\gamma z)\exp(j\frac{\delta}{2}z) \end{cases} \tag{2.57}$$

avec la différence des constantes de propagation $\delta = \beta_2 - \beta_1$, et γ, qui est donné par :

$$\gamma = \sqrt{C_t^2 + \left(\frac{\delta}{2}\right)^2}\ ,\ \text{avec}\ C_t^2 = C_{t_{12}}C_{t_{21}} \tag{2.58}$$

En considérant qu'aucune lumière n'est injectée à l'entrée du guide 2, $a_2(0) = 0$ et $a_1(0) = 1$, et à l'aide des équations (2.57), nous obtenons :

$$a_1(z) = [\cos(\gamma z) + j\frac{\delta}{2\gamma}\sin(\gamma z)]\exp(-j\frac{\delta}{2}z) \tag{2.59}$$

$$a_2(z) = -j\frac{C_{t_{12}}}{\gamma}\sin(\gamma z)\exp(j\frac{\delta}{2}z)) \tag{2.60}$$

L'évolution de la puissance optique, en fonction de z, s'exprime :

$$\begin{cases} |a_1(z)|^2 = 1 - \left(\frac{C_t}{\gamma}\right)^2 \sin^2(\gamma z) \\ \\ |a_2(z)|^2 = \left(\frac{C_{t_{12}}}{\gamma}\right)^2 \sin^2(\gamma z) \end{cases} \tag{2.61}$$

Lorsque les deux guides d'onde sont identiques, les constantes de propagation sont égales, $\beta_1 = \beta_2$ et $\delta = 0$, vérifiant ainsi l'accord de phase. Dans ce cas, le rapport $\left(\frac{C_t}{\gamma}\right)^2 = 1$ et $C_{t_{12}} = C_{t_{21}} = C_t$, on parle dans ce cas de coupleur symétrique.

Les équations (2.61) s'écrivent alors simplement :

$$\begin{cases} |a_1(z)|^2 = 1 - \sin^2(C_t z) \\ \\ |a_2(z)|^2 = \sin^2(C_t z) \end{cases} \tag{2.62}$$

Le coefficient de couplage C_t s'écrit selon l'équation suivante pour une abscisse z donnée [215], [217] :

$$C_t = j2\frac{k_y^2}{k_z}\frac{\xi_5}{w}\frac{\exp\left(\frac{-g}{\xi_5}\right)}{1 + k_y^2\xi_5^2} \tag{2.63}$$

Selon cette expression, nous notons bien que le coefficient de couplage C_t décroit exponentiellement avec le rapport $\frac{g}{\xi_5}$, c'est à dire que plus le gap est faible et la pénétration du champ dans le milieu d'indice de réfraction n_5 est grande, plus le recouvrement des modes de chaque guide est important et ainsi le couplage est facilité.

Le maximum de puissance est transmis au bout d'une longueur L définie par :

$$L = \frac{\pi}{2C_t} \tag{2.64}$$

D'après les équations (2.55) et (2.56), nous pouvons voir que, pour un couplage sur une longueur L, $a_1(L)$ et $a_2(L)$ dépendent de $a_1(0)$ et $a_2(0)$. Nous pouvons écrire cette combinaison linéaire, toujours dans le cas d'un accord de phase, sous la forme d'une matrice de transfert [204], [218] :

$$\begin{pmatrix} a_1(L) \\ a_2(L) \end{pmatrix} = \alpha \begin{pmatrix} \cos(C_t z) & -j\sin(C_t z) \\ -j\sin(C_t z) & \cos(C_t z) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1(0) \\ a_2(0) \end{pmatrix} \tag{2.65}$$

avec α les pertes de couplage.

Les coefficients $\cos(C_t z)$ et $-\sin(C_t z)$ sont respectivement notés, τ et κ ; la matrice de transfert devient :

$$\begin{pmatrix} a_1(L) \\ a_2(L) \end{pmatrix} = \alpha \begin{pmatrix} \tau & j\kappa \\ j\kappa & \tau \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1(0) \\ a_2(0) \end{pmatrix} \tag{2.66}$$

La loi de conservation de l'énergie donne $\tau^2 + \kappa^2 = \alpha^2$ [219]. Avec, $\kappa^2 = \sin^2(C_t z)$ le taux de couplage et $\tau^2 = \cos^2(C_t z)$ le taux de transmission. Lorsque le coupleur est considéré sans pertes de couplage, $\alpha = 1$, nous avons :

$$\kappa^2 + \tau^2 = 1 \tag{2.67}$$

2.3 Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur

Les micro-résonateurs étudiés dans la suite sont des micro-résonateurs dont la cavité résonante, en forme d'anneau ou d'hippodrome, est couplée à un seul guide d'onde rectiligne, dit d'accès. Dans cette étude, nous utilisons des guides d'onde monomodes, l'indice effectif du mode fondamental guidé n_{eff_0} est noté n_{eff} dans la suite. En sortie de ce guide d'onde d'accès, l'intensité lumineuse transmise, mesurée en fonction de la longueur d'onde, est la réponse du micro-résonateur, aussi appelée fonction de transfert. La fonction de transfert présente des raies de résonance dont la forme est décrite par différentes caractéristiques définies dans un premier temps. Le micro-résonateur, dans ces travaux, est à la base d'un capteur optique intégré. Le principe de détection, les méthodes d'analyse et les grandeurs d'un capteur sont, dans un deuxième temps, définis.

2.3.1 Fonction de transfert : caractéristiques spectrales

Un micro-résonateur en forme d'hippodrome est composé d'un guide d'accès couplé à une cavité résonante. Ces deux guides sont séparés d'une distance g appelée gap. La cavité résonante est en forme d'hippodrome défini par ses dimensions R, le rayon, et L_c, la longueur de couplage, représentées sur la figure 2.18. On parle d'anneau lorsque L_c est nulle.

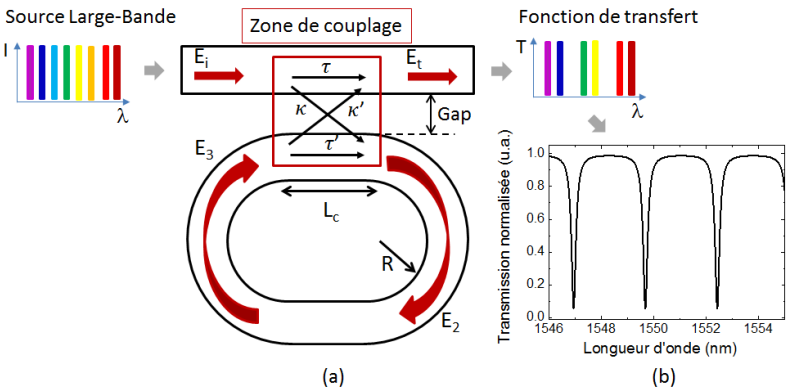


FIGURE 2.18 – Représentation du fonctionnement d'un micro-résonateur : (a) Schéma d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome, (b) Fonction de transfert ou Transmission du micro-résonateur.

Un champ optique incident E_i, provenant d'une source large-bande, est injecté à l'entrée du guide d'accès et se propage dans le guide jusqu'à rencontrer une zone, appelée zone de couplage. Le champ optique se sépare alors en deux parties. Une première partie E_t est directement transmise, avec un coefficient de transmission τ, vers la sortie du guide d'accès. L'autre partie E_2 est couplée dans la cavité avec un coefficient de couplage κ. Après s'être propagé pendant un tour dans la cavité, le champ subit des pertes optiques prises en compte dans un facteur d'atténuation noté a ainsi qu'un retard ϕ pendant le tour. Le champ après un tour dans la cavité est noté E_3. Une partie de ce champ est couplée vers le guide rectiligne d'accès, avec un coefficient de couplage κ' et se propage vers la sortie du guide d'accès. L'autre partie est transmise dans la cavité avec un coefficient de transmission τ'.

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

Le spectre observé en sortie du guide rectiligne d'accès présente des extinctions de la transmission pour chaque longueur d'onde résonante comme représenté sur la figure 2.18b. Comme nous l'avons vu précédemment dans la partie 2.2.4, le formalisme des matrices de transfert [218] permet de relier le champ E_t au champ E_i en fonction des coefficients de couplage (κ pour guide rectiligne-cavité et κ' pour cavité-guide rectiligne), des coefficients de transmission (τ pour guide rectiligne-guide rectiligne et τ' pour cavité-cavité) et des pertes de couplage α. La matrice de transfert est de la forme :

$$\begin{pmatrix} E_t \\ E_2 \end{pmatrix} = \alpha \begin{pmatrix} \tau & j\kappa' \\ j\kappa & \tau' \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_i \\ E_3 \end{pmatrix} \tag{2.68}$$

Le développement de cette équation donne les relations suivantes :

$$\begin{aligned} E_t &= \alpha(\tau E_i + j\kappa' E_3) \\ E_2 &= \alpha(j\kappa E_i + \tau' E_3) \end{aligned} \tag{2.69}$$

Le champ E_3 correspond au champ E_2 qui a parcouru un tour dans la cavité. Son expression est :

$$E_3 = aE_2 exp(j\phi) = aE_2 exp(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L) \tag{2.70}$$

avec a le facteur d'atténuation du champ défini comme :

$$a = \exp(-\frac{\alpha_{pertes_L} L}{2}) \tag{2.71}$$

où α_{pertes_L} est le facteur des pertes linéiques optiques défini par l'équation (2.33) et L la circonférence de la cavité définie par :

$$L = 2\pi R + 2L_c \tag{2.72}$$

La transmission complexe t(λ) du micro-résonateur, égale au rapport entre le champ de sortie E_t et incident E_i, est obtenue en résolvant par substitution les équations (2.69)

et (2.70). Elle est de la forme :

$$t(\lambda) = \frac{E_t}{E_i} = \frac{\alpha\tau - (\kappa\kappa' + \tau\tau')\alpha^2 a \exp(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)}{1 - \alpha a\tau' \exp(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)} \tag{2.73}$$

Dans la suite, nous supposerons que la zone de couplage du micro-résonateur est symétrique et sans pertes, c'est à dire que le couplage de la cavité vers le guide rectiligne et le couplage du guide rectiligne vers la cavité sont identiques ainsi que la transmission cavité-cavité et guide rectiligne-guide rectiligne : $\kappa' = \kappa$ et $\tau' = \tau$ et que les pertes de couplage sont négligées, $\alpha = 1$. Dans cette hypothèse, la loi de conservation de l'énergie donne pour un coupleur symétrique et sans pertes :

$$\kappa^2 + \tau^2 = 1 \tag{2.74}$$

L'équation (2.73) devient :

$$t(\lambda) = \frac{\tau - a \exp(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)}{1 - a\tau \exp(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)} \tag{2.75}$$

La transmission s'exprime aussi en intensité. Les intensités lumineuses du champ optique incident E_i et du champ transmis E_t sont définies par $I_i = |E_i|^2$ et $I_t = |E_t|^2$ respectivement. La transmission en intensité s'exprime alors par :

$$T(\lambda) = |t(\lambda)|^2 = \frac{I_t}{I_i} = \left|\frac{E_t}{E_i}\right|^2 = \frac{\tau^2 + a^2 - 2a\tau\cos(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)}{1 + a^2\tau^2 - 2a\tau\cos(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)} \tag{2.76}$$

La transmission dépend donc des paramètres de couplage $\tau = \sqrt{1-\kappa^2}$, des pertes optiques linéiques α_{pertes_L} liées au facteur d'atténuation a, de la longueur d'onde λ, du périmètre de la cavité L et de l'indice effectif n_{eff} du mode propagé dans la cavité.
La résonance est obtenue lorsque le retard accumulé après un tour est un multiple de 2π :

$$\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L = p2\pi \tag{2.77}$$

où p est un nombre entier.

Ainsi, la longueur d'onde de résonance s'exprime :

$$\lambda_{res} = \frac{n_{eff}L}{p} \tag{2.78}$$

D'après cette relation, la longueur d'onde de résonance dépend de l'indice effectif du mode propagé dans les guides d'onde. Ce paramètre optique n_{eff} est utilisé pour réaliser une application de détection avec des micro-résonateurs. L'ajout de molécules cibles à la surface du micro-résonateur va venir modifier l'indice effectif n_{eff} et donc la position de la longueur d'onde de résonance λ_{res}. Ce décalage est exploité pour remonter à la concentration de molécules cibles. L'analyse de ce décalage engendré est développée dans la partie 2.4.

La fonction de transfert T(λ) est la réponse du micro-résonateur. Cette fonction de transfert peut être optimisée, afin d'obtenir les applications souhaitées, en modifiant les dimensions du micro-résonateur, les dimensions des guides d'onde et en choisissant les

matériaux selon leurs indices de réfraction. Pour cela, différentes caractéristiques importantes sont définies à savoir, l'intervalle spectral libre ISL, le facteur de qualité Q, la finesse F et le contraste C. La figure 2.19 représente les paramètres caractéristiques du micro-résonateur déduits directement de la transmission spectrale :

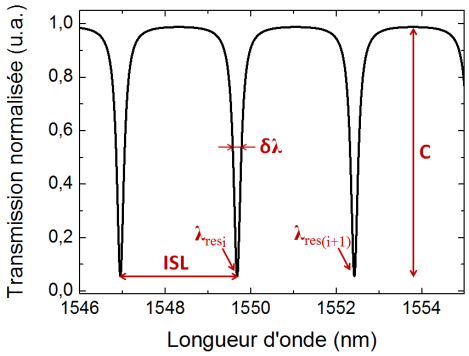


FIGURE 2.19 – Transmission spectrale d'un micro-résonateur.

Intervalle spectral libre ISL

L'Intervalle Spectral Libre (ISL) est la distance entre deux longueurs d'onde résonantes consécutives :

$$ISL = \lambda_{res_{i+1}} - \lambda_{res_i} = \frac{\lambda_{res_i}^2}{L.n_g} \tag{2.79}$$

où n_g est l'indice de groupe, qui s'exprime comme une fonction de la longueur d'onde et de l'indice effectif :

$$n_g(\lambda) = n_{eff}(\lambda) - \lambda \frac{dn_{eff}}{d\lambda} \tag{2.80}$$

Pour les applications de capteurs optiques, une grande gamme de mesure est souhaitée. La modification de l'environnement du micro-résonateur par l'ajout de molécules cibles va entraîner un décalage de la longueur d'onde de résonance. Ce décalage ne doit pas être supérieur à l'intervalle spectral libre ISL. Il faut donc viser un grand intervalle spectral libre afin d'avoir une étendue de mesure suffisante. D'après l'équation 2.79, l'intervalle spectral libre est inversement proportionnel à la circonférence L de la cavité. Il faut donc choisir la circonférence du micro-résonateur la plus petite possible. Or, nous avons vu que les pertes radiatives α_r, définies par l'équation (2.37), augmentent de manière exponentielle avec la diminution du rayon R. Il y a donc un compromis à trouver sur la valeur du rayon R pour avoir, à la fois, un grand ISL et des pertes de courbure négligeables.

La largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$

La largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ intervient dans la définition du facteur de qualité Q et de la finesse F. Elle correspond à la largeur spectrale calculée à la moitié de la raie de résonance. Elle dépend donc du maximum et du minimum de la transmission spectrale, s'exprimant, d'après l'équation 2.76, comme :

$$T_{max} = \left(\frac{\tau + a}{1 + \tau a}\right)^2, \quad \text{pour} \quad \cos\left(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} L\right) = -1 \tag{2.81}$$

$$T_{min} = \left(\frac{\tau - a}{1 - \tau a}\right)^2, \quad \text{pour} \quad \cos(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} L) = 1 \tag{2.82}$$

A partir de ces définitions, la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ est :

$$\delta\lambda = \frac{\lambda_{res}^2}{\pi n_{eff} L} \arccos(x) \tag{2.83}$$

avec :

$$x = \frac{y(1 + \tau^2 a^2) - (\tau^2 + a^2)}{2\tau a y} \tag{2.84}$$

et

$$y = \frac{1}{2}(T_{max} + T_{min}) \tag{2.85}$$

où τ est le coefficient de transmission et a le facteur d'atténuation.

Facteur de qualité Q

Le facteur de qualité Q est défini par le rapport entre une longueur d'onde de résonance λ_{res} et la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de la résonance associée :

$$Q = \frac{\lambda_{res}}{\delta\lambda} \tag{2.86}$$

Le facteur de qualité Q est aussi lié au temps de vie des photons à l'intérieur de la cavité résonante. Il représente, d'un point de vue énergétique, le rapport entre l'énergie moyenne E des modes résonants et de l'énergie ΔE dissipée dans ce mode sur une période de 2π [220].

$$Q = 2\pi \frac{E}{\Delta E} \tag{2.87}$$

Si le système ne présente aucune perte optique, la durée de vie et par conséquent Q seraient quasi-infinis. La résonance serait alors infiniment fine. Dans le cas réel, les différentes pertes optiques de diffusion, d'absorption et radiatives, diminuent le facteur de qualité Q élargissant ainsi la raie de résonance engendrant une largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ non négligeable.

Pour une longueur d'onde résonante, la largeur à mi-hauteur dans la cavité, et donc le facteur de qualité, dépendent du facteur d'atténuation a et du coefficient de transmission τ relié au coefficient de couplage κ par la relation $\tau = \sqrt{1 - \kappa^2}$. Le facteur de qualité Q joue un rôle dans la gamme de détection du capteur. Plus il est élevé, plus la limite de détection du capteur est faible.

Finesse F

La finesse F est définie par le rapport entre l'intervalle spectral libre et la largeur à mi-hauteur de résonance :

$$F = \frac{ISL}{\delta\lambda} \tag{2.88}$$

Nous avons vu que pour obtenir une bonne gamme de détection, un grand ISL est désiré. De plus, pour atteindre un système possédant une bonne limite de détection, une fine largeur à mi-hauteur est souhaitée. La combinaison de ces deux tendances donne une plus grande finesse.

Contraste C

Le contraste de transmission C est la différence entre la transmission maximale T_{max} et la transmission minimale T_{min} à la longueur d'onde de résonance :

$$C = T_{max} - T_{min} \tag{2.89}$$

Un bon contraste est nécessaire pour bien visualiser les résonances hors du bruit du signal.

Les caractéristiques principales du micro-résonateur dépendent des paramètres géométriques du micro-résonateur, du taux de couplage entre la cavité et le guide rectiligne et des pertes optiques. L'étude des relations entre tous ces paramètres permet de fixer les dimensions du micro-résonateur et le choix des matériaux.
Le micro-résonateur est un dispositif utilisé, notamment, pour des applications capteurs. Nous allons voir maintenant le principe de détection d'un capteur optique à base de micro-résonateur. Les principales grandeurs du capteur telles que la sensibilité S et la limite de détection LD sont définies dans la partie suivante.

2.4 Principe de détection d'un capteur optique à base de micro-résonateur

2.4.1 Introduction

Un capteur est un dispositif qui permet de mesurer un paramètre, qui peut être la température d'un milieu, le pH d'une solution ou encore la concentration d'une molécule, par le biais de la mesure d'un autre paramètre exploitable qui peut-être un paramètre optique, électrique, chimique... selon le type de transducteur utilisé. Dans notre cas, la grandeur de sortie est un paramètre optique. Le transducteur est un dispositif sensible à une grandeur d'entrée, ou mesurande, transformée en une grandeur de sortie mesurable, appelée la réponse ou l'indication du capteur. Ce fonctionnement est synthétisé sur la figure 2.20.

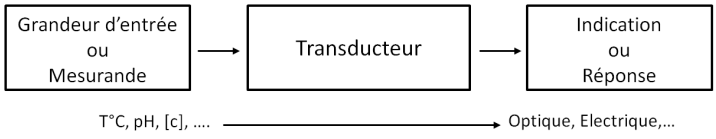


FIGURE 2.20 – Schéma d'un capteur.

Il existe une relation entre le mesurande M et l'indication du capteur i_c : i_c=f(M). Cette fonction f est la courbe d'étalonnage du capteur et est représentée sur la figure 2.21.

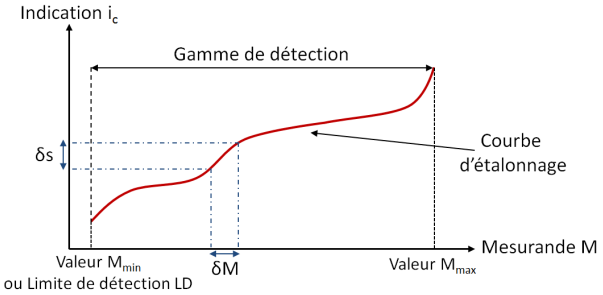


FIGURE 2.21 – Courbe d'étalonnage d'un capteur s=f(M).

La sensibilité correspond à la pente de la tangente à la courbe issue de la caractéristique du capteur en un point donné. Dans le cas d'un capteur linéaire, la sensibilité est constante et correspond à la pente de la droite. La gamme de détection est l'intervalle de mesures possibles du capteur. La plus petite mesure est appelée limite de détection LD. Un capteur est dit performant lorsque celui-ci possède la plus grande sensibilité, la plus large gamme de détection et la plus faible limite de détection possible. Ces trois notions, sensibilité, gamme de détection et limite de détection sont plus précisément définies dans le cas particulier du micro-résonateur dans la partie 2.4.5.

2.4.2 Modification de la position de la longueur d'onde de résonance

La Figure 2.22 montre la dépendance de l'indice effectif du mode guidé à l'indice de réfraction du superstrat. La courbe est obtenue pour un guide d'onde ridge en polymère de dimensions 1,5 μm (largeur) x 1,5 μm (hauteur). L'indice de réfraction de la couche de cœur du guide d'onde est fixé à 1.58 (valeur de l'indice de réfraction d'une couche mince de SU8) et l'indice de réfraction de la couche de confinement inférieur est fixé à 1,41 (valeur de l'indice de réfraction d'une couche mince de PMATRIFE). L'indice de réfraction du superstrat varie entre 1 et 1,5. L'indice effectif est calculé avec la méthode de l'indice effectif décrite dans la partie 2.2.2. L'indice effectif pour le mode transverse électrique et le mode transverse magnétique montre une augmentation de sa valeur en fonction de l'indice de réfraction du superstrat. En d'autres termes, une modification de l'indice du superstrat va générer une modification de l'indice effectif du mode guidé dans le guide d'onde.

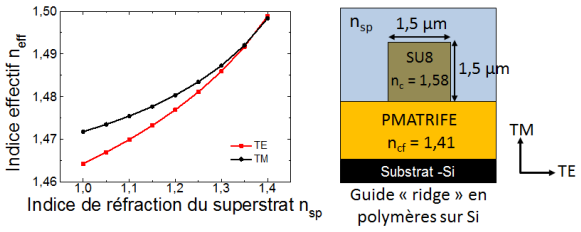


FIGURE 2.22 – Variation de l'indice effectif n_{eff} en fonction de l'indice de réfraction du superstrat n_{sp} pour un guide d'onde ridge en polymères de dimensions 1,5 μm (largeur) x 1,5 μm (hauteur).

L'ajout de molécules, qui peuvent être en solution dans le superstrat ou greffées à la surface fonctionnalisée du micro-résonateur, va venir modifier l'indice de réfraction du superstrat, modifiant alors dans un même temps, l'indice effectif. La modification de cet indice effectif entraîne, selon l'équation 2.78, un déplacement de la longueur d'onde de résonance, directement lié à la concentration de molécules cibles. L'influence des molécules cibles sur la position des longueurs d'onde de résonance est résumée avec la relation suivante :

$$\Delta\text{Molécules cibles} \rightarrow \Delta n_{sp} \rightarrow \Delta n_{eff} \rightarrow \Delta\lambda_{res}$$

2.4.3 Différents types de détection : homogène et surfacique

Pour les capteurs basés sur les micro-résonateurs, il existe deux types de détection par évanescence de molécules cibles : la détection homogène et la détection surfacique, représentées sur la figure 2.23 [3] comme nous l'avons vu dans le chapitre 1.

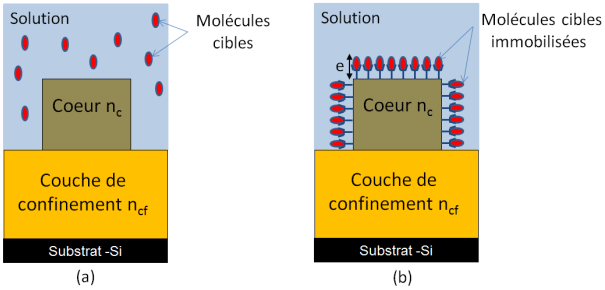


FIGURE 2.23 – Différents types de détection de capteur à base de micro-résonateur : (a) détection homogène ; (b) détection surfacique ; e est l'épaisseur des molécules cibles immobilisées.

— La détection homogène permet de détecter des molécules cibles présentes en solution comme par exemple, du glucose dans le sang. Lors d'une détection dite homogène, une solution, dans laquelle les molécules cibles sont solubilisées, est déposée sur le micro-résonateur comme illustrer sur la figure 2.23a. La solution est alors considérée comme le superstrat des guides d'onde composant le micro-résonateur. La présence des molécules, réparties de manière homogène dans la solution, modifie l'indice de réfraction de cette solution. Cette modification de l'indice de réfraction change l'indice effectif du mode guidé dans les guides d'onde. Cependant, toutes les molécules, autres que les molécules cibles, présentes en solution participent à la variation de l'indice de réfraction de la solution. La détection homogène n'est donc pas sélective. Pour obtenir une détection sélective, des études se sont portées sur la détection surfacique.

— La détection surfacique, schématisée sur la figure 2.23b, nécessite une fonctionnalisation de la surface du capteur. Le greffage de molécules appropriées appelées récepteurs à la surface du capteur permet d'immobiliser des molécules spécifiques en solution. Les molécules présentes dans la solution et non liées à un récepteur participent à la modification de l'indice effectif. Cet effet de détection homogène est éliminé par un rinçage de la surface. Les molécules cibles restent accrochées aux récepteurs.

2.4.4 Méthode d'analyse de l'indication du capteur optique

La présence de molécules en solution ou à la surface du micro-résonateur se manifeste par un décalage spectral des pics de résonance. Dans les applications de détection, afin de quantifier les molécules présentes, deux méthodes principales sont utilisées dans la littérature [11] : en faisant varier la longueur d'onde (figure 2.24a) [4], [169] ou en mesurant la variation d'intensité à une longueur d'onde fixe (figure 2.24b) [3], [221].

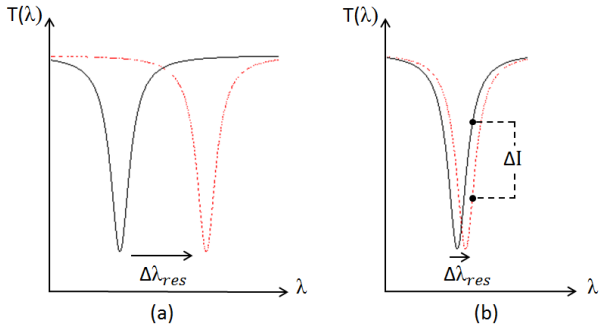


FIGURE 2.24 – Technique de mesure de la réponse d'un micro-résonateur : (a) Décalage de la longueur d'onde de résonance $\Delta\lambda$; (b) Variation de l'intensité δI

Notons que certaines études utilisent l'interrogation de la phase du signal optique propagé dans le micro-résonateur [170], [222]. Dans la suite nous présentons, les deux méthodes les plus classiques.

— Le principe de la méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde (figure 2.24(a)) consiste à suivre, à partir d'une solution de référence, la position d'une résonance pour différentes concentrations de molécules. Cette technique est applicable pour une grande gamme de concentrations tant que le décalage de la longueur d'onde n'excède pas l'intervalle spectral libre du micro-résonateur. De même, pour un décalage en longueur d'onde faible, si le facteur de qualité Q du micro-résonateur n'est pas suffisamment élevé, il sera difficile de bien distinguer le décalage de la résonance.
Ce qui signifie que la détection est limitée par le facteur de qualité Q du micro-résonateur. Cette méthode n'est pas adaptée pour les très faibles concentrations de molécules, sauf si le facteur de qualité Q est élevé.

— Le principe de la méthode basée sur la variation de l'intensité lumineuse (figure 2.24(b)) consiste à mesurer l'intensité lumineuse transmise à la sortie du micro-résonateur à une longueur d'onde fixe, pour différentes concentrations de molécules. En effet, les micro-résonateurs possèdent de fortes pentes situées à proximité de la résonance. Ces fortes pentes permettent de transformer un très faible décalage en longueur d'onde en une variation d'intensité mesurable par le photo-détecteur placé en sortie du guide d'onde d'accès. Cependant, cette technique est limitée car elle ne fonctionne que si la longueur d'onde fixe est proche de la résonance sélectionnée ce qui limite la concentration maximale détectable. Cette méthode est favorable à la détection de très faibles concentrations de molécules mais elle est aussi limitée par les fluctuations d'intensité du système optique utilisé.

Ces deux méthodes sont aussi sensibles à la variation de température, due, notamment, à la

dépendance de l'indice effectif à la température. Cela nécessite donc d'intégrer au système de mesure un dispositif externe au micro-résonateur afin de le stabiliser en température.

2.4.5 Caractéristiques d'un capteur : sensibilité et gamme de détection

Dans le cas d'un capteur à base de micro-résonateur, la détection va se faire par la modification d'un paramètre optique du micro-résonateur : l'indice effectif du mode guidé dans le cœur des guides d'onde. Cette modification entraîne un décalage de la position de la longueur d'onde de résonance. Ce décalage est ensuite exploité pour remonter à la concentration des molécules cibles. Précédemment nous avons vu qu'il existe deux types de détection, la détection homogène et la détection surfacique, et deux méthodes pour quantifier la détection, la méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde de résonance et celle basée sur la variation d'intensité lumineuse. Pour évaluer et comparer les performances des capteurs à base de micro-résonateurs, deux caractéristiques importantes sont définies : la sensibilité et la gamme de détection. Pour chaque type de détection et sa méthode d'analyse associée, il existe une définition de la sensibilité et de la gamme de détection. Cependant, comme nous n'avons utilisé que la détection homogène avec la méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde de résonance dans ce travail, nous ne présentons que les expressions de la sensibilité S et de la gamme de détection pour le cas de figure étudié uniquement.

Sensibilité

La sensibilité S est définie par le rapport entre la variation de l'indication i_c du capteur et la variation du mesurande M :

$$S = \frac{\delta i_c}{\delta M} \tag{2.90}$$

Le mesurande du capteur est la variation de l'indice de réfraction du superstrat δn_{sp}, qui est directement liée à la concentration de molécules pour la détection homogène. La grandeur de sortie du capteur est la variation de la position de la longueur d'onde de résonance $\delta\lambda_{res}$ pour le cas de la méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde. Dans la suite, nous nous appuyons sur les travaux de Chao *et al* pour les définitions de sensibilité [223].

Cette sensibilité S se décompose en deux parties distinctes :

$$S = S_d \times S_g \tag{2.91}$$

Avec S_d la sensibilité du dispositif et S_g la sensibilité du guide d'onde.

La sensibilité du dispositif S_d est le rapport entre la variation du paramètre optique mesuré et la variation de l'indice effectif du mode guidé. Pour la méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde, la sensibilité du dispositif, notée S_{d_λ}, vaut :

$$S_{d_\lambda} = \frac{\delta\lambda_{res}}{\delta n_{eff}} \tag{2.92}$$

La sensibilité du guide d'onde S_g est le rapport entre la variation d'indice effectif et la variation du paramètre optique du guide d'onde qui interagit avec les molécules cibles. La sensibilité du guide d'onde, notée S_{g_H}, vaut :

$$S_{g_H} = \frac{\delta n_{eff}}{\delta n_{sp}} \tag{2.93}$$

La sensibilité s'exprime alors selon :

$$S_{H_\lambda} = S_{d_\lambda} \cdot S_{g_H} = \frac{\delta \lambda_{res}}{\delta n_{eff}} \cdot \frac{\delta n_{eff}}{\delta n_{sp}} = \frac{\delta \lambda_{res}}{\delta n_{sp}} \tag{2.94}$$

Un capteur est dit performant lorsqu'il présente une valeur la plus élevée possible pour la sensibilité S. Afin d'améliorer cette sensibilité, à la fois la sensibilité du dispositif S_d et la sensibilité du guide d'onde S_g doivent être optimisées.

La gamme de détection

La gamme de détection est une caractéristique importante d'un capteur qui peut permettre de les comparer entre eux. De manière générale, la gamme de détection est définie par l'intervalle de mesures possibles du capteur : de la plus petite valeur détectable, ou limite de détection LD, à la plus grande valeur détectable par le capteur. Pour une application capteur, il est souhaité d'avoir la plus faible limite de détection. C'est un vrai enjeu : en effet, par exemple, dans le cas d'une application médicale, une faible limite de détection permet de pouvoir prévenir et de traiter au plus tôt une maladie. La définition des bornes de la gamme de détection va dépendre du type de détection et de la méthode d'analyse utilisée. Dans cette thèse, nous allons nous intéresser à une détection homogène analysée avec la méthode basée sur le décalage en longueur d'onde.

La limite de détection LD est la plus petite variation d'indice de réfraction du superstrat $\delta n_{sp_{min}}$, qui permet de remonter à la variation minimale de la concentration C de molécules cibles δC_{min}. Pour mesurer la plus petite variation d'indice de réfraction du superstrat $\delta(n_{sp})_{min}$, il faut connaître le plus petit décalage en longueur d'onde de résonance $\delta\lambda_{res_{min}}$. La mesure du décalage en longueur d'onde est influencée par la résolution instrumentale des équipements de mesure, le facteur de qualité Q des pics de résonance et par le bruit, notamment thermique, du spectre mesuré. Il y a donc une incertitude sur la mesure de $\delta\lambda_{res_{min}}$. Pour augmenter la précision de cette mesure, il est souhaitable d'obtenir une raie de résonance fine. Ainsi, $\delta\lambda_{res_{min}}$ peut être estimée à une fraction de la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de la raie de résonance, en divisant par un facteur 10 [2], [223]. Finalement la limite de détection LD peut être définie, à partir de l'équation (2.94) comme étant le rapport entre le maximum des valeurs du bruit et de $\frac{\delta\lambda}{10}$ et la sensibilité du micro-résonateur [224] :

$$LD_{H_\lambda} = \frac{\max\left(Bruit, \frac{\delta\lambda}{10}\right)}{S_{H_\lambda}} \tag{2.95}$$

La plus grande valeur détectable par le capteur $\delta n_{sp_{max}}$ est limitée par l'intervalle spectral libre du micro-résonateur. En effet, le décalage maximal de la longueur d'onde de résonance $\delta\lambda_{res_{max}}$ correspondant ne peut être supérieur à l'intervalle spectral libre. Si

le décalage lui est supérieur, il devient alors difficile de retrouver la longueur d'onde résonante de référence. La plus grande variation d'indice de réfraction du superstrat $\delta n_{sp_{max}}$ détectable est définie ci-après dans l'équation 2.96 :

$$\delta n_{sp_{max}} = \frac{ISL}{S_{H_\lambda}} - LD_{H_\lambda} = \frac{ISL - \max\left(Bruit, \frac{\delta\lambda}{10}\right)}{S_{H_\lambda}} \tag{2.96}$$

Le capteur est performant lorsque $\delta n_{sp_{max}}$ est le plus grand possible et lorsque LD_{H_λ} est la plus faible possible.

La sensibilité s'exprime en nm/UIR, les limites de détection minimale LD et maximale $\delta n_{sp_{max}}$ s'expriment en UIR.

Dans la suite de la thèse, la détection homogène de glucose dissout dans de l'eau désionisée est réalisée. En effet, le glucose se solubilise bien en solution aqueuse et il est facile d'obtention. La détection homogène est relativement rapide à mettre en œuvre, contrairement à la détection surfacique qui nécessite de mettre en place tout un protocole de fonctionnalisation. La méthode basée sur le décalage de la longueur d'onde de résonance est la plus adaptée pour réaliser une preuve de concept qui nécessite d'utiliser, dans un premier temps de fortes concentrations de glucose. Pour vérifier rapidement la faisabilité d'un capteur à base de micro-résonateurs, nous utiliserons la détection homogène de glucose et l'analyse basée sur le décalage en longueur d'onde.

2.5 Modélisation d'un micro-résonateur pour les applications capteurs

Le principe de fonctionnement général et le principe d'utilisation d'un micro-résonateur en tant que capteur ont été développés précédemment dans les sections 2.3.1 et 2.4. Avant d'étudier expérimentalement le capteur optique à base d'un micro-résonateur, il est nécessaire de concevoir ce micro-résonateur de façon à ce que le capteur soit optimisé. Comme nous l'avons déjà défini auparavant, un capteur doit posséder une forte sensibilité, une grande gamme de détection et une faible limite de détection. Des simulations sont réalisées à l'aide de codes développés avec le logiciel Matlab afin de déterminer toutes les dimensions nécessaires à la réalisation technologique du micro-résonateur. Ces dimensions sont choisies de façon à optimiser les performances du capteur.

2.5.1 Taille des guides d'onde

Les micro-résonateurs étudiés dans cette thèse sont réalisés pour des applications capteurs. Les guides d'onde, qui les composent, sont donc conçus pour supporter la propagation d'un seul mode ce qui simplifie l'analyse de la réponse du micro-résonateur. Une fois les matériaux choisis, seules la hauteur h et la largeur w du cœur du guide d'onde sont variables. Il est donc important de fixer les dimensions h et w des guides d'onde pour obtenir une propagation monomodale.

Le logiciel Matlab est alors utilisé pour réaliser un code utilisant la méthode de l'indice effectif afin de calculer l'indice effectif de différents modes optiques. Comme nous l'avons vu précédemment, un guide d'onde peut supporter un ou plusieurs modes avec deux

polarisations différentes TE ou TM. Les profils de modes TE sont représentés sur la figure 2.25 pour un guide d'onde ridge de taille 3 x 3 μm^2 réalisé en polymères SU8/PMATRIFE sur substrat de silicium.

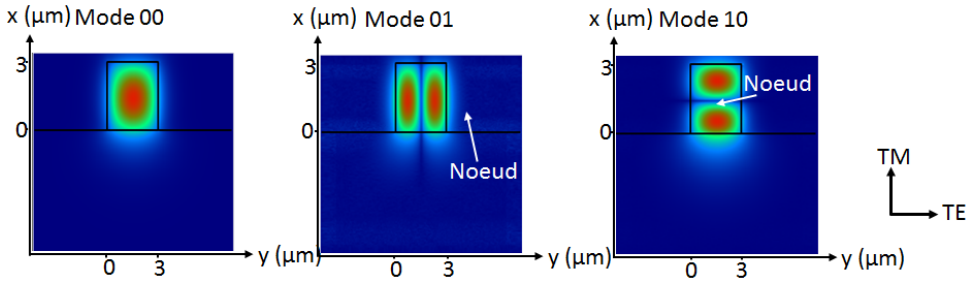


FIGURE 2.25 – Représentation du profil des modes TE 00, 01 et 10 pour un guide d'onde ridge de taille 3 x 3 μm^2 réalisé en polymères Air/SU8/PMATRIFE/Si (n_{sp}= 1/n_c = 1,58/n_{cf} = 1,41/n_{si} = 3.5). La longueur d'onde λ de la lumière propagée dans le guide d'onde vaut 1,55 μm.

Les modes sont identifiés par le nombre de nœuds horizontalement et verticalement avec les indices i et j, respectivement. Le mode fondamental ne possède pas de nœud ainsi i et j sont égaux à 0. Le mode 01 possède un nœud vertical et le mode 10 possède un nœud horizontal.

La figure 2.26 représente l'indice effectif calculé pour les trois modes optiques polarisés TE : 00, 01 et 10 en fonction de la hauteur h et de la largeur w du guide d'onde. La zone bleue foncée correspond aux indices effectifs inférieurs à l'indice de réfraction de la couche de confinement inférieur. Pour qu'un mode soit propagé dans le cœur du guide d'onde, son indice effectif doit être compris entre les indices de réfraction du confinement inférieur et du cœur selon la condition exprimée dans les équations 2.12a et 2.12b. Ainsi dans cette zone bleue foncée, il n'y a pas de propagation de la lumière.

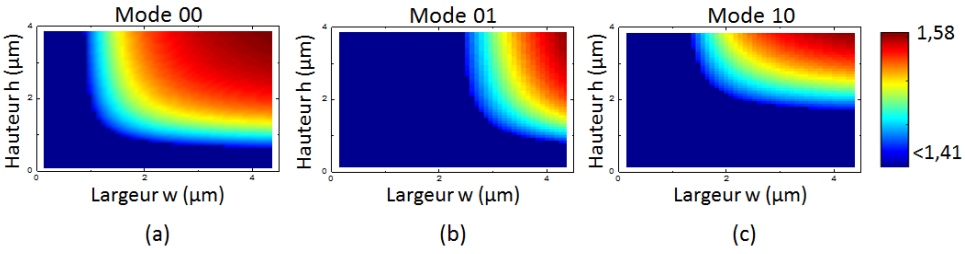


FIGURE 2.26 – Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10.

La figure 2.27 présente le cas où le guide d'onde est réalisé avec des dimensions (w × h) de 1 μm × 1 μm. L'indice effectif du mode fondamental 00 est inférieur à l'indice de réfraction du confinement inférieur, il ne se propage pas dans le guide d'onde. Il en est de même pour les deux autres modes.

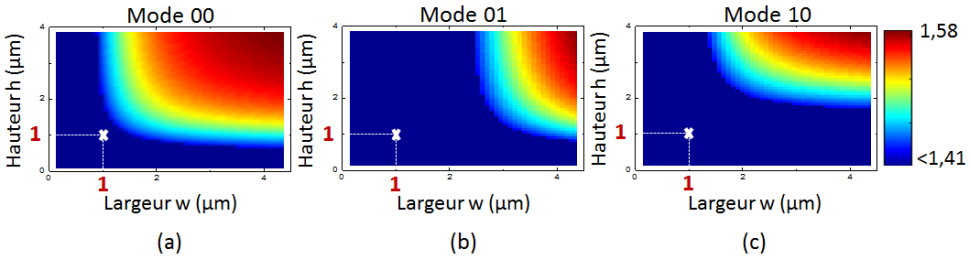


FIGURE 2.27 – Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10. La croix blanche correspond au guide d'onde réalisé avec des dimensions de 1 μm $\times$ 1 μm.

La figure 2.28 présente le cas où le guide d'onde est réalisé avec des dimensions de 2 μm $\times$ 3 μm. L'indice effectif du mode fondamental 00 est supérieur à l'indice de réfraction du confinement inférieur ; il se propage dans le guide d'onde. Il en est de même pour le mode 10 ; en revanche le mode 01 ne se propage pas. Le guide est alors multimode (dans ce cas particulier on parle de guide bimodal).

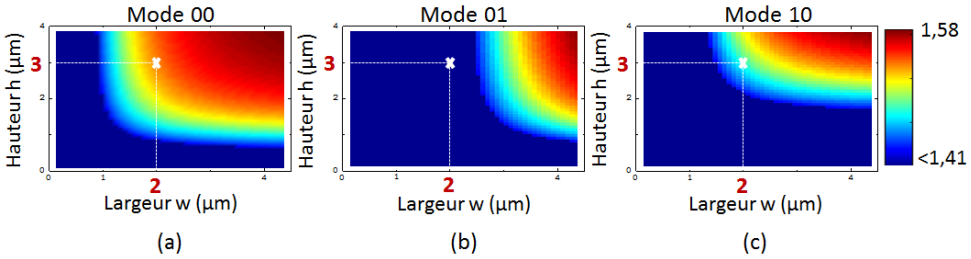


FIGURE 2.28 – Profil de l'indice effectif en fonction de la hauteur h et de la largeur w d'un guide d'onde ridge en polymères pour les modes (a) 00, (b) 01 et (c) 10. La croix blanche correspond au guide d'onde réalisé avec des dimensions de 2 μm $\times$ 3 μm.

Pour obtenir de manière immédiate les dimensions permettant un guidage monomodal, dans un premier temps, les dimensions limites (hauteur et largeur), au dessus desquelles le guidage des modes TE 00, 01 et 10 est possible, sont déduites et représentées graphiquement sur les figures 2.29 a,b et c. Puis les dimensions limites de chacun des modes sont tracées sur un même graphique comme illustré sur la figure 2.29d.

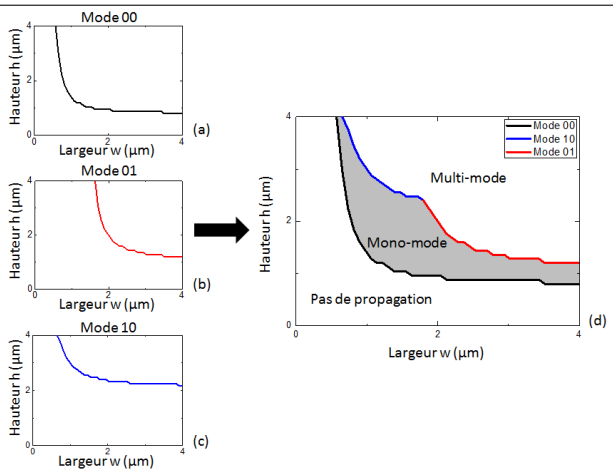


FIGURE 2.29 – (a), (b) et (c) Solutions des équations de dispersion (Equation 2.26) (indice effectifs) pour les modes, polarisés TE, 00, 01 et 10 en fonction des dimensions du guide d'onde. (d) La zone grise, située entre la courbe du mode fondamental et des courbes des modes 01 et 10, représente l'ensemble des dimensions pour lesquelles la propagation monomodale est possible.

En dessous des dimensions limites du mode fondamental, il n'y a pas de propagation optique possible. La zone, comprise entre les dimensions limites du mode fondamental et celles des modes 01 et 10, correspond à la région où les guides d'onde sont monomodes. Dans cette zone monomodale, seul le mode fondamental se propage. Au-dessus, des dimensions limites des modes 01 et 10, la propagation optique est multi-modale.

Dans cette étude, la taille des guides d'onde est choisie dans la zone monomodale.

2.5.2 Méthode de Marcatili - Estimation du taux de couplage

Dans notre cas, les micro-résonateurs utilisés ont un couplage horizontal ; le guide d'accès et la cavité résonante sont réalisés dans la même couche. Ils sont réalisés à partir du même matériau. De plus, le guide constituant la cavité résonante et le guide d'accès sont réalisés avec les mêmes dimensions. Pour calculer le taux de couplage entre le guide d'onde rectiligne et la cavité résonante en forme d'hippodrome, nous utilisons la méthode Marcatili détaillée dans la partie 2.2.4 pour la zone de couplage représentée sur la figure 2.30.

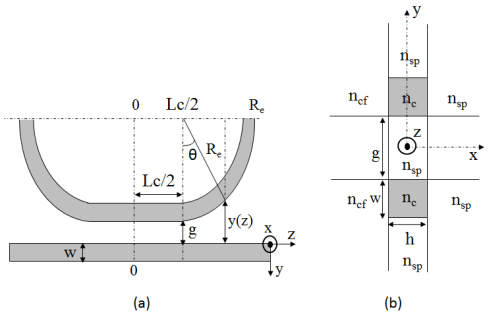


FIGURE 2.30 – Schéma de la zone de couplage : (a) vue de dessus, (b) vue en coupe.

Sur la figure 2.30a, est représentée la vue de dessus de la zone de couplage de longueur L, incluant le guide d'accès rectiligne et la moitié du guide d'onde d'un micro-résonateur en forme d'hippodrome. Sur la figure 2.30b, une vue en coupe montre les cœurs (d'indice de réfraction n_c) des guides d'onde rectiligne et en forme d'hippodrome entourés par la couche de confinement inférieur (d'indice de réfraction n_{cf}) et le superstrat (indice de réfraction n_{sp}) à la position où la séparation, notée g, est minimale entre les deux guides.

Dans cette configuration, la séparation entre le guide d'onde rectiligne et le guide en forme d'hippodrome est une constante dans la direction (z) seulement le long de la zone de couplage rectiligne appelée distance de couplage L_c. Dans la partie courbe de la zone de couplage, la séparation entre les deux guides d'onde est dépendante de z dans la direction (y).

Elle s'exprime en fonction de z comme suit :

$$y(z) = g + R_e(1 - \cos(\theta)) \tag{2.97}$$

avec le gap g, ou séparation minimale, entre les deux guides d'onde, R_e le rayon externe et θ, défini par l'équation 2.98, varie de 0 à $\frac{\pi}{2}$.

$$\theta = \arcsin\left(\frac{z}{R_e}\right) \tag{2.98}$$

Notons $C_n(z)$ le coefficient de couplage à une abscisse z donnée. D'après la méthode de Marcatili [215], $C_n(z)$ est défini, pour les modes TE et TM, par :

$$\begin{aligned} C_n(z) = 2\left(\frac{k_y A_{sp}}{\pi}\right)^2 \frac{k_1}{k_z} \frac{\left[1-\left(\frac{n_{sp}}{n_c}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}}}{w} \left[1-\left(\frac{k_y A_{sp}}{\pi}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}} \\ \times \quad exp\left(-\pi \frac{y(z)}{A_{sp}}\left[1-\left(\frac{k_y A_{sp}}{\pi}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}}\right) \end{aligned} \tag{2.99}$$

avec k_z la constante de propagation axiale qui dépend des constantes de propagation transverses k_x et k_y et de la constante de propagation k_1 dans le milieu d'indice n_c. Les constantes de propagation k_z, k_x, k_y et k_1 s'expriment selon les équations suivantes :

$$k_1 = \frac{2\pi}{\lambda} n_c \tag{2.100}$$

$$k_x = \frac{p\pi}{h}\left(1 + \frac{A_{sp} + A_{cf}}{\pi h}\right)^{-1}, \quad \text{pour les modes TE} \tag{2.101}$$

$$k_y = \frac{q\pi}{w}\left(1 + \frac{2n_{sp}^2 A_{sp}}{\pi n_c^2 w}\right)^{-1}, \quad \text{pour les modes TE} \tag{2.102}$$

$$k_x = \frac{\pi}{h}\left(1 + \frac{n_{sp}^2 A_{sp} + n_{cf}^2 A_{cf}}{\pi n_c^2 h}\right)^{-1}, \quad \text{pour les modes TM} \tag{2.103}$$

$$k_y = \frac{\pi}{w}\left(1 + \frac{2A_{sp}}{\pi w}\right)^{-1}, \quad \text{pour les modes TM} \tag{2.104}$$

Les constantes de propagation transverses k_x et k_y dépendent des indices de réfraction du superstrat n_{sp}, du cœur n_c et du confinement inférieur n_{cf} ainsi que des constantes A_{cf} et A_{sp} définies comme suit :

$$A_i = \frac{\lambda_0}{2\left(n_1^2 - n_i^2\right)^{\frac{1}{2}}} \ , \ \text{pour } i = cf \ ou \ sp \tag{2.105}$$

Pour obtenir le coefficient de couplage C_T sur toute la distance de la zone de couplage, la fonction $C_n(z)$ est intégrée de 0 à R_e puis multipliée par un facteur 2 dû à la symétrie de la zone de couplage :

$$C_T = 2\left(\int_{\frac{L}{2}}^{R_e} C_n(z)\,\mathrm{d}z + C_n(z) \times \frac{L}{2}\right) \tag{2.106}$$

Finalement le taux de couplage κ^2, selon [225], est égal à :

$$\kappa^2 = \sin^2(C_T) \tag{2.107}$$

Le taux de couplage dépend des indices de réfraction des matériaux, de la taille des guides d'onde, du gap entre les deux guides d'onde et de la géométrie du micro-résonateur (R et L_c). La valeur du taux de couplage est essentielle pour déterminer les dimensions du micro-résonateur.

2.5.3 Optimisation des caractéristiques du micro-résonateur

Comme indiqué auparavant dans la partie 2.4.5, un capteur performant doit avoir une sensibilité S la plus élevée possible, la plus large gamme de détection et la plus faible limite de détection possibles.

La sensibilité S du capteur est donnée, pour une détection homogène et en faisant varier la longueur d'onde, par la relation suivante, à l'aide des équations (2.78) et (2.94) :

$$S = \frac{\lambda_{res}}{n_{eff}} \frac{\delta n_{eff}}{\delta n_{sp}} \tag{2.108}$$

La sensibilité dépend donc de l'indice effectif qui doit être le plus faible possible. De plus, le rapport $\frac{\delta n_{eff}}{\delta n_{sp}}$ doit être optimisé pour augmenter la sensibilité. Ce paramètre est principalement amélioré par le choix des matériaux. Dans notre cas, il s'agira de polymères ou de silicium poreux avec différentes porosités et différents degrés d'oxydation. La question du choix des matériaux est expliqué dans les chapitres suivants.

Pour optimiser la gamme de détection, elle doit être la plus large possible avec une faible limite de détection.

Dans la relation (4.16b), la plus grande valeur détectable est liée à l'intervalle spectral libre du micro-résonateur. Nous avons vu que ce dernier est inversement proportionnel à la circonférence du micro-résonateur. Pour obtenir un grand ISL et une large gamme de détection, il faut choisir la circonférence la plus faible possible. Or, celle-ci dépend du rayon R de la cavité résonante, qui, lorsqu'il diminue, fait augmenter les pertes optiques radiatives α_r. Il faut donc tracer les pertes radiatives en fonction du rayon du micro-résonateur, afin de choisir le rayon de façon à négliger les pertes radiatives selon l'équation (2.37).

La limite de détection LD est, quant à elle, limitée par la largeur à mi-hauteur de la raie de résonance. Celle-ci doit être la plus petite possible et donc le facteur de qualité doit être le plus grand possible. Pour déterminer les dimensions d'un micro-résonateur permettant d'obtenir ce bon facteur de qualité, nous allons observer le comportement de la transmission spectrale en fonction de différents taux de couplage pour le mode guidé TE.

La figure 2.31 représente la transmission spectrale d'un micro-résonateur, définie par l'équation (2.76), en forme d'anneau de rayon R = 100 μm pour différentes valeurs du taux de couplage κ^2. Les pertes optiques α_{pertes} sont prises égales à 10 dB/cm. Cette valeur de pertes est proche de celle déterminée expérimentalement comme nous le verrons dans la partie 3. Une opération mathématique est effectuée pour obtenir, à partir des pertes optiques α_{pertes} exprimées en décibel (dB), les pertes optiques linéiques α_{pertes_L} exprimée par unité de longueur (cm^{-1}) :

$$\alpha_{pertes_L}(cm^{-1}) = \frac{\alpha_{pertes}\ln(10)}{10} = 0.23\ \alpha_{pertes}(dB.cm^{-1}) \tag{2.109}$$

puis la relation 2.71 est appliquée pour obtenir le facteur d'atténuation a, ici, égal à 0,9.

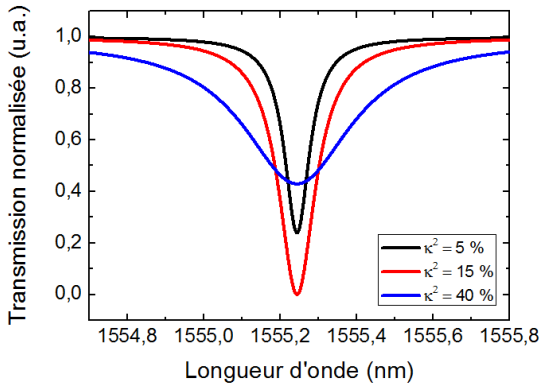


FIGURE 2.31 – Transmission spectrale pour différentes valeurs de κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9.

Sur la figure 2.31, la forme de la transmission spectrale du micro-résonateur dépend du taux de couplage κ^2. Cette forme est décrite par les caractéristiques suivantes, le facteur de qualité Q et le contraste C, définis respectivement par les équations (2.86) et (2.89), qui dépendent du taux de couplage. Sur les figures 2.32 et 2.33, elles sont tracées en fonction du taux de couplage κ^2.

Sur la figure 2.32, nous remarquons que le facteur de qualité Q diminue avec l'augmentation du taux de couplage κ^2.

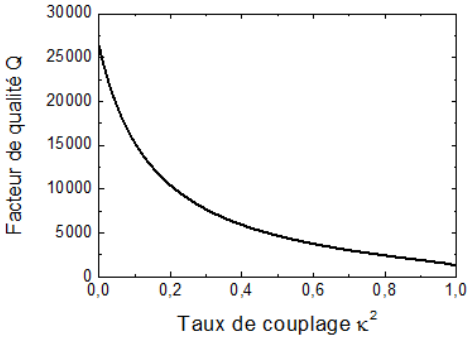


FIGURE 2.32 – Facteur de qualité Q en fonction du taux de couplage κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9.

Sur la figure 2.33, nous pouvons voir qu'un contraste maximal est atteint pour une valeur de taux de couplage κ_c^2 égale à 13 %.

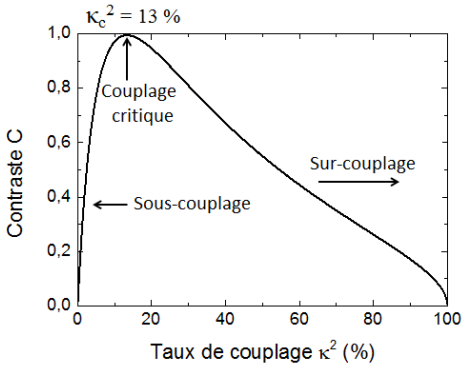


FIGURE 2.33 – Contraste C en fonction du taux de couplage κ^2. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm et le facteur d'atténuation a = 0,9.

Trois régimes de couplage sont alors définis :

— Le couplage critique κ_c^2, qui correspond à la valeur du taux de couplage κ^2 menant à un contraste C maximal obtenu quand le minimum de transmission est nul. D'après l'équation 2.82, le contraste est maximal lorsque $\kappa^2 = \kappa_c^2 = 1 - a^2$.
— Le régime de sous-couplage, qui correspond aux valeurs de κ^2 inférieures à κ_c^2 soit $\kappa^2 < 1 - a^2$.
— Le régime de sur-couplage, qui correspond aux valeurs de κ^2 supérieures à κ_c^2 soit $\kappa^2 > 1 - a^2$.

Selon les figures 2.32 et 2.33, pour atteindre un facteur de qualité élevé, et par conséquent une faible limite de détection, le micro-résonateur doit s'éloigner du régime de sur-couplage. Il en est de même pour optimiser la finesse F du micro-résonateur. Dans le régime de sous-couplage, la valeur du contraste C chute rapidement avec la diminution de κ^2. Pour avoir un bon compromis entre le contraste C et le facteur de qualité Q, ainsi que la finesse F, il est judicieux d'obtenir une valeur du taux de couplage proche de celle du couplage critique. L'ajout d'une portion de longueur de couplage L_c est parfois nécessaire

pour pouvoir atteindre ce couplage critique. Sur la figure 2.34, le taux de couplage κ^2, calculé en utilisant la méthode de Marcatili, est tracé en fonction du gap g pour différentes valeurs de la longueur de couplage L_c.

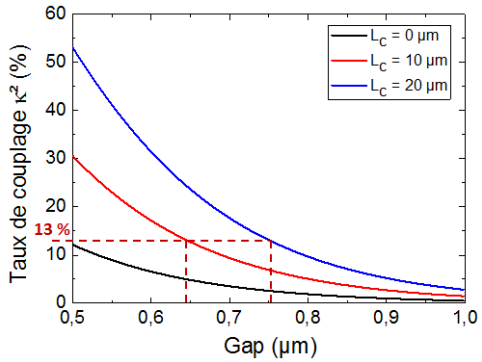


FIGURE 2.34 – Taux de couplage κ^2 en fonction du gap g pour 3 valeurs différentes de L_c. Le micro-résonateur étudié est en forme d'anneau de rayon R = 100 μm, de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm et réalisé en polymères (SU8/PMATRIFE/Si).

Ainsi, sur la figure 2.34, pour une longueur de couplage L_c nulle, le gap de 0,5 μm permet juste d'atteindre le couplage critique de 13 %. En ajoutant une portion de 10 μm ou encore de 20 μm, il est alors possible d'atteindre ce couplage critique avec un gap plus élevé relâchant ainsi les contraintes de résolution de photolithographie technologiques. Cette étude permet de fixer les dimensions g et L_c afin de s'approcher du couplage critique déterminé sur la figure 2.33.

Dans ce chapitre, des rappels sur l'optique guidée ont été faits afin de faciliter la compréhension du principe de fonctionnement d'un micro-résonateur. Les caractéristiques du micro-résonateur que sont l'intervalle spectral libre ISL, le facteur de qualité Q, le contraste C et le finesse F, ont été définies. Dans un second temps, le principe de détection d'un capteur à base de micro-résonateur a été présenté ainsi que les grandeurs comme notamment la sensibilité S et la gamme de détection qui le caractérisent. Pour modéliser un micro-résonateur de façon à obtenir un capteur avec de bonnes caractéristiques, certaines conditions sont fixées judicieusement : les dimensions géométriques des guides d'onde (hauteur h et largeur w) sont choisies afin d'obtenir une propagation monomodale de la lumière. Les dimensions géométriques des micro-résonateurs (le rayon R, la longueur de couplage L_c et le gap g) sont déterminées de façon à s'approcher du couplage critique de manière à avoir le meilleur facteur de qualité Q possible par rapport à l'application visée. Les résultats détaillés de ces simulations pour chacun des matériaux utilisés, polymères et silicium poreux avec différents degrés d'oxydation, sont donnés dans les chapitres suivants.

CHAPITRE 3

MICRO-RÉSONATEURS EN POLYMÈRES POUR DES APPLICATIONS CAPTEURS

Sommaire

3.1 Réalisation des guides d'onde en polymères 77
3.1.1 Les polymères 77
3.1.2 Taille et indices effectifs du guide d'onde monomodal 81
3.1.3 Réalisation technologique 83
3.2 Caractérisation optique des guides d'onde 92
3.2.1 Caractérisation du mode optique avec la méthode en champ proche 92
3.2.2 Estimation des pertes optiques 94
3.3 Simulations de la réponse spectrale d'un micro-résonateur . 97
3.3.1 Caractéristiques de la transmission spectrale 97
3.3.2 Caractéristiques du capteur 104
3.4 Caractérisations optiques des micro-résonateurs 108
3.4.1 Élaboration et caractérisation structurale 108
3.4.2 Banc optique 109
3.4.3 Contrôle de polarisation 110
3.4.4 Ajustement de la fonction de transfert 110
3.4.5 Étude de différents gaps 113
3.5 Caractérisation du capteur à base de microrésonateur 117
3.5.1 Le protocole 117
3.5.2 Étude de la Répétabilité 118
3.5.3 Application à la détection homogène de concentration de glucose 120

Pour les travaux de cette thèse, avant de réaliser des micro-résonateurs en silicium poreux, la technologie étant plus complexe, nous avons décidé de fabriquer des micro-résonateurs à base de polymère pour atteindre les sensibilités et limites de détection de l'état de l'art. Cette étude menée sur les micro-résonateurs en polymères permet également de mettre en place le banc optique de caractérisation ainsi que de développer un protocole pour la détection et enfin de vérifier les modèles de simulation décrits dans le chapitre 2 en les comparant avec les résultats expérimentaux obtenus.

Aucun micro-résonateur n'avait été étudié au laboratoire Foton jusqu'alors pour être utilisé comme transducteur pour des applications de détection de molécules.

Au laboratoire Foton, la plateforme technologique CCLO (Centre Commun Lannionnais d'Optique) a orienté ses premiers travaux de recherche en optique intégrée pour des applications majoritairement destinées aux télécommunications optiques. Elle s'est tournée vers l'exploitation de polymères qui présentent une variété de propriétés physiques et optiques intéressantes comme la transparence dans le domaine de l'infrarouge [226], le large choix d'indice de réfraction [227] et qui peuvent servir de matrice pour incorporer des chromophores ou des nanotubes de carbone par exemple qui présentent des non-linéarités importantes des matériaux par l'ajout de molécules non-linaires [228]. Notamment, des micro-résonateurs en polymères ont été étudiés pour la réalisation de filtres en longueur d'onde pour les télécommunications optiques [123], [229], [230]. Le procédé technologique de photolithographie UV (Ultra-Violet), utilisé pour la fabrication de micro-résonateurs en polymères, a donc déjà été étudié et mis en place pour certains polymères au sein du laboratoire Foton [208]. Pour ces études de filtrage, un masque de photolithographie en chrome, sur lequel des micro-résonateurs sont inscrits, a été réalisé. Sur ce masque, les micro-résonateurs sont sous forme d'anneaux couplés chacun horizontalement à un seul guide rectiligne d'accès.

Afin de négliger les pertes de courbure, un rayon R de 120 μm avait été choisi sur ce masque [229]. Le gap, ou séparation, entre le guide rectiligne d'accès et la cavité résonante, varie entre 0,5 et 1 μm par pas de 0,1 μm. La plus petite valeur de gap réalisable est de 0,4 μm [231]. La largeur w des guides d'onde inscrits est de 1,5 μm.

Toutefois, étant donné, comme nous le verrons par la suite, que nous utilisons de nouveaux polymères pour la réalisation des micro-résonateurs, nous avons commencé par réaliser et caractériser de simples guides d'onde ridges afin d'étudier notamment les pertes optiques. Pour cela, nous disposons d'un second masque photolithographique, sur lequel sont incrits des guides d'onde de différentes largeurs w, de 0,5 à 12 μm, dont la valeur de 1,5 μm, qui est utilisée pour réaliser des guides d'onde en polymères qui constitueront le micro-résonateur ; ces guides d'onde réalisés sont ensuite caractérisés en mesurant leurs pertes optiques.

Ensuite, nous étudions la transmission spectrale du micro-résonateur dans le cadre des applications capteur en considérant différents superstrats, air, eau désionisée et eau glucosée dans le cadre d'une application capteur. La sensibilité et la gamme de détection du capteur réalisé à partir de ce micro-résonateur sont calculées en considérant une détection homogène de glucose solubilisé dans de l'eau désionisée. Les caractérisations optiques expérimentales des micro-résonateurs avec un superstrat d'air et d'eau et pour une application de détection avec un superstrat d'eau glucosée avec différentes concentrations sont finalement présentées et discutées dans ce chapitre.

3.1 Réalisation des guides d'onde en polymères

La finalité du procédé de fabrication des guides d'onde est d'obtenir des guides d'onde ridges en polymère représentés sur la figure 3.1b à partir de guides d'onde plans représentés sur la figure 3.1a.

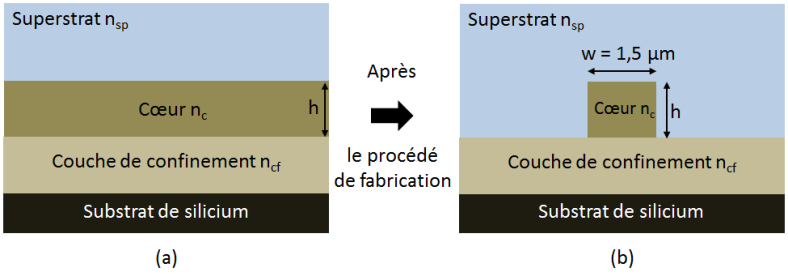


FIGURE 3.1 – Représentation de la vue en coupe (a) d'un guide d'onde plan et (b) d'un guide d'onde ridge en polymères.

Les guides d'onde sont réalisés sur un substrat de silicium, servant de support mécanique, sur lequel est déposée la première couche d'un matériau polymère constituant la couche de confinement inférieur. La couche de cœur est constituée d'un deuxième matériau polymère d'indice de réfraction plus élevé que celui de la couche de confinement inférieur. Pour les applications de capteurs, la troisième couche, le superstrat, constitue le milieu de détection. Dans notre cas, il s'agit d'une solution aqueuse avec différentes concentrations de glucose dissoutes dans de l'eau et donc présentant des indices de réfraction différents. Avant toute étude, la première étape consiste à choisir les polymères que nous allons utiliser pour la réalisation des guides d'onde.

3.1.1 Les polymères

Les polymères sont utilisés pour l'optique intégrée depuis une trentaine d'années. Ce sont des matériaux particulièrement intéressants en raison de leur relative facilité de mise en œuvre ; de plus, le domaine d'indices de réfraction s'étend de 1,3 à 1,7. Des contrastes d'indice faibles sont alors possibles et ils permettent un champ évanescent important dans le superstrat en contact avec les molécules à détecter. La rapidité et les coûts relativement faibles de mise en œuvre ainsi qu'un vaste champ d'application possible sont des atouts supplémentaires pour les polymères. Pour la réalisation de guides d'onde ridges, plusieurs technologies de mises en œuvre existent, notamment, le moulage, la photo-inscription et la photolithographie [232]. Il existe une grande variété de polymères ; les polymères disponibles au laboratoire Foton sont rassemblés dans le tableau 3.1 avec leurs indices de réfraction respectifs à 1550 nm.

Tableau 3.1 – Polymères disponibles au laboratoire Foton et leurs indices de réfraction.

Polymères	Indice de réfraction n @ 1550 nm
PMATRIFE	1,411
OG125	1,46
PMMA	1,485
NOA65	1,52
PMMI	1,522
PVCI	1,56
Polystyrène	1,562
Lexans	1,572
SU8	1,579

Parmi ces polymères, différents couples coeur/confinement inférieur peuvent être formés afin de réaliser des structures guidantes et monomodes pour des largeurs de guides de 1,5 μm avec un superstrat d'eau pour l'application capteur visée.

Les polymères se présentent généralement sous la forme de poudre à dissoudre dans un solvant. Parmi les couples de polymères, il est judicieux de ne pas associer deux polymères possédant des solvants effectifs sur chacun d'entre eux ; en effet, cela permet d'éviter une étape technologique supplémentaire pour introduire une couche inorganique entre les deux couches pour éviter leur dissolution. Les deux couples de polymères choisis sont alors des guides composés de SU8/OG125 et SU8/PMATRIFE. Nous avons choisi de travailler avec un guide SU8/PMATRIFE car la OG125 nécessite une insolation contraignante aux rayons UV à une puissance de 30 mW/cm^2.

3.1.1.1 Le polymère SU8

Le matériau choisi pour réaliser la couche de cœur des guides d'onde est le byphénol A d'ether glycedyle appelé couramment SU8. Le polymère SU8 est une résine négative photo-sensible de type epoxy développée par la société IBM à la fin des années 1980 [233]. Elle est fournie par Micro-chemical. Sa structure chimique est présentée sur la figure 3.2.

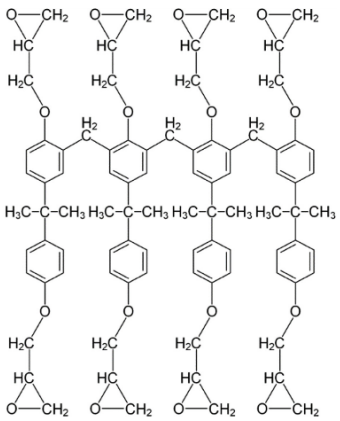


FIGURE 3.2 – Structure chimique du polymère SU8 [234].

Sa stabilité thermique et chimique, a permis son utilisation pour des études portant sur des systèmes micro-électro-mécaniques MEMS (de l'anglais *Micro-Electro-Mechanical System*) ou pour des systèmes micro-fluidiques par exemple. Ses bonnes propriétés optiques reliées à son fort indice de réfraction ainsi que sa biocompatibilité [235], en font un matériau utilisable pour la fabrication de capteurs optiques intégrés.

3.1.1.2 Le polymère PMATRIFE

Le matériau choisi pour réaliser la couche de confinement inférieur des guides d'onde est le Poly(2,2,2 MethAcrylate of TRIFluoro-Ethyle), appelé PMATRIFE. Il fait partie de la famille des méthacrylates comme le PMMI ou le PMMA et est plus connu sous le nom de plexiglas. Sa structure chimique est présentée sur la figure 3.3. Le polymère PMATRIFE se présente sous forme de poudre, fournie par Scientific Polymer American, soluble dans le Tétra Hydro-Furane (THF).

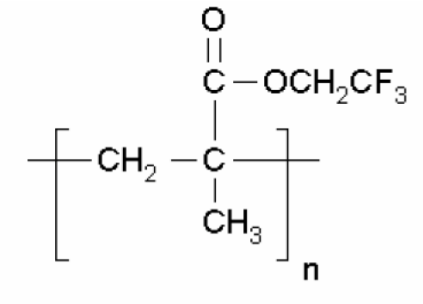


FIGURE 3.3 – Structure chimique du polymère PMATRIFE [236].

3.1.1.3 Étude de la dispersion des polymères par ellipsométrie

Pour la conception des guides d'onde, il est important de connaître les indices de réfraction des matériaux polymères utilisés. Pour cela, des mesures d'ellipsométrie ont été réalisées au Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne (LIMATB) à Lorient sur les couches de polymères [237]. L'indice de réfraction est alors déterminé en fonction de la longueur d'onde dans le proche infra-rouge s'étendant de 1200 nm à 1630 nm.

L'ellipsométrie est une technique non destructive permettant d'analyser les propriétés intrinsèques d'un matériau. Cette méthode consiste à étudier la modification de la polarisation d'un faisceau lumineux après interaction avec le matériau. Les propriétés accessibles sont, par exemple, l'indice de réfraction ou encore son épaisseur [238].

L'ellipsomètre (Jobin Yvon-Uvisel instrument) utilisé, représenté sur la figure 3.4, est composé :

- d'une source Xénon, allant de l'ultraviolet à l'infrarouge (soit de 250 à 1700 nm)
- de deux polariseurs, le premier polarise la lumière et le second sert d'analyseur
- d'un monochromateur gérant la dispersion en sélectionnant une longueur d'onde
- d'un détecteur.

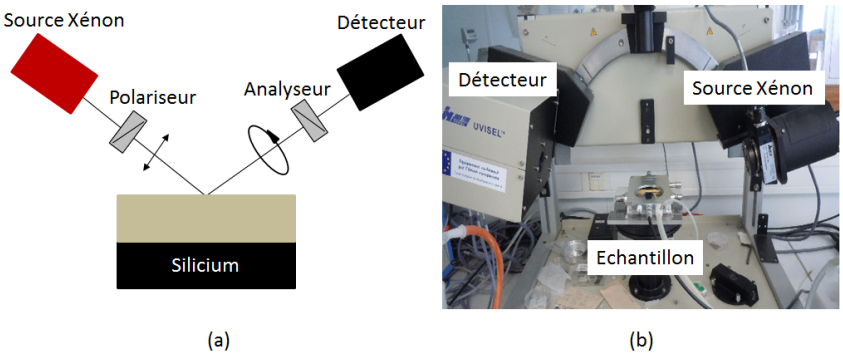


FIGURE 3.4 – L'ellipsomètre Jobin Yvon-Uvisel du LIMATB utilisé avec ses principaux éléments : (a) représentation schématique et (b) photographie du dispositif expérimental.

Les mesures sont ajustées avec la loi de Cauchy d'ordre 2 pour un modèle constitué d'un substrat de silicium et d'une couche de polymère [238]. Les paramètres d'ajustement sont l'indice de réfraction du polymère, l'épaisseur de la couche déposée et l'angle d'incidence avec lequel la mesure a été effectuée. L'angle d'incidence lors de l'étude est fixé à 70°. L'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde est étudiée dans les conditions ambiantes (à 25°C et 55 % d'humidité).

La dispersion du polymère SU8 Un échantillon constitué d'une couche de SU8, réalisée avec les conditions qui seront détaillées dans la partie 3.1.3.1, est caractérisé par ellipsométrie. La figure 3.5 représente l'évolution de l'indice de réfraction du polymère SU8 entre 1200 nm et 1630 nm.

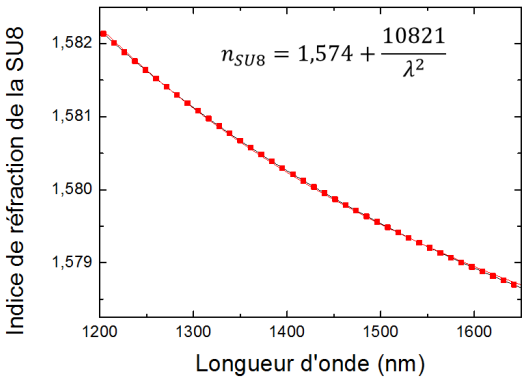


FIGURE 3.5 – Évolution de l'indice de réfraction du polymère SU8 en fonction de la longueur d'onde variant de 1200 à 1630 nm.

L'indice de réfraction n_{SU8} du polymère SU8 à une longueur d'onde donnée est alors déterminé, en ajustant la courbe selon la loi de Cauchy, par la relation suivante :

$$n_{SU8}(\lambda) = 1,574 + \frac{10821}{\lambda^2} \tag{3.1}$$

avec λ la longueur d'onde en nm.

L'indice de réfraction n_{SU8} à 1550 nm, notre longueur d'onde de travail, est alors de 1,579 ± 0,002. L'incertitude est estimée à partir de la variation de 7 mesures différentes prises à différents endroits sur 3 couches de SU8 différentes. Ces valeurs d'indice de réfraction sont proches de celles répertoriées dans la littérature [124], [239], [240]. Les faibles différences observées peuvent être attribuées aux différents traitements thermiques appliqués aux couches de SU8 qui peuvent entrainer une variation de l'indice de réfraction [241].

La dispersion du polymère PMATRIFE Un échantillon constitué d'une couche de PMATRIFE, réalisée avec les conditions détaillées dans la partie 3.1.3.1, a également été caractérisé par ellipsométrie. La figure 3.6 représente l'évolution de l'indice de réfraction du polymère PMATRIFE sur une plage de longueur d'onde entre 1200 nm et 1630 nm.

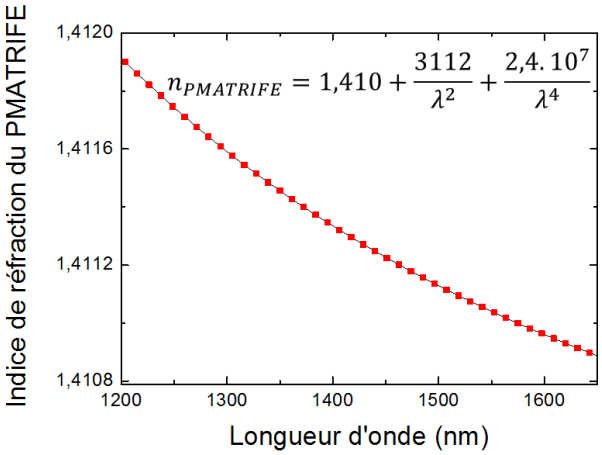


FIGURE 3.6 – Évolution de l'indice de réfraction du polymère PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde variant de 1200 à 1630 nm.

L'indice de réfraction $n_{PMATRIFE}$ du polymère PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde est donné, en ajustant la courbe selon la loi de Cauchy, par la relation suivante :

$$n_{PMATRIFE}(\lambda) = 1,410 + \frac{3112}{\lambda^2} + \frac{2,4.10^7}{\lambda^4} \tag{3.2}$$

avec λ la longueur d'onde en nm.

L'indice de réfraction $n_{PMATRIFE}$ à 1550 nm est alors 1,411 ± 0,002. Cette valeur correspond à celle de la littérature [242].

3.1.2 Taille et indices effectifs du guide d'onde monomodal

Les guides d'onde, d'accès et en forme d'anneau, formant le micro-résonateur que nous allons étudier sont composés de trois couches sur un substrat de silicium : Superstrat/Coeur/Confinement inférieur/Substrat. Le choix des matériaux a été réalisé de façon à avoir pour structure : Superstrat/SU8/PMATRIFE/Si. Le superstrat est soit de l'air, soit de l'eau désionisée ou de l'eau glucosée (avec différentes concentrations de glucose) pour les applications de capteurs.

Comme nous l'avons vu auparavant, nous souhaitons obtenir un guidage monomodal de la lumière dans le guide d'onde. Nous devons par conséquent définir les dimensions possibles des guides à réaliser permettant une propagation monomodale.

Toutes les études suivantes sont réalisées pour le mode TE qui permet d'obtenir, nous le verrons dans la suite, un capteur plus sensible. Le masque disponible au laboratoire permet de réaliser des guides d'onde de 1,5 μm de largeur. Nous devons donc déterminer la hauteur du guide d'onde nécessaire à un guidage monomodal en utilisant la méthode de l'indice effectif, décrite dans la partie 2.5.1.

La figure 3.7 représente les limites de propagation en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde de 3 modes TE différents (00, 10 et 01) pour un superstrat d'air d'indice de réfraction égal à 1, un superstrat d'eau d'indice de réfraction égal à 1,310 @ 1550 nm et un superstrat d'eau glucosée avec une concentration $[C]_{gl}$ de 100 g/L d'indice de réfraction égal à 1,322 @ 1550 nm. [5], [151] . La zone sombre correspond aux dimensions (h et w) possibles pour obtenir une propagation monomodale pour le mode TE 00 à 1550 nm.

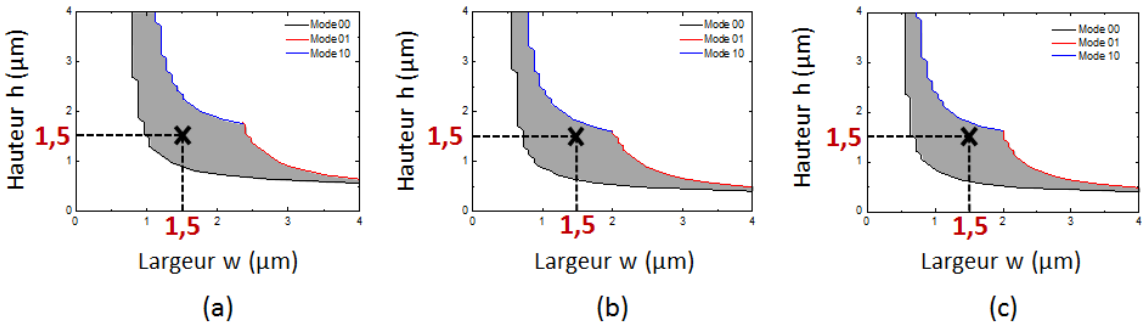


FIGURE 3.7 – Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde pour (a) un superstrat d'air, (b) un superstrat d'eau désionisée et (c) un superstrat d'eau glucosée ($[C]_{gl}$=100 g/L).

Pour un superstrat d'air, nous constatons, sur la figure 3.7a, que pour une largeur w de 1,5 μm, la hauteur h possible varie de 1 à 2,3 μm. Pour un superstrat d'eau désionisée, sur la figure 3.7b, la hauteur varie de 0,6 à 1,8 μm. L'ajout de glucose au superstrat d'eau désionsiée, entraînant une variation de l'indice de réfraction du superstrat, ne modifiera que très légèrement les dimensions comme représenté à la figure 3.7c. Au vue de ces valeurs, nous avons choisi une hauteur de 1,5 μm pour le guide d'onde, ce qui permet d'obtenir un guidage monomodal à la fois avec un superstrat d'air, d'eau désionisée et d'eau glucosée.

La couche de confinement inférieur a une épaisseur de 7 μm afin d'éviter les pertes optiques dues aux fuites de la lumière dans le substrat de silicium d'indice de réfraction élevé (n_{Si} = 3,5 @ 1550 nm).

Les dimensions maintenant connues des guides d'onde nous permettent d'obtenir les valeurs des indices effectifs et de groupe associés. Les indices effectifs, pour différentes longueurs d'onde comprises dans l'intervalle 1460 - 1600 nm, sont obtenus avec la méthode de l'indice effectif pour différents superstrats : air, eau désionisée ou eau glucosée avec une concentration de 100 g/L de glucose. La figure 3.8 représente l'indice effectif des guides d'onde pour les trois superstrats en fonction de la longueur d'onde.

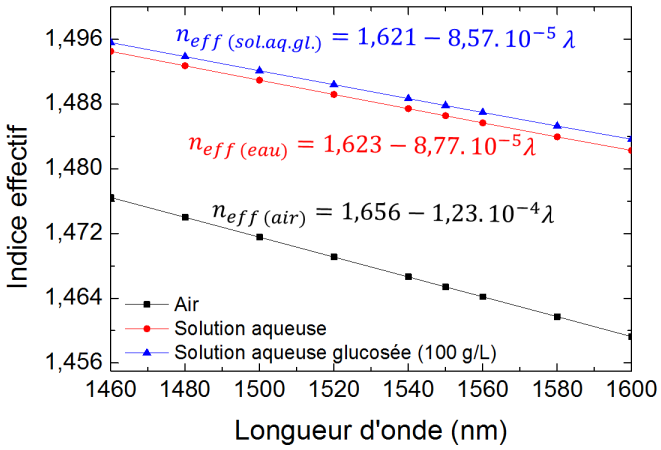


FIGURE 3.8 – Indices effectifs de guides d'onde : Superstrat/SU8/PMATRIFE/Si de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour des superstrats : air, eau désionisée et eau glucosée (100 g/L de glucose).

La dispersion des indices effectifs $n_{eff}(\lambda)$, conforme à la figure 3.8, peut être ajustée avec une fonction linéaire dans le domaine des longueurs d'onde étudiées. En tenant compte de cette dispersion, les indices de groupe n_g des guides d'onde en polymères peuvent être calculés avec une incertitude estimée à 5.10^3, selon la relation 2.80 du chapitre 2, pour les trois superstrats. Ils permettront de calculer les intervalles spectraux libres des micro-résonateurs. Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2 – Indices effectifs et de groupe pour un guide d'onde : Superstrat/SU8/PMATRIFE/Si de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour des superstrats : air, eau désionisée et eau glucosée (100 g/L de glucose) (@ 1550 nm).

Superstrat	$n_{eff}(\lambda)$	n_g
Air	1,656 - $1{,}23.10^{-4}\lambda$	1,656
Eau	1,623 - $8{,}77.10^{-5}\lambda$	1,623
Eau + 100 g/L de glucose	1,621 - $8{,}57.10^{-5}\lambda$	1,621

3.1.3 Réalisation technologique

Comme nous venons de le montrer, les guides d'onde monomodes que nous voulons réaliser sont des guides d'onde ridges de hauteur h de 1,5 μm et de largeur w de 1,5 μm. En raison de la forte expérience que notre équipe a pu acquérir dans ce domaine au cours de travaux ultérieurs, mais aussi en tenant compte des équipements disponibles au sein de la plateforme technologique CCLO, notre choix s'est porté sur la technique de photolithographie UV (i-line 365 nm) pour la réalisation des guides d'onde de la présente

thèse. Dans ce qui suit, nous présenterons les principales étapes du procédé technologique de réalisation d'un guide d'onde ridge en polymères.

Les guides d'onde sont réalisés dans un milieu propre, appelé salle blanche. L'humidité, la température et la concentration de particules dans l'air de cette salle sont contrôlées. Les matériaux sont déposés et traités au sein de salles blanches de classe 100 et 10000 appartenant à la plateforme technologique CCLO. La classe N d'une salle blanche signifie qu'il y a moins de N particules de taille supérieure à 0,5 μm par pied cube dans la salle blanche (1 pied^3 = 0,03 m^3).

La réalisation technologique peut se décomposer en 3 étapes principales : le dépôt des matériaux constituant le cœur et la couche de confinement inférieur du guide d'onde, la photolithographie UV et la gravure sèche.

3.1.3.1 Dépôt des matériaux par spin-coating

Les matériaux sont déposés par un procédé d'enduction par centrifugation, plus connu sous le nom anglais *spin-coating*, sur un substrat de silicium de 3 pouces (1 pouce = 25 mm) qui est préalablement nettoyé avec de l'acétone et de l'isopropanol. Une petite quantité du matériau est étalée sur le substrat de silicium à l'aide de la force centrifuge par le biais d'une tournette. Celle-ci est programmable et les paramètres à ajuster pour obtenir les épaisseurs de couche souhaitées sont : la vitesse de rotation, l'accélération et le temps de rotation.

La première étape du procédé de *spin-coating* consiste à déposer le matériau en solution sur le substrat, puis à appliquer une rotation au substrat avec une accélération donnée pour former une fine couche uniforme sur la surface. La vitesse devient constante et c'est dans cette dernière étape que la majorité de l'évaporation du solvant s'effectue pour obtenir une couche solide. Les principales étapes de ce procédé sont résumées sur la figure 3.9.

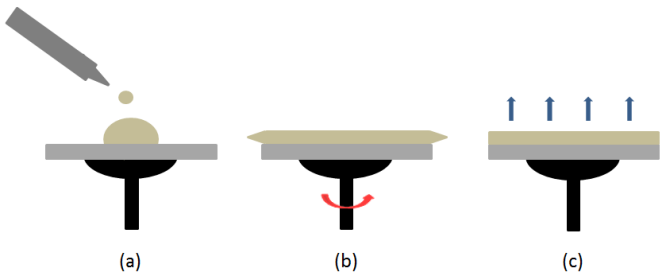


FIGURE 3.9 – Représentation du procédé de *spin-coating* : (a) dépôt du matériau sur le substrat (b) étalement et (c) évaporation du solvant par rotation de la tournette.

Dépôt du PMATRIFE Pour la réalisation de nos micro-résonateurs, la première étape est le dépôt du PMATRIFE, qui formera ultérieurement la couche de confinement inférieur des guides d'onde. Le polymère PMATRIFE, sous forme de poudre, est solubilisé dans le THF (Tétra Hydro-Furane) de manière à obtenir une concentration de 500 g/L. La solution est ensuite filtrée à 0,2 μm avec un filtre en PTFE (Polytétrafluoroéthylène). Les conditions de dépôt sont paramétrées de façon à obtenir une épaisseur de 7 μm. Le

tableau 3.3 représente les différents paramètres utilisés pour le dépôt à la tournette ATM SSe Opticoat SB20 du PMATRIFE.

Tableau 3.3 – Paramètres de dépôt à la tournette pour le PMATRIFE.

Paramètres	Valeurs
Vitesse ($tr.min^{-1}$)	4000
Accélération ($tr.min^{-1}.s^{-1}$)	1000
Temps (s)	10

Une fois le PMATRIFE déposé, une étape de recuit est nécessaire pour éliminer totalement le solvant et diminuer les contraintes. L'étape de recuit pour le PMATRIFE est réalisée en deux étapes de recuits successives : le premier recuit consiste en une rampe de température allant de 50°C à 120°C pendant 10 minutes sur plaque chauffante puis, d'un second recuit à l'étuve pendant 5 h à 150°C. Finalement, la surface de la couche de PMATRIFE est exposée à un traitement plasma d'oxygène (O_2) pendant 10 secondes afin de promouvoir, par la suite, l'adhérence de la SU8.

Cette première étape de dépôt de PMATRIFE est représentée sur la figure 3.10.

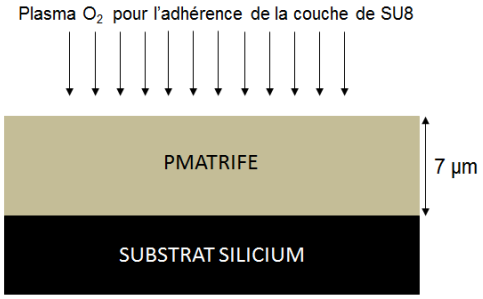


FIGURE 3.10 – Schéma de la structure après l'étape de dépôt du PMATRIFE sur un substrat de silicium et du traitement plasma d'oxygène.

Dépôt de la SU8 Par la suite, la couche de SU8 est déposée, en deux rampes successives, par *spin-coating* sur le PMATRIFE. Les conditions de dépôt sont paramétrées de façon à obtenir une épaisseur de 1,5 μm. Le tableau 3.4 représente les différents paramètres utilisés pour le dépôt à la tournette de la SU8.

Tableau 3.4 – Paramètres de dépôt à la tournette pour la SU8.

Paramètres	Rampe 1	Rampe 2
Vitesse ($tr.min^{-1}$)	500	3000
Accélération ($tr.min^{-1}.s^{-1}$)	100	300
Temps (s)	20	

La couche de SU8 est ensuite traitée thermiquement sur plaque chauffante pendant 1 minute à 65°C puis la température est élevée graduellement jusqu'à 95°C, sur une période totale de 5 minutes. La couche reste ensuite à 95°C pendant une minute.

Pour effectuer ensuite l'insolation qui entraine la polymérisation de la SU8, nous utilisons un aligneur MJB4 de la marque Suss Microtec. La lampe utilisée est une lampe à vapeur de mercure Xénon possédant notamment une raie d'émission à 365 nm.

La SU8 est soumise à une insolation aux rayons UV pendant 10 secondes avec une puissance de 14 mW/cm^2. Pour terminer la polymérisation amorcée par l'insolation, le recuit effectué lors de la première étape est reproduit et permet d'obtenir une couche mince consolidée. Cette étape de dépôt de SU8 est représentée sur la figure 3.11.

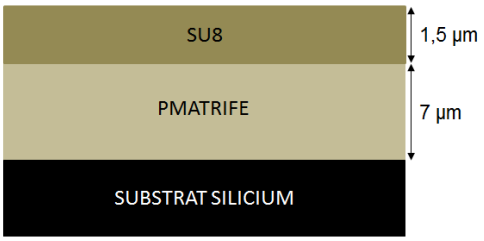


FIGURE 3.11 – Schéma de la structure après l'étape du dépôt de SU8.

Dépôt de la silice Au-dessus de la couche de SU8, une fine couche de silice (SiO_2) de 25 nm est déposée par pulvérisation cathodique avec la machine de dépôt Plassys MP550S. La fine couche de silice permet de protéger la couche de SU8 du solvant de la résine photosensible à utiliser par la suite, et assure le rôle d'une deuxième couche de masquage avec la résine pendant l'étape de gravure du polymère [208]. Les paramètres de la pulvérisation cathodique sont les débits des gaz utilisés, ici, oxygène et argon, la puissance RF (Radio-Fréquence) appliquée pour amorcer le plasma, la pression de l'enceinte et le temps de dépôt. Ces paramètres sont répertoriés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.5 – Paramètres de dépôt par pulvérisation cathodique de la silice.

Paramètres	Valeurs
Débit O_2 ($cm^3.min^{-1}$)	4
Débit Ar ($cm^3.min^{-1}$)	40
Puissance RF (W)	500
Pression (mTorr)	12
Temps (s)	150

La structure après cette étape est représentée sur la figure 3.12.

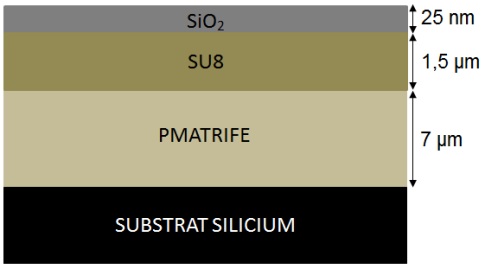


FIGURE 3.12 – Schéma de la structure après l'étape de dépôt de la silice (SiO_2).

3.1.3.2 Photolithographie

La photolithographie permet le transfert de motifs sur une résine photosensible à partir d'un masque en quartz dont les motifs sont en chrome. La photolithographie est composée de trois étapes principales que sont le dépôt de la résine photosensible, l'insolation de celle-ci à travers un masque et son développement.

Dépôt de la résine La résine photosensible utilisée lors de ces travaux est une résine positive, nommée SPR-700, fournie par Dow Chemical Materials. La solution déposée sur les couches se compose de 3 mL de SPR-700 diluée dans 10 mL d'acétone. La solution est ensuite filtrée à 0,2 μm avec un filtre en PTFE. Pour obtenir une bonne adhérence entre la résine et la couche de silice, un promoteur d'adhérence l'hexaméthyldisilazane (HDMS) est d'abord déposé. Les conditions de *spin-coating* sont paramétrées de façon à obtenir une épaisseur de 400 nm de résine. Le tableau 3.6 représente les différents paramètres utilisés pour le dépôt à la tournette de la résine SPR-700.

Tableau 3.6 – Paramètres de dépôt à la tournette de la résine SPR-700.

Paramètres	Valeurs
Vitesse ($tr.min^{-1}$)	5000
Accélération ($tr.min^{-1}.s^{-1}$)	3000
Temps (s)	10

Cette première étape de photolithographie est représentée sur la figure 3.13.

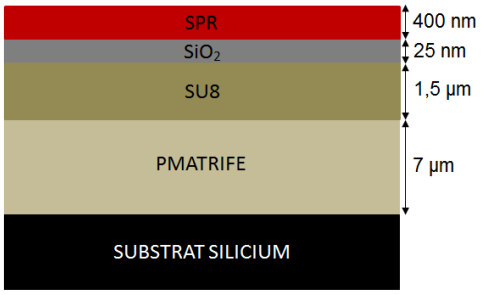


FIGURE 3.13 – Schéma de la structure après l'étape de dépôt de la résine SPR.

Insolation de la résine Le procédé d'insolation commence par un recuit pour évaporer le solvant ; la couche est traitée thermiquement sur plaque chauffante en suivant le même traitement thermique appliqué à la couche de SU8. Les motifs à inscrire sur la résine photosensible sont de tailles micro-métriques. Ces motifs en chrome sont opaques aux rayons UV tandis que les zones en quartz sont transparentes. Le système utilisé est dit par contact sous vide et le masque est plaqué sur la résine. La figure 3.14 représente la structure à l'étape d'insolation à travers le masque en chrome.

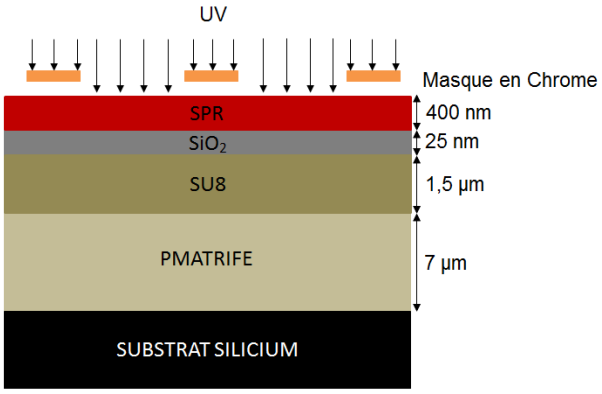


FIGURE 3.14 – Schéma de la structure après l'étape d'insolation aux rayons UV de la résine à travers un masque en chrome.

La résine SPR-700 utilisée est une résine positive ; l'insolation aux rayons UV entraîne une rupture des liaisons chimiques de la zone insolée. Par cette réaction photochimique, l'image du masque est transcrite dans l'épaisseur de la résine, comme représenté sur la figure 3.15.

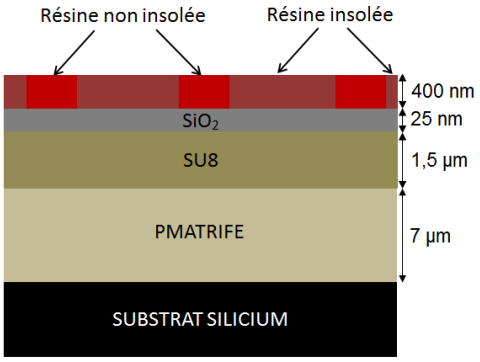


FIGURE 3.15 – Schéma de la structure après insolation aux rayons UV à travers un masque en chrome.

Le temps d'exposition doit être déterminé de manière à apporter suffisamment d'énergie pour modifier la structure chimique de la résine. Le temps d'exposition est donc un paramètre important ; une sur ou une sous-exposition de la résine entraîne une dégradation de la résolution des motifs transcrits. En utilisant l'aligneur MJB4, la résine SPR-700 est exposée aux rayons UV pendant 6 secondes avec une puissance de 14 mW/cm^2.

Un second recuit identique au premier recuit est reproduit afin de consolider les motifs.

Développement de la résine La dernière étape de photolithographie consiste à développer avec le solvant adéquat la résine photosensible insolée. Comme nous l'avons vu, la région insolée a subi une modification chimique qui permet la dissolution et la disparition de la résine insolée dans le développeur. Dans notre cas, l'ensemble de la structure est plongé pendant 30 secondes dans un développeur de résine, appelé MFCD-26. Pour finir l'étape de développement, un rinçage à l'eau désionisée est effectué pendant 45 secondes pour nettoyer toute trace de solvant et de résine résiduelle. La figure 3.16 représente la structure au terme de l'étape de photolithographie.

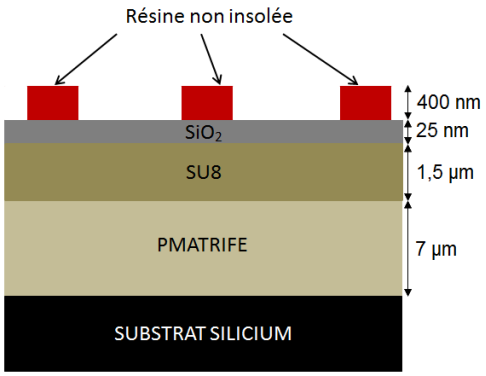


FIGURE 3.16 – Schéma de la structure après le développement de la résine.

3.1.3.3 La gravure sèche RIE

A ce stade de la réalisation, les motifs sont en résine ; ils serviront de couche de masquage pour un transfert du motif vers la couche de cœur. La dernière étape restante pour obtenir les motifs désirés est donc la gravure ionique réactive, appelée RIE (de l'anglais *Reactive Ion Etching*). Cette technique de gravure combine la gravure chimique et la gravure physique éliminant les matériaux en surface du composant. Pour cela, un plasma est généré à basse pression par un champ électromagnétique à haute fréquence (13,56 MHz). Pour se rapprocher le plus possible des motifs souhaités, les paramètres à modifier sont les débits des gaz choisis, la puissance RF du plasma, la pression et le temps de gravure. Une première gravure est réalisée dans le bâti Corial 200i de gravure pour retirer la fine couche de silice présente. Le gaz utilisé est l'hexafluorure de soufre SF_6. Lors de cette étape, la couche de résine non-développée sert de couche de masquage pour une gravure sélective de la silice, sur laquelle sont transférés les motifs. Cette étape est représentée sur la figure 3.17.

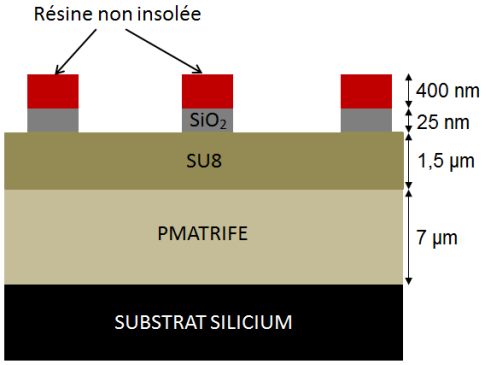


FIGURE 3.17 – Schéma de la structure après la gravure RIE de la silice.

Les conditions de gravure retenues pour la silice sont répertoriées dans le tableau 3.7.

Tableau 3.7 – Paramètres de gravure sèche RIE de la silice.

Paramètres	Valeurs
Puissance (W)	100
Débit O_2 ($cm^3.min^{-1}$)	5
Débit SF_6 ($cm^3.min^{-1}$)	25
Pression (mTorr)	20
Temps (s)	23

Le polymère est par la suite gravé sous plasma d'oxygène. Lors de cette étape, la couche de résine non-développée et la fine couche de silice servent de couche de masquage pour une gravure sélective de la SU8 sur laquelle sont transférés les motifs.

Les conditions de gravure retenues pour la SU8 sont répertoriées dans le tableau 3.8.

Tableau 3.8 – Paramètres de gravure de la SU8.

Paramètres	Valeurs
Puissance (W)	125
Débit O_2 ($cm^3.min^{-1}$)	25
Pression (mTorr)	10
Temps (s)	600

Au terme de cette étape, les guides ridges sont obtenus. La fine couche de silice est gravée physiquement en même temps que la résine. L'ultime étape est représentée sur la figure 3.18.

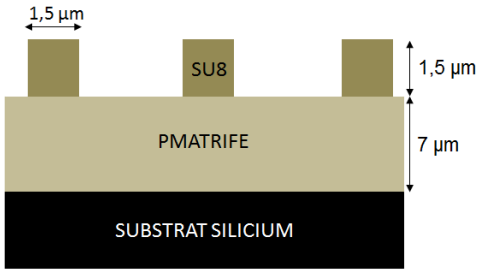


FIGURE 3.18 – Schéma de la structure finale.

Au terme du procédé de fabrication, le microscope électronique à balayage (MEB) est utilisé pour observer la structure des guides d'onde réalisés et ainsi vérifier les dimensions obtenues et leur qualité. L'image d'une vue en coupe d'un guide d'onde prise au MEB est représentée sur la figure 3.19.

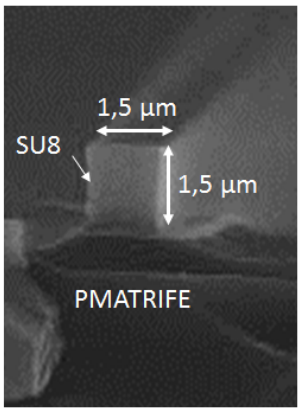


FIGURE 3.19 – Image MEB de la vue en coupe d'un guide d'onde ridge Air/SU8/PMATRIFE/Si.

L'image montre un guide bien rectangulaire avec les dimensions voulues de 1,5 μm × 1,5 μm. De plus, à l'échelle d'observation, la qualité des flancs a été jugée satisfaisante. Cependant, nous pouvons remarquer une surface de clivage très rugueuse notamment de la couche de confinement inférieur du PMATRIFE.

Lorsque le guide d'onde est réalisé, la caractérisation optique de celui-ci permet de vérifier les propriétés de guidage de la lumière.

3.2 Caractérisation optique des guides d'onde

La bonne qualité apparente des guides d'onde ne permet pas de valider totalement le procédé de fabrication ; il est nécessaire de caractériser leurs propriétés de propagation. Cette étape de caractérisation optique permet d'évaluer le guidage de la lumière dans les guides d'onde réalisés, en terme de propagation monomodale, taille de mode et pertes optiques. Dans un premier temps, nous vérifions que le guide d'onde est capable de propager la lumière. Dans ce cas, dans un premier temps, la taille du diamètre du mode propagé est mesuré par la méthode du champ proche. Dans un second temps, les pertes optiques des guides d'onde réalisés sont mesurées.

3.2.1 Caractérisation du mode optique avec la méthode en champ proche

Les guides d'onde sont caractérisés en champ proche sur le banc optique représenté sur la figure 3.20.

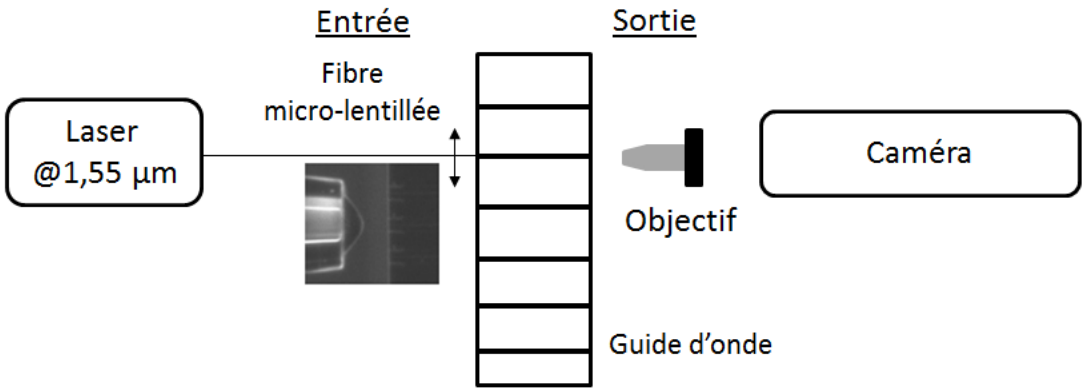


FIGURE 3.20 – Schéma du banc optique de caractérisations optiques des guides d'onde.

Un faisceau laser provenant d'une source émettant à 1550 nm (Agilent 8164A), est injecté dans le guide d'onde par le biais d'une fibre monomode micro-lentillée. Les fibres micro-lentillées sont utilisées pour minimiser les pertes dues au couplage entre la fibre et le guide d'onde, en adaptant les diamètres de mode de la fibre et du guide. Après la première réalisation de fibres micro-lentillées par D. Kato en 1973 [243], ces fibres micro-lentillées sont aujourd'hui très couramment utilisées pour réduire la taille des modes issus des fibres SMF (de l'anglais *Single Mode Fiber*). Le diamètre d'un mode dans une fibre SMF est généralement de dix micromètres. Par le biais de la micro-lentille en bout de fibre, le mode de la fibre mono-mode est fortement rétréci en sortie de fibre et engendre moins

de pertes lors du couplage de la lumière dans un guide d'onde ayant des dimensions plus petites (quelques micromètres voire de tailles submicroniques). L'efficacité de couplage entre deux systèmes guidants est donnée par l'intégrale de recouvrement des champs qui s'y propagent en un plan transverse donné. Lorsque les guides sont monomodes, que leur profil transverse d'intensité est gaussien et circulaire et qu'ils sont parfaitement alignés, l'expression des pertes s'exprime de la manière suivante [244] :

$$P(dB) = -10 \log \left(\frac{4\omega_1^2 \omega_2^2}{(\omega_1^2 + \omega_2^2)^2} \right) \tag{3.3}$$

avec ω_1, ω_2 les rayons des modes respectivement de la fibre et du guide d'onde.

En rapprochant ω_1 et ω_2, les pertes d'injection et d'extraction sont diminuées. Il est alors possible de réduire considérablement les pertes dues au couplage en utilisant les fibres micro-lentillées dont le diamètre du mode en sortie est très proche de celui du guide d'onde dans lequel le couplage est réalisé.

Il est donc nécessaire de connaître les rayons de mode de nos guides avant de réaliser les microlentilles adaptées à ceux-ci. De plus, les tolérances de positionnement latérales et axiales sont d'autant plus critiques que les rayons de mode des éléments à coupler sont petits [245]. D'après la géométrie de nos guides et comme le montreront nos mesures, les rayons de mode de nos guides sont très petits, de l'ordre du μm ; ils nécessiteront donc l'utilisation de bancs d'alignement très précis. Nous utiliserons des moteurs piezoélectriques pour ces réglages fins.

Au laboratoire Foton, en 2003, M. Thual *et al.* [246] ont proposé des fibres microlentillées avec des rayons de modes en sortie qui peuvent descendre jusqu'à 0,7 μm en sortie de fibres monomodes dont le rayon de mode avant lentillage est de 5,25 μm.

Ces microlentilles vont nous permettre d'améliorer l'injection dans nos guides, mais aussi d'augmenter la distance entre les fibres et les guides par rapport à des fibres monomodes standards. En effet la distance de travail de ces microlentilles peut aller jusqu'à une centaine de μm alors que le contact est nécessaire pour des fibres monomodes [247].

Le faisceau lumineux propagé à la sortie du guide d'onde est focalisé sur une caméra infra rouge à l'aide d'un objectif de microscope de grossissement x40 et une ouverture numérique de 0,65. La caméra est reliée à un logiciel de traitement d'image qui permet de visualiser le mode à la sortie du guide d'onde et de représenter graphiquement les profils du mode propagé. Cette méthode permet aussi de déterminer le diamètre du mode propagé à partir du nombre de pixel mesuré à $1/e^2$. Afin de réaliser cette mesure, il est nécessaire d'effectuer en amont une étape d'étalonnage avec une fibre optique. La résolution de la caméra étant égale à $\pm$ 1 pixel, cela équivaut à une incertitude de $\pm$ 0,45 μm sur la mesure. Nous caractérisons des guides d'onde en polymères Air/SU8/PMATRIFE/Si de 1,5 μm de large et 1,5 μm de hauteur. L'objectif est de mesurer le diamètre de mode du faisceau en sortie de guide.

Sur la figure 3.21, nous présentons, à gauche, la photographie du mode propagé à la sortie du guide d'onde et à droite, le profil vertical et horizontal du mode se propageant dans le guide.

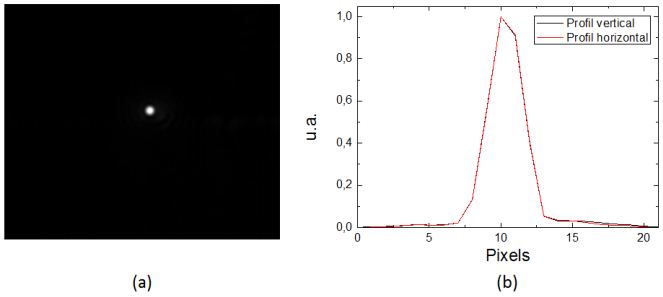


FIGURE 3.21 – Photographie du champ proche (a) ; Profils vertical et horizontal du mode à la sortie du guide (b).

Le spot lumineux observé par le biais de la caméra au centre de la figure 3.21a résulte de la propagation de la lumière dans le guide d'onde. Les diamètres de mode à $1/e^2$ sont calculés à partir de ces mesures à 2,06 μm $\pm$ 0,45 μm pour le profil vertical et pour le profil horizontal.

Nous avons donc réalisé des microlentilles de l'ordre de 2 μm de diamètre de mode en sortie de fibres monomodes pour augmenter l'efficacité de couplage en entrée et sortie des guides. Les distances de travail sont de l'ordre de 25 μm au lieu du contact nécessaire pour des fibres monomodes standard clivées [247].

Après avoir vérifié la propagation de la lumière dans les guides d'onde ridges en polymères et déterminé le diamètre du mode, les pertes optiques de propagation dans le guide d'onde sont mesurées ; la méthode et les résultats sont présentés ci-après.

3.2.2 Estimation des pertes optiques

La mesure des pertes optiques est couramment réalisée par la méthode de *cut-back*. Pour une même puissance injectée à l'entrée du guide d'onde, différentes mesures en sortie du guide d'onde sont réalisées pour différentes longueurs du guide d'onde obtenues en effectuant des clivages successifs de l'échantillon. La figure 3.22 illustre le principe de la méthode de *cut-back*.

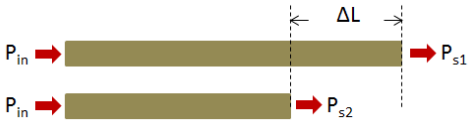


FIGURE 3.22 – Méthode de *cut-back*.

Les pertes optiques sont ensuite calculées selon la formule 3.4 :

$$\alpha_{pertes}(dB/cm) = -\frac{10}{\Delta L}\log\left(\frac{P_{s1}}{P_{s2}}\right) = \frac{P_{s2_m} - P_{s1_m}}{\Delta L} \tag{3.4}$$

Pour obtenir la valeur des pertes optiques des guides d'onde en polymères, le banc optique précédent permettant la mesure en champ proche est utilisé. A la sortie du guide d'onde, une seconde fibre monomode micro-lentillée, de diamètre de mode également égal à 2 μm, permet d'amener la lumière à un puissance-mètre, selon la figure 3.23.

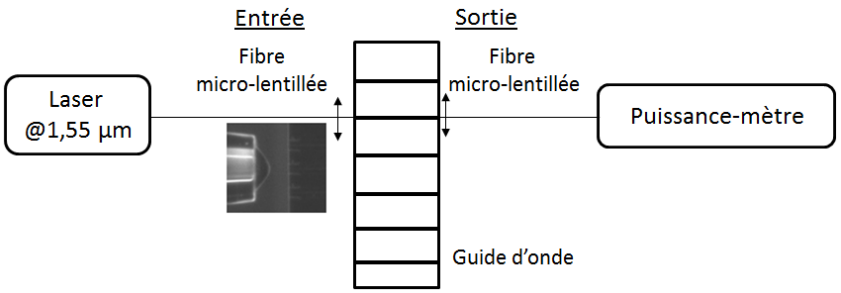


FIGURE 3.23 – Schéma du banc optique de caractérisations optiques des guides d'onde.

Les clivages des échantillons sont réalisés manuellement à l'aide d'une pointe diamant, ainsi, elles sont difficilement droites et reproductibles, de plus le risque de casser l'échantillon n'est pas négligeable. Ainsi pour s'affranchir des clives successives, nous avons réalisé sur un masque photolithographique des guides en "S", représentés sur la figure 3.24, ce qui permet d'obtenir des guides d'onde de différentes longueurs en une seule clive.

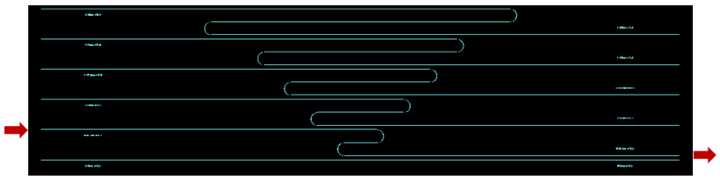


FIGURE 3.24 – Représentation des guides d'onde en "S" de différentes longueurs.

Le rayon des courbures est fixé à 150 μm pour s'affranchir des pertes de courbure.

En entrée du guide d'onde, une puissance lumineuse de 5 mW @ 1550 nm est couplée dans le guide. Les puissances P_s mesurées en sortie des guides sont représentées en fonction de la différence de longueur ΔL des guides d'onde sur la figure 3.25.

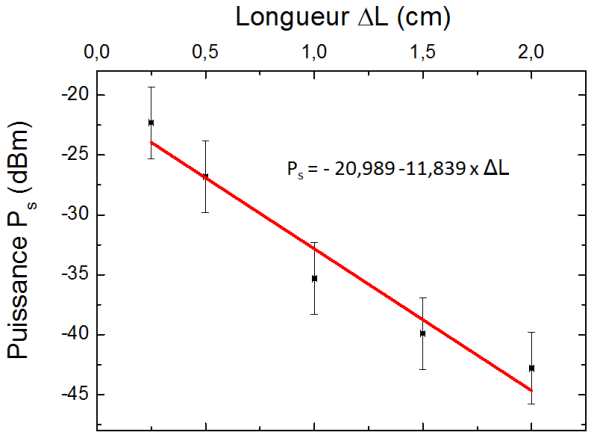


FIGURE 3.25 – Évolution de la puissance de sortie P_s mesurée en fonction de la différence de longueur ΔL des guides d'onde en polymères de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm @ 1550 nm.

En prenant une incertitude sur la longueur des guides d'onde en raison de la clive réalisée et une incertitude sur la mesure de la puissance en sortie, les pertes optiques obtenues sur les guides d'onde sont autour de 12 ± 4 dB/cm.

Ces pertes optiques, comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, peuvent être dues aux pertes d'absorption, de diffusion de volume ou surfacique, ou bien aux fuites dans le substrat. Les pertes de diffusion sont directement liées à la qualité de surface des flancs des guides d'onde ridges obtenus après le procédé de fabrication.

A ces pertes optiques s'ajoutent les pertes de couplage qui sont dues aux pertes de réflexion de Fresnel à l'interface air/entrée du guide, aux pertes dues aux défauts à la surface de l'entrée du guide, qui quant à elles sont directement liées à la qualité du clivage et les pertes dues aux non-adaptations des modes entre la fibre et le guide d'onde. Ces dernières pertes sont minimisées par l'utilisation de fibres micro-lentillées.

La méthode de mesure des pertes optiques sur des guides en "S" s'affranchissent des pertes de couplage. En revanche, cette méthode suppose que les pertes de couplage restent identiques lorsque l'alignement entre le guide d'onde et la fibre est reproduit après chaque clivage pour raccourcir le composant pour la méthode classique de *cut-back* ou pour passer d'un guide à un autre pour la méthode sur des guides en "S". Ce point est source d'incertitude sur les mesures réalisées.

Le tableau 3.9 répertorie quelques exemples de valeurs de pertes optiques obtenues sur des guides d'onde avec un cœur réalisé avec le polymère SU8.

Tableau 3.9 – Exemples de pertes optiques obtenues sur des guides d'onde avec un cœur en polymère SU8.

Structure du guide Superstrat/Coeur/Confinement inférieur	Technique de gravure	Dimensions (h × w)(μm)	Longueur d'onde (nm)	Pertes optiques (dB/cm)	Référence
Air/SU8/SiO_2	Gravure humide	0,9 × 5	980	2	[248]
OG125/SU8/OG125	Moulage	1,5 × 1,9	1550	5	[249]
SU8 mr-L /SU8/SU8 mr-L	Gravure humide	4,5 × 5	1550	2	[250]
NOA61/SU8/SiO_2	Gravure humide	2 × 4	1550	1,25	[251]
Air/SU8/SiO_2	Écriture laser	1,35 × 5,3	1550	5,1	[252]

Nous remarquons que les valeurs des pertes obtenues dans la littérature sont inférieures à celles obtenues sur nos guides d'onde.

Parmi les exemples donnés, la technique de fabrication utilisée diffère. En effet, nous pouvons remarquer que la technique de gravure humide exploitant le caractère photosensible de la résine SU8 négative permet d'obtenir les pertes optiques les plus faibles autour de 2 dB/cm.

La largeur des guides est aussi plus importante que celle étudiée dans nos travaux, les pertes optiques sont donc moindres ; lors de sa thèse A. Maalouf a étudié les pertes optiques sur des guides d'onde en polymères réalisés avec une gravure sèche RIE, il obtient des pertes optiques de 1,4 dB/cm sur des guides avec du PMMI en cœur de 3 μm de large, cette valeur atteint 8 dB/cm pour une largeur de 1,4 μm [208]. Ceci s'explique par le fait que l'amplitude du champ est moins sensible aux rugosités lorsque le cœur est large [253].

Il est difficile de comparer les pertes optiques obtenues avec d'autres études sachant

que les dimensions du guide, la technique de réalisation et la longueur d'onde utilisées sont différentes. Pour diminuer ces pertes optiques, une optimisation de la technique de gravure doit être réalisée, notamment pour diminuer les rugosités de surface. Par exemple, Chao *et al* ont montré qu'en soumettant des guides d'onde en polystyrène à un recuit, les pertes optiques passaient de 12 dB/cm à 3 dB/cm (cependant le caractère rectangulaire du guide d'onde est perdu) [254].

3.3 Simulations de la réponse spectrale d'un micro-résonateur

Les guides d'onde que nous avons étudiés précédemment constitueront le micro-résonateur composé d'un guide d'onde rectiligne et d'un guide d'onde en forme d'anneau. Avant de réaliser le microrésonateur, nous allons calculer ses caractéristiques, à savoir, l'intervalle spectral libre ISL, le contraste C, le facteur de qualité Q et la finesse F à partir des relations données dans le chapitre 2. De la même façon, les caractéristiques du capteur à base de micro-résonateur, à savoir, la sensibilité S, la gamme de détection et la limite de détection LD, sont déterminées. Les calculs sont réalisés à la fois pour un superstrat d'air, d'eau désionisée et d'eau glucosée. Pour l'étude de l'application capteur, le superstrat est de l'eau glucosée avec différentes concentrations de glucose. Les calculs ont été réalisés à la fois pour le mode TE et le mode TM à la longueur d'onde de 1550 nm. Cependant, puisque le capteur est plus sensible lorsque le mode TE se propage, comme nous le verrons dans la suite, seuls les résultats obtenus pour le mode TE sont présentés.

3.3.1 Caractéristiques de la transmission spectrale

Les dimensions géométriques du micro-résonateur en polymères ont été déterminées par le masque photolithographique décrit sur la figure 3.26.

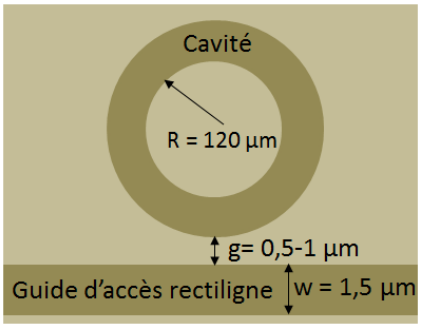


FIGURE 3.26 – Représentation du micro-résonateur inscrit sur le masque.

Les matériaux polymères ont été choisis et leurs indices de réfraction étudiés. Les pertes optiques utilisées pour les simulations sont prises autour de la valeur mesurée de 12 dB/cm en prenant en compte les incertitudes pour un superstrat d'air, ainsi les simulations sont réalisées pour trois valeurs de pertes 5, 10 et 15 dB/cm. Nous supposons que les pertes optiques avec un superstrat d'eau ne sont pas plus élevées que celle obtenues avec un superstrat d'air. Les pertes optiques de 5 dB/cm correspondent à la valeur plus généralement obtenue dans la littérature.

Pour rappel, la figure 3.27 représente, pour exemple, la transmission spectrale, d'un micro-résonateur en polymère avec un rayon de 120 μm et un superstrat d'eau pour des pertes optiques de 10 dB/cm et un taux de couplage κ^2 de 15,7 % entre le guide droit et l'anneau avec les principales caractéristiques.

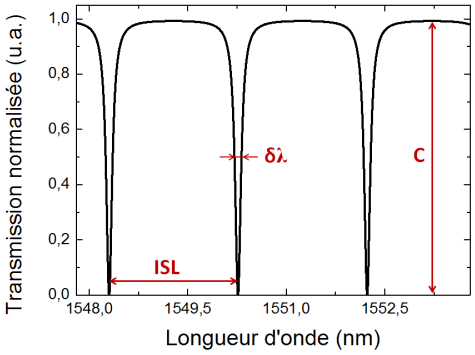


FIGURE 3.27 – Transmission spectrale d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si avec un rayon de 120 μm pour des pertes optiques de 10 dB/cm et un taux de couplage κ^2 de 15,7 %.

A partir de la relation 2.76 décrivant la transmission spectrale donnée au chapitre 2 et des paramètres du guide d'onde et du résonateur, les différentes caractéristiques peuvent alors être calculées.

3.3.1.1 L'intervalle spectral libre ISL

L'intervalle spectral libre ISL, donné par l'équation 2.79, est calculé en prenant le périmètre L du micro-résonateur égal à 2πR avec R = 120 μm, les valeurs des indices de groupe $n_{g_{air}}$, $n_{g_{eau}}$ et $n_{g_{eau+100g/L}}$, sont calculées précédemment dans la partie 3.1.2 et pour une longueur d'onde égale à 1550 nm.

Pour un superstrat d'air, l'intervalle spectral libre ISL_{air} vaut :

$$ISL_{air} = \frac{\lambda^2}{L\ n_{g_{air}}} = \frac{(1550)^2}{2\pi \times 120.10^3 \times 1,656} = 1,924\ nm \tag{3.5}$$

Pour un superstrat d'eau, l'intervalle spectral libre ISL_{eau} vaut :

$$ISL_{eau} = \frac{\lambda^2}{L\ n_{g_{eau}}} = \frac{(1550)^2}{2\pi \times 120.10^3 \times 1,623} = 1,963\ nm \tag{3.6}$$

Pour un superstrat d'eau glucosée avec une concentration de 100 g/L, l'intervalle spectral libre $ISL_{eau+100g/L}$ vaut :

$$ISL_{eau+100g/L} = \frac{\lambda^2}{L\ n_{g_{eau+100g/L}}} = \frac{(1550)^2}{2\pi \times 120.10^3 \times 1,621} = 1,966\ nm \tag{3.7}$$

3.3.1.2 Le contraste C

Le contraste C est la différence entre le maximum et le minimum de la transmission spectrale. D'après la relation 2.89, le contraste C dépend du taux de couplage κ^2 et des pertes optiques α_{pertes}. Il est alors calculé, et représenté sur la figure 3.28, en fonction du taux de couplage κ^2 et pour différentes valeurs de pertes optiques α_{pertes} de 5, 10 et 15 dB/cm choisies à 1550 nm. Le contraste C étant indépendant du superstrat (air, eau désionisée ou eau glucosée) du guide d'onde, la figure 3.28 est valable pour les trois superstrats.

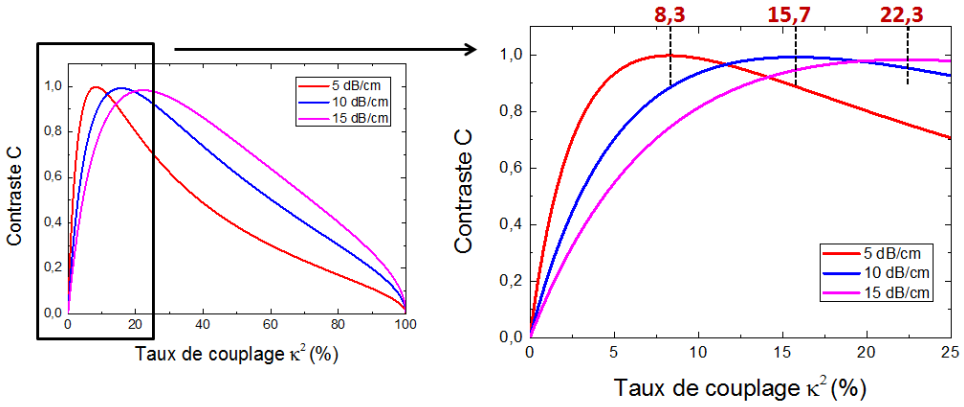


FIGURE 3.28 – Contraste C de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques 5, 10 et 15 dB/cm déterminées à 1550 nm.

Nous avons vu dans le chapitre 2 qu'il était judicieux de se placer proche du couplage critique, qui correspond à un contraste maximum, afin d'avoir un bon compromis entre la valeur du contraste C et celles du facteur de qualité Q et de la finesse F. Sur la figure 3.28, nous pouvons voir que le couplage critique varie entre 8,3 et 22,3 % dans la gamme de pertes optiques de 5 à 15 dB/cm respectivement. Pour déterminer s'il est possible d'obtenir le couplage critique avec les micro-résonateurs disponibles, le taux de couplage entre le guide rectiligne et la cavité résonante doit être calculé.

3.3.1.3 Taux de couplage

Le taux de couplage κ^2 est déterminé par la méthode de Marcatili [215], détaillée dans la partie 2.5.2 ; la variation du taux de couplage κ^2 en fonction du gap pour un superstrat d'air, d'eau et d'eau glucosée (100 g/L de glucose) sur une plage de valeurs de gap de 0,5 à 1 μm est représentée sur la figure 3.29. Les pertes optiques ne sont pas prises en compte dans le calcul du taux de couplage ; celui-ci est donc indépendant des valeurs choisies pour les pertes optiques.

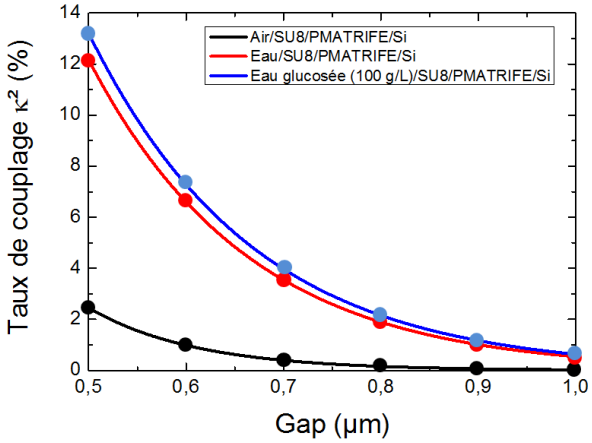


FIGURE 3.29 – Taux de couplage calculé en fonction du gap entre la cavité et le guide d'accès rectiligne de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm pour trois superstrats : l'air, l'eau désionisée et l'eau glucosée (100 g/L de glucose) @ 1550 nm.

Le masque comprend 6 gaps différents, de 0,5 à 1 μm par pas de 0,1 μm. Le tableau 3.10 répertorie les différents taux de couplage possibles pour chaque gap à la fois pour un superstrat d'air, d'eau désionisée et d'eau glucosée.

Tableau 3.10 – Taux de couplage pour des guides d'onde de dimensions 1,5 μm × 1,5 μm.

Gap (μm)		0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
Taux de couplage κ^2 (%)	Air	2,45	0,99	0,40	0,16	0,06	0,03
	Eau désionisée	12,17	6,60	3,55	1,90	1,01	0,55
	Eau glucosée (100 g/L)	13,21	7,28	3,97	2,16	1,17	0,64

En reportant les valeurs du taux de couplage précédemment calculées sur la figure 3.28, il est possible de déterminer les pertes optiques et les gaps permettant d'approcher le couplage critique. Dans le cas du superstrat d'air, le taux de couplage maximal κ^2_{max} est 2,45 % pour un gap de 0,5 μm ; pour pouvoir atteindre le couplage critique et avoir un contraste maximal, il faut un micro-résonateur possédant des pertes optiques inférieures à 5 dB/cm car pour des pertes supérieures, le contraste maximal est obtenu pour des valeurs de couplage plus élevées, non accessibles avec un gap de 0,5 μm. En effet, pour les pertes optiques plus élevées, le micro-résonateur est en régime de sous-couplage.

Dans le cas du superstrat d'eau et d'eau glucosée, le couplage maximal κ^2_{max} est respectivement de 12,17 % et de 13,21 % pour un gap de 0,5 μm ; pour pouvoir atteindre le couplage critique et avoir un contraste maximal, il faut un micro-résonateur avec des pertes optiques inférieures à 10 dB/cm car, de la même façon que pour un superstrat d'air, pour les pertes optiques plus élevées, le micro-résonateur est en régime de sous-couplage.

Si les pertes optiques sont inférieures à 10 dB/cm, le micro-résonateur peut, selon le gap étudié, être dans les trois régimes : sous-couplage, couplage critique et sur-couplage.

La figure 3.30 représente le contraste en fonction du taux de couplage pour des pertes optiques choisies de 5 dB/cm pour un superstrat d'eau.

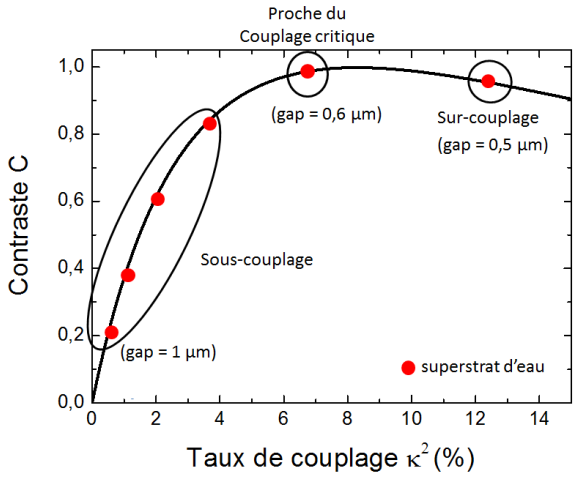


FIGURE 3.30 – Contraste en fonction du taux de couplage calculé pour des pertes optiques de 5 dB/cm. Les régimes de couplage obtenus pour des gaps variants de 0,5 à 1 μm pour un superstrat d'eau sont indiqués.

Pour un gap de 0,5 μm, le micro-résonateur est en régime de sur-couplage. Le gap de 0,6 μm permet de s'approcher du couplage critique ; ce gap permet donc d'obtenir, ce que nous nommerons dans la suite, les caractéristiques optimales du capteur. Pour les gaps plus élevés, jusqu'à 1 μm, le micro-résonateur est en régime de sous-couplage. Finalement, plus les pertes optiques sont faibles, plus la valeur du taux de couplage critique κ_c^2 est faible et donc plus le gap est élevé pour s'approcher du couplage critique ce qui permet de relâcher les contraintes en terme de résolution pour le procédé de fabrication photolithographique.

3.3.1.4 Le facteur de qualité Q

Nous avons ensuite calculé le facteur de qualité Q pour les différentes valeurs de pertes optiques afin de déterminer la gamme de valeurs possibles pour le micro-résonateur. Les valeurs du facteur de qualité sont légèrement différentes selon le superstrat étudié mais ces valeurs calculées restant très similaires, seul le facteur de qualité obtenu pour un superstrat d'air est représenté sur la figure 3.31 en fonction du taux de couplage κ^2 et en fonction de différentes valeurs de pertes optiques α_{pertes} de 5, 10 et 15 dB/cm.

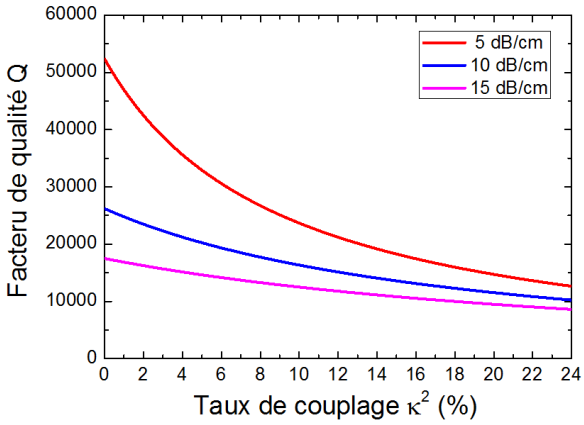


FIGURE 3.31 – Facteur de qualité Q de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques de 5, 10 et 15 dB/cm déterminées à 1550 nm pour un superstrat d'air.

Nous pouvons constater que le facteur de qualité Q diminue drastiquement avec, à la fois, l'augmentation du taux de couplage ainsi que celle des pertes optiques. Les facteurs de qualité Q possibles sont calculés pour les taux de couplage minimal et maximal définis pour chaque superstrat dans le tableau 3.10, κ^2_{max} et κ^2_{min} correspondant respectivement aux gaps de 0,5 et 1 μm. L'objectif étant d'obtenir un contraste maximal, un troisième facteur de qualité est calculé pour le taux de couplage optimal appelé κ^2_{opt} dont la valeur est la plus proche du taux de couplage critique κ^2_c. Dans le tableau 3.11 sont présentés, pour des pertes optiques de 5 et 15 dB/cm, les valeurs du facteur de qualité $Q(\kappa^2_{max})$ pour le taux de couplage maximal, $Q(\kappa^2_{min})$ pour le taux de couplage minimal et $Q(\kappa^2_{opt})$ pour le taux de couplage optimal.

Tableau 3.11 – Facteur de qualité Q pour trois différents superstrats et deux pertes linéiques différentes.

Superstrat		Air		Eau désionisée		Eau glucosée (100 g/L)	
Pertes linéiques		5 dB/cm	15 dB/cm	5 dB/cm	15 dB/cm	5 dB/cm	15 dB/cm
Facteur de qualité	$Q(\kappa^2_{min})$	$5{,}2.10^4$	$1{,}8.10^4$	$4{,}9.10^4$	$1{,}7.10^4$	$4{,}9.10^4$	$1{,}7.10^4$
	$Q(\kappa^2_{max})$	$4{,}1.10^4$	$1{,}6.10^4$	$2{,}1.10^4$	$1{,}2.10^4$	2.10^4	$1{,}1.10^4$
	$Q(\kappa^2_{opt})$	$4{,}1.10^4$	$1{,}6.10^4$	$2{,}9.10^4$	$1{,}2.10^4$	$2{,}8.10^4$	$1{,}1.10^4$

Selon le gap étudié et les pertes optiques des guides d'onde, le facteur de qualité est compris dans une gamme de $1{,}6.10^4$ à $5{,}2.10^4$ pour le superstrat d'air. Le facteur de qualité $Q(\kappa^2_{opt})$ est égal à $Q(\kappa^2_{max})$ pour les deux valeurs de pertes optiques. En effet, pour des pertes optiques supérieures ou égales à 5 dB/cm, nous avons vu que le micro-résonateur est en sous-couplage. Il faut donc, pour s'approcher au mieux du couplage critique, un gap de 0,5 μm avec le taux de couplage maximal κ^2_{max}.

Pour un superstrat d'eau, le facteur de qualité est compris entre $1{,}2.10^4$ et $4{,}9.10^4$. Pour des pertes de 15 dB/cm, le micro-résonateur est en sous-couplage, c'est pourquoi $Q(\kappa^2_{opt})$ est égal à $Q(\kappa^2_{max})$. En revanche pour des pertes optiques de 5 dB/cm, comme représenté

sur la figure 3.30, le gap optimal permettant de s'approcher du couplage critique est le gap de 0,6 μm. Ainsi, le facteur de qualité obtenu est plus élevé, passant de 2,1.10^4 à 2,9.10^4. Le comportement est équivalent pour un superstrat d'eau glucosée pour lequel le facteur de qualité est compris entre 1,1.10^4 et 4,9.10^4.

3.3.1.5 La finesse F

La finesse dépend, comme le facteur de qualité, de la largeur à mi-hauteur de la raie de résonance. Par conséquent de la même façon que pour le facteur de qualité Q, la finesse F diminue avec, à la fois, l'augmentation du taux de couplage et des pertes optiques. La figure 3.32 représente la finesse F en fonction du taux de couplage κ^2 et en fonction de différentes valeurs de pertes optiques α_{pertes} de 5, 10 et 15 dB/cm pour un superstrat d'air.

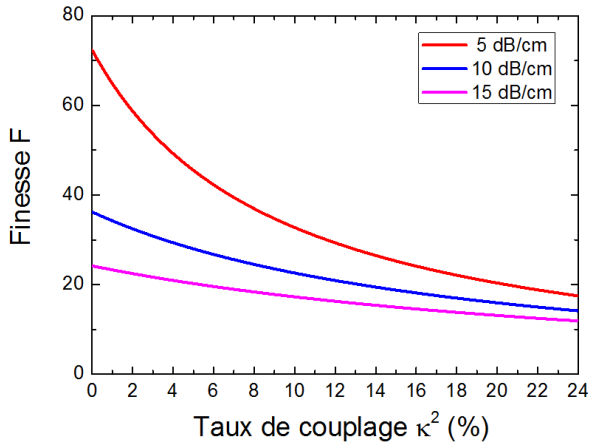


FIGURE 3.32 – Finesse F de la transmission normalisée en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques de 5, 10 et 15 dB/cm choisies @ 1550 nm pour un superstrat d'air.

Les finesses F(κ^2_{max}), F(κ^2_{min}) et F(κ^2_{opt}) possibles pour des pertes optiques de 5 et 15 dB/cm sont données dans le tableau 3.12.

Tableau 3.12 – Finesse F pour trois superstrats différents et deux pertes linéiques différentes.

Superstrat		Air		Eau désionisée		Eau glucosée (100 g/L)	
Pertes linéiques		5 dB/cm	15 dB/cm	5 dB/cm	15 dB/cm	5 dB/cm	15 dB/cm
Finesse	F(κ^2_{min})	70	24	68	24	67	24
	F(κ^2_{max})	56	22	29	16	28	16
	F(κ^2_{opt})	56	22	41	16	39	16

Selon le gap étudié et les pertes optiques des guides d'onde, la finesse est comprise dans une gamme de 22 à 70 pour le superstrat d'air. Pour un superstrat d'eau, la finesse est comprise entre 16 et 68. Pour un superstrat d'eau glucosée, elle est comprise entre 16 et 67.

Le raisonnement concernant la finesse $F(\kappa^2_{opt})$ est le même que celui développé pour le facteur de qualité. $F(\kappa^2_{opt})$ est égal à $F(\kappa^2_{max})$ sauf dans le cas d'un superstrat d'eau et d'eau glucosée pour des pertes optiques inférieures à 5 dB/cm.

Pour résumer, pour des pertes optiques comprises entre 5 dB/cm et 15 dB/cm, les valeurs les plus élevées des caractéristiques Q et F correspondent aux taux de couplage les plus faibles, à la fois pour le superstrat d'air, d'eau et d'eau glucosée. Cependant, ces taux de couplage κ^2_{min} ne permettent pas d'obtenir un régime de couplage critique mais un régime de sous-couplage. Pour obtenir ce compromis entre une valeur élevée des caractéristiques Q et F et un régime proche du régime de couplage critique, il faut étudier les gaps permettant d'obtenir le taux de couplage optimal ; généralement celui-ci est obtenu pour un gap de 0,5 μm sauf pour des pertes proches de 5 dB/cm où le gap optimal est plus grand.

Nous remarquons aussi que lorsque les pertes optiques diminuent, le facteur de qualité $Q(\kappa^2_{opt})$ et la finesse $F(\kappa^2_{opt})$ augmentent puisque k_c^2 diminue. Il est donc important d'obtenir les pertes optiques les plus faibles possibles. Pour cela, l'objectif est de limiter les pertes optiques par l'obtention de guides d'onde avec des rugosités, dues à la fabrication, les plus faibles possibles.

Les caractéristiques expérimentales attendues pour le micro-résonateur sont donc les valeurs $Q(\kappa^2_{opt})$ et $F(\kappa^2_{opt})$ présentées dans les tableaux 3.11 et 3.12. Pour le facteur de qualité Q, les valeurs optimales sont dans la gamme de $1{,}6.10^4$ à $4{,}1.10^4$ pour l'air et de $1{,}2.10^4$ à $2{,}9.10^4$ pour l'eau. Ces valeurs de facteur de qualité sont équivalentes à celles obtenues dans des études sur des micro-résonateurs simples comme il a été montré au chapitre 1 dans le tableau 1.3. Pour la finesse F, les valeurs optimales sont dans la gamme de 22 à 56 pour l'air et de 16 à 41 pour l'eau.

Par le biais de modèles, des simulations sont réalisées permettant de prévoir une gamme de valeurs pour les caractéristiques C, Q et F des micro-résonateurs que nous allons étudier expérimentalement dans la suite. Ainsi nous pourrons vérifier le bon accord entre les résultats de simulation et expérimentaux.

3.3.2 Caractéristiques du capteur

Dans la suite, nous allons étudier le micro-résonateur en tant que transducteur d'un capteur pour la détection homogène de différentes concentrations de glucose dans de l'eau désionisée. Les caractéristiques que nous allons calculer sont la sensibilité S, la gamme de détection et la limite de détection LD.

3.3.2.1 Le choix des concentrations de glucose

Dans le chapitre 2, le principe de détection homogène de molécules spécifiques a été détaillé. Suite à une variation d'indice du superstrat d'eau désionisé, due à l'introduction d'une certaine concentration de glucose, un décalage de la longueur d'onde de résonance est obtenu. Ce décalage en longueur d'onde de résonance doit être inférieur à l'intervalle spectral libre. Il faut donc calculer dans un premier temps, la concentration maximale de glucose détectable par le capteur.

Pour la détermination des indices de réfraction des superstrats d'eau et d'eau glucosée nous nous sommes basés sur les valeurs de la littérature. Le superstrat de référence, sans glucose et correspondant donc à 0 g/L de glucose, est un superstrat d'eau désionisée

d'indice de réfraction $n_{eau} = 1{,}310$ [151]. Pour la détection, nous avons choisi un superstrat d'eau glucosée à différentes concentrations dont l'indice de réfraction $n_{eau_{gl}}$ est donné à 1550 nm en fonction de la concentration de glucose $[C]_{gl}$ par la relation suivante [5], [255] :

$$n_{eau_{gl}} = 1,189.10^{-4} \times [C]_{gl}(g/L) + n_{eau} \tag{3.8}$$

La transmission spectrale est tracée dans un premier temps pour un superstrat d'eau désionisée, pour des pertes optiques de 10 dB/cm avec un taux de couplage optimal de 12,17 % ; ces valeurs n'influent pas sur le décalage de la longueur d'onde de résonance. Ce décalage est ensuite mesuré pour des transmissions spectrales calculées avec des superstrats d'eau glucosée avec différentes concentrations de glucose. La concentration maximale correspond à la première valeur de concentration pour laquelle la différence entre l'ISL et le décalage $\Delta\lambda$ est négative. Le décalage de la position de la raie de résonance ne dépasse pas l'ISL calculé si la concentration $[C]_{gl}$ est inférieure à 153,5 g/L. Les trois concentrations différentes, en plus de la concentration de 0 g/L, que nous avons donc choisies pour la détection sont de 50, 75 et 100 g/L.

3.3.2.2 La sensibilité S

Pour estimer la sensibilité S, la fonction de transfert est tout d'abord tracée pour un superstrat d'eau désionisée, pour des pertes optiques de 10 dB/cm avec un taux de couplage optimal de 12,17 %, correspondant à 0 g/L, puis pour des superstrats d'eau glucosée avec les concentrations de 50, 75 et 100 g/L. Le décalage en longueur d'onde est calculé pour une longueur d'onde de résonance proche de 1550 nm. Un exemple est donné sur la figure 3.33a pour une concentration de 100 g/L pour laquelle un décalage de 1,38 nm est observé par rapport à la fonction de transfert de référence correspondant au superstrat d'eau.

Le décalage en longueur d'onde est ensuite tracé en fonction de la variation d'indice du superstrat qui est donnée par la relation suivante :

$$\Delta n_{sp} = n_{eau_{gl}} - n_{eau} = 1,189.10^{-4} \times [C]_{gl}(g/L) \tag{3.9}$$

Ce décalage est aussi tracé en fonction de la concentration de glucose pour les modes TE et TM comme représenté sur la figure 3.33b.

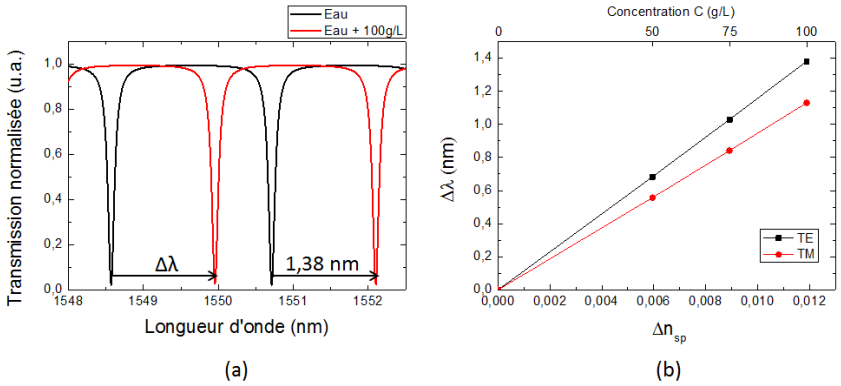


FIGURE 3.33 – (a) Transmissions spectrales pour un superstrat d'eau et d'eau glucosée (100 g/L). (b) Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissout dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice de superstrat Δn_{sp} pour les modes TE et TM.

La relation entre le décalage en longueur d'onde et la variation d'indice du superstrat est une relation linéaire. La sensibilité S est donc donnée par la valeur de la pente des fonctions linéaires qui est égale à 116 nm/UIR pour le mode TE et à 95 nm/UIR pour le mode TM. Le capteur à base de micro-résonateur est donc plus sensible lorsque le mode TE se propage dans la structure. Lors de la caractérisation optique expérimentale, nous choisirons le mode TE afin d'obtenir la meilleure sensibilité.

3.3.2.3 La gamme et la limite de détection

Les bornes de la gamme de détection, comme nous l'avons déjà évoqué dans le chapitre 2, sont données par les relations suivantes [2], [223] :

$$\begin{cases} LD = \Delta n_{sp_{min}} = \dfrac{\max\left(Bruit, \frac{\delta\lambda}{10}\right)}{S} & \text{(3.10a)} \\ \Delta n_{sp_{max}} = \dfrac{ISL}{S} - LD & \text{(3.10b)} \end{cases}$$

avec $\delta\lambda$ la largeur à mi-hauteur de la raie de résonance.

La figure 3.34 représente la limite de détection LD et la variation maximale d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}$ en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques.

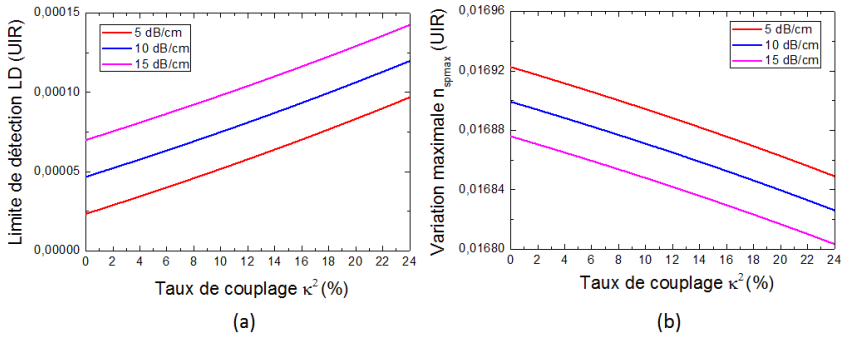


FIGURE 3.34 – (a) Limite de détection LD et (b) variation maximale d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}$ en fonction du taux de couplage pour différentes valeurs de pertes optiques choisies de 5, 10 et 15 dB/cm à 1550 nm.

Comme Q et F, la limite de détection dépend donc de la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$. Elle diminue donc à la fois avec la diminution du taux de couplage et des pertes optiques. La gamme de détection du micro-résonateur est d'autant plus grande que la raie de résonance est fine soit lorsque la largeur à mi-hauteur est faible.

Pour améliorer la limite de détection, il faudrait se placer en régime de sous-couplage mais le contraste diminue alors très vite. Le micro-résonateur est choisi de façon à être le plus proche possible d'un régime de couplage critique κ_c^2, soit pour le taux de couplage optimal κ_{opt}^2. Les valeurs des limites de détection LD(κ_{opt}^2) et des variations maximales d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}(\kappa_{opt}^2)$ sont présentées dans le tableau 3.13 pour les pertes optiques de 5 et 15 dB/cm, en supposant que le bruit généré par la mesure est inférieur à $\frac{\delta\lambda}{10}$.

Tableau 3.13 – Limite de détection LD et variation maximale d'indice de superstrat $\Delta n_{sp_{max}}$.

Pertes optiques (dB/cm)	5	15
Limite de détection LD $_{opt}$ (UIR)	$4{,}2.10^{-5}$	1.10^{-4}
Variation maximale (Δ n$_{sp_{max}}$)$_{opt}$ (UIR)	$1{,}7.10^{-2}$	$1{,}7.10^{-2}$

La gamme de détection varie de $4{,}2.10^{-5}$ à $1{,}7.10^{-2}$ pour 5 dB/cm et 1.10^{-4} à $1{,}7.10^{-2}$ pour 15 dB/cm.

Les valeurs obtenues, variant de $4{,}2.10^{-5}$ à 1.10^{-4}, de la limite de détection LD appartiennent à la plage de valeurs, variant de 10^{-7} à 10^{-3}, des limites de détection obtenues dans l'état de l'art d'un micro-résonateur simple selon le tableau 1.3 du chapitre 1. Cependant, dans la littérature, les relations utilisées pour déterminer la limite de détection d'un capteur ne sont pas toujours mentionnées. Il est donc difficile de pouvoir comparer nos grandeurs calculées et celles de la littérature.

Les limites de détection minimales et maximales s'expriment aussi en terme de concentration $[C]_{gl}$ exprimée en g/L par les relations suivantes en utilisant les relations 3.9, 3.10a et 3.10b :

$$\begin{cases} [C_{min}]_{gl} = \dfrac{LD}{1,189.10^{-4}} = \dfrac{\max\left(Bruit, \frac{\delta\lambda}{10}\right)}{1,189.10^{-4}S} & (3.11a) \\ [C_{max}]_{gl} = \dfrac{\Delta n_{sp_{max}}}{1,189.10^{-4}} == \dfrac{ISL - \max\left(Bruit, \frac{\delta\lambda}{10}\right)}{1,189.10^{-4}S} & (3.11b) \end{cases}$$

La gamme de détection est de 0,4 à 142 g/L pour des pertes de 5 dB/cm et la gamme de détection est de 0,9 à 142 g/L pour des pertes de 15 dB/cm.

La sensibilité et la gamme de détection calculées ne dépassent pas les valeurs obtenues dans la littérature mais, de la même façon que pour les caractéristiques du micro-résonateur, l'étude expérimentale du capteur permettra de vérifier la pertinence des simulations réalisées.

3.4 Caractérisations optiques des micro-résonateurs

La caractérisation optique des micro-résonateurs réalisés par le procédé de fabrication photolithographique, détaillé dans la partie 3.1.3, consiste à mesurer leurs transmissions spectrales, ce qui permet de vérifier la bonne réalisation du micro-résonateur. Les caractéristiques (ISL, C, Q et F) du micro-résonateur sont déduites de la transmission spectrale expérimentale mesurée.

Dans un premier temps, nous présentons la sélection du mode TE qui, comme nous l'avons vu précédemment, est souhaitée pour les applications capteurs afin d'obtenir un capteur plus sensible. Nous présentons ensuite la méthode d'ajustement des transmissions spectrales théoriques aux transmissions spectrales expérimentales permettant d'accéder au taux de couplage κ^2, aux pertes optiques α_{pertes} et à l'indice de groupe n_g. Dans la suite, nous étudions la reproductibilité du procédé de fabrication en ajustant les transmissions spectrales de différents échantillons réalisés. Puis les transmissions spectrales sont ajustées pour différents gaps afin de déterminer le gap optimal.

Rappelons que les micro-résonateurs étudiés présentent un rayon de 120 μm et des gaps variant de 0,5 μm à 1 μm avec un superstrat d'air ou d'eau désionisée.

3.4.1 Élaboration et caractérisation structurale

Les micro-résonateurs sont élaborés à partir du procédé technologique mis au point pour les guides d'onde et détaillé dans la partie 3.1.3.

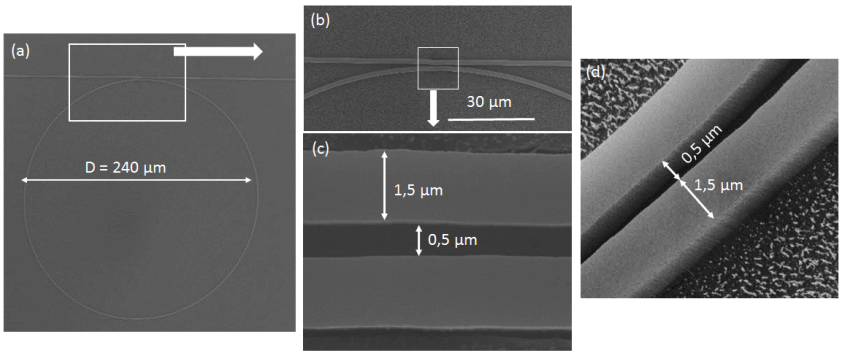


FIGURE 3.35 – Images MEB d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si. (a) Vue de dessus, (b) et (c) vue de dessus de la zone de couplage, (d) vue tiltée des guides d'onde dans la zone de couplage.

La vue de dessus, prise au MEB, de l'ensemble du micro-résonateur est présentée sur la figure 3.35a. A ce grandissement, nous pouvons constater que l'anneau est bien défini avec les dimensions souhaitées, soit un rayon de 120 μm. Sur la figure 3.35b, l'image MEB de la zone de couplage permet de voir la bonne réalisation de la séparation entre le guide d'onde rectiligne et la cavité résonante. En augmentant le grossissement, sur la figure 3.35c et d, nous pouvons voir les guides d'onde de largeur 1,5 μm et une séparation de 0,5 μm. La qualité des flancs est satisfaisante à ce grandissement, même s'il existe une irrégularité, qui entraîne une incertitude estimé à 0,05 μm sur la valeur de la séparation et de la largeur des guides.

3.4.2 Banc optique

Les transmissions spectrales sont mesurées sur le banc optique, mis en place pour l'étude des guides d'onde et qui a été modifié pour l'étude des micro-résonateurs comme représenté sur la figure 3.36.

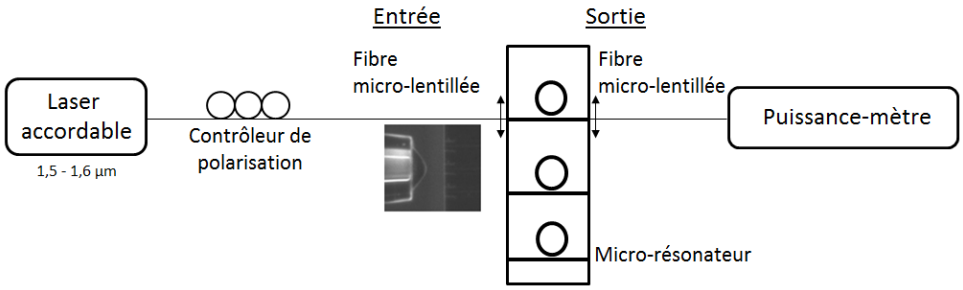


FIGURE 3.36 – Banc optique de caractérisation optique des micro-résonateurs.

Pour les applications capteurs, il est souhaité de n'avoir qu'une seule polarisation pour optimiser le contraste de la raie de résonance et pour rendre l'analyse des réponses spectrales des micro-résonateurs plus aisée. C'est pour cela qu'un contrôleur de polarisation est placé entre le laser accordable en longueur d'onde et la fibre micro-lentillée.

La transmission spectrale est mesurée par le biais d'un puissance-mètre placé à la sortie du micro-résonateur.

3.4.3 Contrôle de polarisation

La transmission spectrale d'un micro-résonateur avec un superstrat d'air présentant un rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm est tout d'abord mesurée sur une plage de longueur d'onde variant de 1570 à 1580 nm avec un pas de de 2,5 pm, sans contrôler la polarisation, comme représentée sur la figure 3.37a. Nous pouvons voir la présence des polarisations TE et TM chacune séparée par l'intervalle spectral libre ISL_{air} de 2 nm (figure 3.37a). Ce qui correspond bien à l'intervalle spectral libre calculé :

$$ISL_{air} = \frac{\lambda^2}{L\ n_{g_{air}}} = \frac{(1575)^2}{2\pi \times 120.10^3 \times 1,656} = 1,987\ nm \tag{3.12}$$

En utilisant le contrôleur de polarisation, il est possible de sélectionner la polarisation TE (figure 3.37b) ou la polarisation TM (figure 3.37c) ; ce qui permet d'améliorer le contraste des raies de résonance du mode sélectionné.

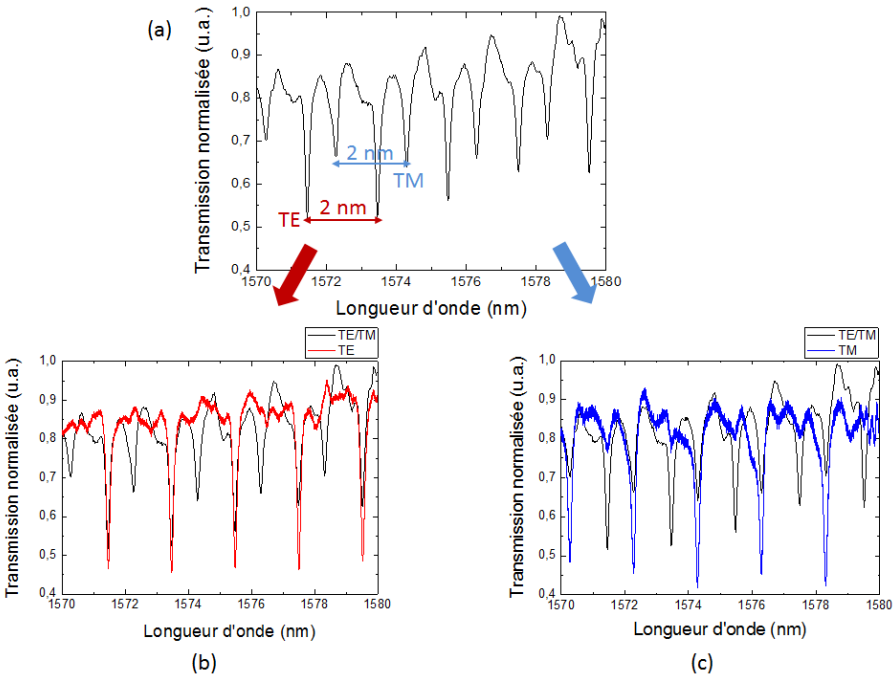


FIGURE 3.37 – Transmission spectrale normalisée d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1570 à 1580 nm : (a) sans contrôle de polarisation, (b) polarisation TE sélectionnée et (c) polarisation TM sélectionnée.

Dans la suite, nous contrôlons la polarisation de façon à sélectionner seulement le mode TE. En effet, d'après nos simulations, le mode TE permet d'obtenir un micro-résonateur plus sensible.

3.4.4 Ajustement de la fonction de transfert

Nous rappelons ici la méthode que nous utilisons pour ajuster les transmissions théoriques calculées aux transmissions expérimentales mesurées afin de déterminer le taux de couplage, les pertes optiques et l'indice de groupe du micro-résonateur.

Pour cela, l'équation 2.76 de la transmission spectrale définie dans le chapitre 2 est utilisée :

$$T(\lambda) = \frac{\tau^2 + a^2 - 2a\tau\cos(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)}{1 + a^2\tau^2 - 2a\tau\cos(\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L)} \tag{3.13}$$

L'ajustement des raies de résonance est réalisé en faisant varier la valeur du taux de couplage κ^2 (lié à τ^2 par la relation 2.74 : $\kappa^2 + \tau^2 = 1$) autour de celle calculée avec la méthode de Marcatili. Les pertes optiques α_{pertes} (liées au facteur d'atténuation a par la relation 2.71) sont aussi modifiées. En variant la valeur de l'indice de groupe n_g, l'intervalle spectral libre est ajusté.

Pour illustrer l'ajustement, nous présentons un exemple d'un micro-résonateur réalisé avec un superstrat d'air, de rayon R = 120 μm et pour un gap = 0,5 μm. La figure 3.38 représente sa transmission expérimentale et théorique sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1553 nm avec une résolution de 2,5 pm.

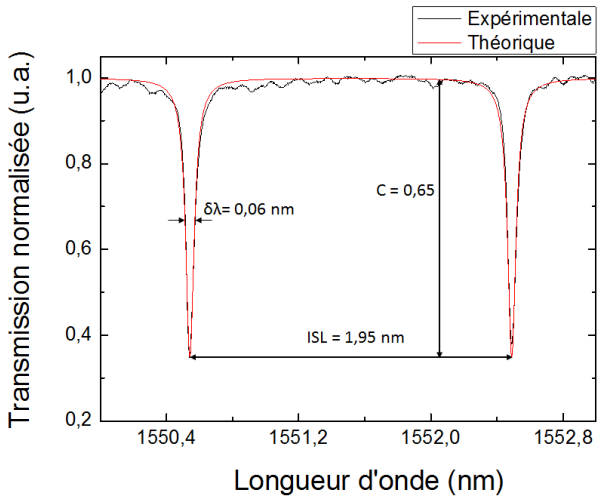


FIGURE 3.38 – Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1553 nm.

Nous obtenons des résonances séparées d'un intervalle spectral libre de 1,95 nm, de largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de 0,06 nm et un contraste de 0,65.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 3.14.

Tableau 3.14 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe.

Paramètres	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	3,95	2,45
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	8,9	-
Indice de groupe n_g	1,641	1,656

La différence entre le taux de couplage mesuré et ajusté peut s'expliquer par les limitations de la méthode de Marcatili utilisée. En effet, cette dernière a pour hypothèse, un faible contraste d'indice de réfraction entre la couche de confinement inférieur n_{cf}, le superstrat n_{sp} et la couche de cœur n_c, comme suit :

$$\begin{cases} \frac{1}{n_c}(n_c - n_{cf}) << 1 \\ \frac{1}{n_c}(n_c - n_{sp}) << 1 \end{cases} \tag{3.14}$$

Le contraste d'indice entre le couple de polymères choisi SU8 et PMATRIFE est de 0,17, valeur qui est peut-être sensiblement trop élevée pour l'utilisation de la méthode de Marcatili. Le contraste entre le superstrat et le cœur est de 0,57 ce qui ne respecte pas la condition et peut entraîner cette différence de taux de couplage observée.

Une autre raison pouvant expliquer cette différence est la présence d'imperfections technologiques à l'échelle du nanomètre qui pourrait favoriser le couplage entre le guide d'onde et la cavité. D'un point de vue technologique, en s'appuyant sur les images obtenues au MEB, le gap de 0,5 μm est atteint avec une incertitude de 0,05 μm. En prenant en compte cette incertitude dans le calcul du taux de couplage, l'incertitude sur celui-ci peut atteindre 2,5 %.

Les pertes optiques obtenues par l'ajustement sont de l'ordre de 9 dB/cm. Ces valeurs de pertes sont inférieures à celle obtenues mesurées sur les guides en "S". Toutefois, il est à noter que l'incertitude sur les pertes optiques mesurées sur les guides d'onde en "S" est élevée en raison probablement des pertes optiques dues à la rugosité de surface et des pertes de couplage dues à la qualité du clivage réalisé qui peuvent varier d'un guide d'onde à l'autre. La valeur de 9 dB/cm est dans la plage d'incertitude.

Une différence entre les valeurs ajustée et calculée de l'indice de groupe est aussi observée. Elle peut être attribuée à la méthode de calcul utilisée, dans laquelle, les indices de réfraction expérimentaux des matériaux sont pris en compte dans la méthode de l'indice effectif pour déterminer $n_{eff} = f(\lambda)$, relation à partir de laquelle l'indice de groupe est déduit pour le mode TE. La forme des guides d'onde obtenue après gravure ne sont pas parfaitement rectangulaire, ce qui peut influer sur la valeur de l'indice de groupe. Celui-ci pourrait aussi être affecté par les courbures et les rugosités des guides d'onde.

Nous observons aussi des oscillations sur la transmission spectrale entre deux raies de résonance qui peuvent être dues à un effet d'interféromètre de Fabry-Perot entre les faces d'entrée et de sortie clivées de l'échantillon [256].

Les caractéristiques ISL, C, Q et F du micro-résonateur sont déduites de la transmission spectrale, comme représenté sur la figure 3.38. Ces caractéristiques expérimentales sont répertoriées dans le tableau 3.15. Les caractéristiques sont calculées pour le taux de couplage déterminé avec la méthode de Marcatili, pour l'indice n_g calculé par la méthode de l'indice effectif et pour les pertes optiques provenant de l'ajustement des transmissions spectrales. Les différences observées proviennent des écarts entre les valeurs calculées et ajustées du taux de couplage et de l'indice de groupe.

Tableau 3.15 – Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F à 1550 nm.

	Gap 0,5 μm	
	Expérimental	Calcul
ISL	1,95	1,92
C	0,65	0,48
Q	$2{,}6.10^4$	$2{,}8.10^4$
F	32	35

Avec l'ajustement, nous pouvons déterminer les caractéristiques du micro-résonateur et les comparer aux valeurs calculées dans la partie 3.3.

Le facteur de qualité Q est bien compris dans la gamme de $1{,}6.10^4$ à 4.10^4 et la finesse F est bien comprise dans la gamme de 22 à 56. Les valeurs sont ici cohérentes avec les résultats de simulations.

3.4.5 Étude de différents gaps

Les transmissions spectrales de micro-résonateurs avec différentes valeurs de gap sont étudiées à la fois pour un superstrat d'air et d'eau désionisée.

3.4.5.1 Superstrat d'air

Les transmissions spectrales sont mesurées et ajustées pour trois gaps différents 0,5, 0,6 et 0,7 μm d'une même série sur un échantillon différent de celui utilisé dans la partie 3.4.4. La figure 3.39 présente l'ajustement pour ces trois gaps différents pour un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si.

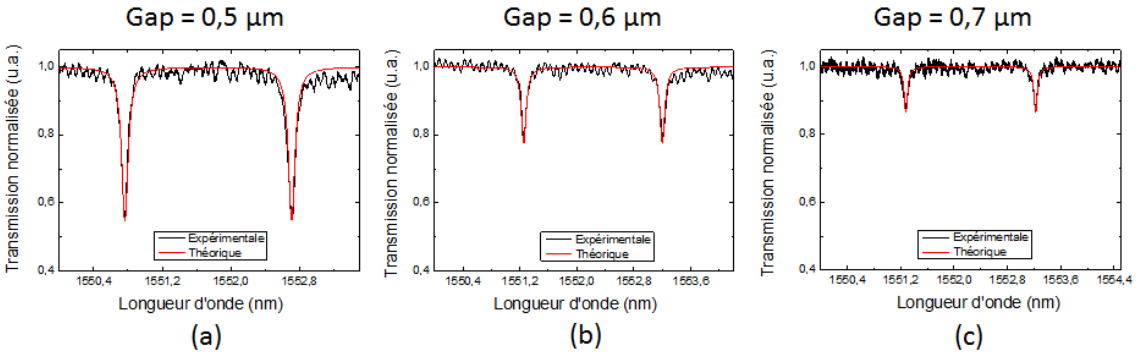


FIGURE 3.39 – Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur Air/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour (a) un gap = 0,5 μm,(b) un gap = 0,6 μm et (c) un gap = 0,7 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1555 nm.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 3.16 avec leurs incertitudes.

Tableau 3.16 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe.

	Gap 0,5 μm		Gap 0,6 μm		Gap 0,7 μm	
Paramètres	Ajustement	Calcul	Ajustement	Calcul	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	3,8	2,45	1,5	0,99	0,75	0,40
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	14,3	-	14,2	-	13,2	-
Indice de groupe n_g	1,638	1,656	1,636	1,656	1,640	1,656

Le taux de couplage obtenu à partir de la méthode de Marcatili est, pour les trois gaps, plus bas que les taux de couplage obtenus lors de l'ajustement, ce qui s'explique, comme précédemment, par le non respect d'une condition pour la méthode de Marcatili et par l'incertitude sur la mesure du gap de 0,05 μm.

Les pertes optiques obtenues par l'ajustement des transmissions spectrales sont du même ordre de grandeur pour les trois gaps d'une même série, nous pouvons donc comparer les caractéristiques des trois gaps, répertoriées dans le tableau 3.17.

Tableau 3.17 – Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F.

	Gap 0,5 μm		Gap 0,6 μm		Gap 0,7 μm	
	Expérimental	Calcul	Expérimental	Calcul	Expérimental	Calcul
ISL	1,94	1,92	1,95	1,92	1,94	1,92
C	0,46	0,33	0,24	0,15	0,13	0,07
Q	$1{,}7.10^4$	$1{,}9.10^4$	$1{,}9.10^4$	2.10^4	$2{,}1.10^4$	$2{,}2.10^4$
F	22	23	24	25	27	27

La différence entre les caractéristiques ajustées et calculées sont directement liées à la différence des valeurs ajustées et calculées du taux de couplage liée principalement à l'incertitude sur le gap et aux valeurs des contrastes d'indice ne respectant pas les hypothèses de la méthode de Marcatili. Nous pouvons alors dire que les données expérimentales obtenues sont en assez bon accord avec le calcul théorique des caractéristiques des transmissions spectrales puisque celles-ci présentent des tendances similaires aux tendances prévues lors des simulations à savoir que le facteur de qualité et la finesse augmentent avec la diminution du taux de couplage.

Les pertes optiques obtenues étant supérieures à 5 dB/cm, nous sommes donc dans un régime de sous-couplage. Le contraste est donc meilleur pour le gap de 0,5 μm où l'on se rapproche du régime de couplage critique. Pour les gaps de 0,6 μm et 0,7 μm, le taux de couplage induit un contraste plus faible et les raies de résonance se démarquent moins bien du bruit de fond, d'où l'importance de s'approcher du couplage critique afin d'avoir un contraste important.

3.4.5.2 Superstrat d'eau désionisée

L'étude des transmissions spectrales avec différents gaps est aussi réalisée pour un micro-résonateur avec un superstrat d'eau désionisée pour un gap de 0,5 et 0,6 μm. La figure 3.40 présente l'ajustement pour ces deux gaps différents pour un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si.

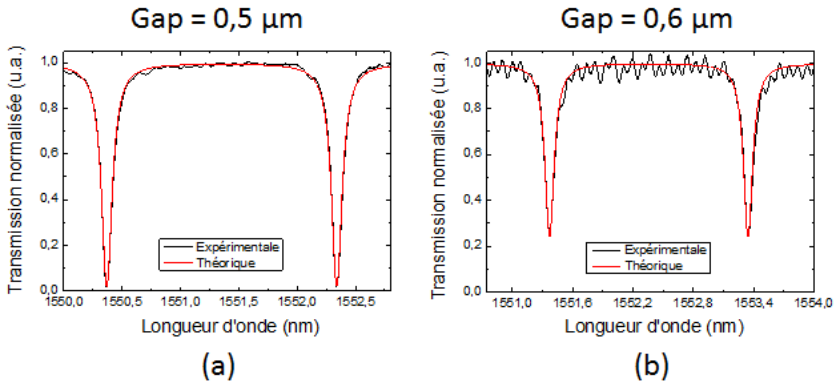


FIGURE 3.40 – Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et pour (a) un gap = 0,5 μm et (b) un gap = 0,6 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 3.19 avec leurs incertitudes.

Tableau 3.18 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe.

	Gap 0,5 μm		Gap 0,6 μm	
Paramètres	Ajustement	Calcul	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	14	12,17	8,5	6,60
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	12	-	15	-
Indice de groupe n_g	1,620	1,623	1,619	1,623

Le taux de couplage ajusté est aussi plus élevé que le taux de couplage calculé cependant l'écart entre le taux de couplage ajusté et calculé est moindre avec un superstrat d'eau désionisée qu'un superstrat d'air. En effet, le contraste d'indice entre le cœur et le superstrat est de 0,27 au lieu de 0,57 pour un superstrat d'air, ce qui permet de se rapprocher des conditions nécessaires du modèle de Marcatili.

Les écarts de valeur entre l'indice de groupe ajusté et calculé sont moins importants pour un superstrat d'eau désionisée que pour un superstrat d'air. Nous avons évoqué précédemment le rôle que peuvent jouer les rugosités de surface sur la valeur de l'indice de groupe. Le contraste d'indice entre le polymère et le superstrat d'eau est moins important que celui avec un superstrat d'air. Ainsi, la présence de l'eau limiterait l'effet de la rugosité. L'indice de groupe serait alors moins affecté par la rugosité dans ce cas qu'avec un superstrat d'air.

Les pertes optiques étant supérieures à 10 dB/cm, comme nous l'avons vu dans la partie 3.3, les micro-résonateurs sont en sous-couplage et le gap de 0,5 μm permet donc

d'obtenir un taux de couplage le plus élevé et donc le plus proche du régime de couplage critique.

Les caractéristiques des micro-résonateurs sont groupées dans le tableau 3.19 suivant.

Tableau 3.19 – Caractéristiques expérimentales et calculées du micro-résonateur : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F.

	Gap 0,5 μm		Gap 0,6 μm	
	Expérimental	Calcul	Expérimental	Calcul
ISL	1,97	1,96	1,95	1,96
C	0,97	0,94	0,75	0,65
Q	$1{,}4.10^4$	$1{,}4.10^4$	$1{,}4.10^4$	$1{,}5.10^4$
F	18	19	18	19

Les valeurs reportées dans le tableau illustrent bien que le gap de 0,5 μm permet bien d'obtenir le contraste le plus important de 0,97 au lieu de 0,75 pour un gap de 0,6 μm. Les autres caractéristiques sont bien en accord avec les résultats de simulation.

Lors de l'application capteur, nous allons donc étudier des micro-résonateurs avec un gap de 0,5 μm ce qui permettra d'obtenir le meilleur contraste.

3.5 Caractérisation du capteur à base de microrésonateur

Le but de ce travail est d'utiliser les micro-résonateurs comme transducteurs pour des applications de détection. Dans cet objectif et pour évaluer la sensibilité du micro-résonateur, l'expérience de détection réalisée avec le micro-résonateur en polymères est une détection homogène de glucose. Différentes concentrations de glucose sont dissoutes dans de l'eau désionisée. Le décalage de la position entre les raies de résonance d'un superstrat d'eau et d'eau glucosée est exploité pour la détection. Dans un premier temps, la répétabilité de la position des raies de résonance sur un même micro-résonateur pour un superstrat d'eau et d'eau glucosée doit être vérifiée après chaque rinçage et pour différentes acquisitions dans le temps. Dans un second temps, des concentrations $[C]_{gl}$ de glucose sont utilisées pour déterminer les caractéristiques du capteur, à savoir la sensibilité S, la gamme de détection et la limite de détection LD.

3.5.1 Le protocole

Le procédé pour la détection de glucose est le suivant : les solutions d'eau ou d'eau glucosée sont placées sur le micro-résonateur par le biais d'une micro-seringue. Une première transmission spectrale pour un micro-résonateur avec un superstrat d'eau, soit une concentration de 0 g/L, est, dans un premier temps, mesurée ; cette transmission spectrale sert de référence. L'eau s'évapore et la raie de résonance se stabilise avec un superstrat d'air. Les solutions glucosées, à différentes concentrations, sont par la suite déposées sur le micro-résonateur. Une deuxième transmission spectrale est alors mesurée. Le micro-résonateur est ensuite rincé après chaque mesure effectuée avec une concentration donnée

de glucose déposée. Le décalage des positions des raies de résonance entre les deux transmissions spectrales est ensuite mesuré pour chaque concentration de glucose étudiée.

3.5.2 Étude de la Répétabilité

Le principe de détection se basant sur la mesure d'un décalage de la position des raies de résonance, il est important d'étudier la répétabilité de la position des raies de résonance.

3.5.2.1 Répétabilité après repositionnement

La répétabilité de la position des raies de résonance pour un micro-résonateur avec un superstrat d'eau après chaque rinçage est vérifiée en rinçant 3 fois le micro-résonateur ; celui-ci étant retiré du banc optique à chaque processus de rinçage. Un superstrat d'eau désionisée est ensuite déposé à nouveau sur le micro-résonateur. La figure 3.41 représente les transmissions spectrales obtenues après plusieurs rinçages et donc repositionnements avec un superstrat d'eau.

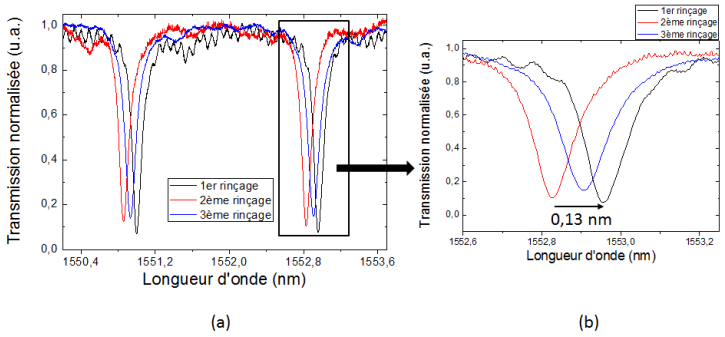


FIGURE 3.41 – (a) Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm après plusieurs rinçages et repositionnements du micro-résonateur et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1552,9 nm.

Après rinçage, les raies de résonance retrouvent sensiblement la même position à 0,13 nm près. Ce décalage n'est pas négligeable pour des applications capteurs ; afin d'éviter l'incertitude due au repositionnement de l'échantillon après chaque rinçage, une nouvelle référence doit être prise avant l'introduction d'une nouvelle concentration de glucose.

3.5.2.2 Répétabilité dans le temps

La répétabilité dans le temps de la position des raies de résonance pour un micro-résonateur avec un superstrat d'eau désionisée et d'eau glucosée est vérifiée en réalisant 3 acquisitions espacées de 10 secondes sans enlever l'échantillon du banc optique.

La figure 3.42 représente les transmissions spectrales avec un superstrat d'eau désionisée obtenues pour différentes acquisitions.

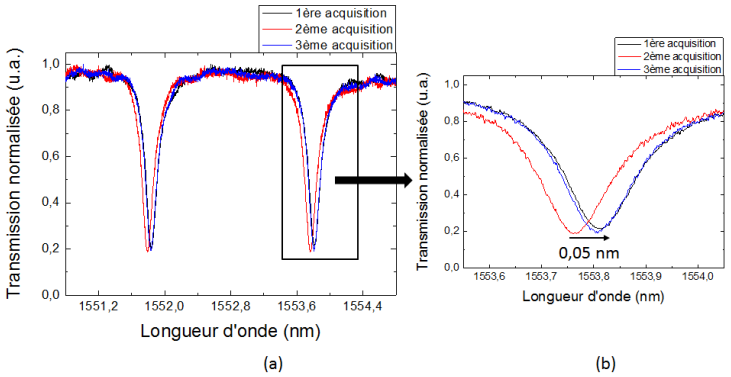


FIGURE 3.42 – Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1550 à 1555 nm pour trois acquisitions et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1553,8 nm.

Les raies de résonance possèdent sensiblement la même position à 0,05 nm près. Ce décalage entre les raies de résonance peut être dû à la température ambiante ; en effet la position des raies de résonances de la transmission spectrale est sensible à la température environnante [124] et le montage n'est pas régulé en température. Nous en avons tenu compte, comme nous le verrons dans le chapitre 4, pour les caractérisations des micro-résonateurs réalisés à partir de silicium poreux.

Superstrat d'eau glucosée La figure 3.43 représente les transmission spectrales avec un superstrat d'eau glucosée à 100 g/L obtenues pour différentes acquisitions.

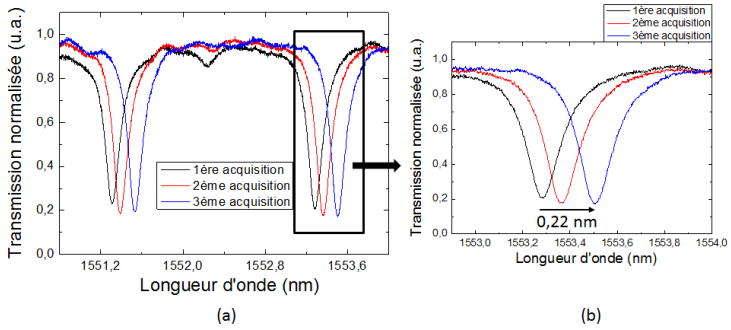


FIGURE 3.43 – (a) Transmissions spectrales d'un micro-résonateur Eau + 100 g/L de glucose/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1554 nm pour trois acquisitions et (b) zoom sur les raies de résonance autour de 1553,4.

Après chaque acquisition, les raies de résonance se décalent spectralement vers les longueurs d'onde plus élevées. Une attente de 10 secondes entraîne un décalage non négligeable de 0,09 nm, jusqu'à 0,22 nm pour 20 secondes entre la première et la troisième acquisition ; ce qui surestime la sensibilité du capteur. Ce décalage s'explique par l'évaporation de l'eau désionisée ce qui augmente la concentration en glucose dans le superstrat

et donc induit un décalage spectral plus important de la raie de résonance. Il est donc nécessaire de réaliser l'acquisition immédiatement après avoir déposé le superstrat d'eau glucosée.

3.5.3 Application à la détection homogène de concentration de glucose

Afin d'utiliser les micro-résonateurs étudiés précédemment en tant que transducteur d'un capteur pour la détection homogène de glucose, différentes concentrations de glucose sont dissoutes dans de l'eau désionisée. Comme nous l'avons déjà évoqué lors des simulations précédentes réalisées dans la partie 3.3.2.1, les concentrations de glucose doivent être inférieures à 153,5 g/L afin que le décalage en longueur d'onde ne dépasse pas l'ISL. Nous avons donc choisi de réaliser des solutions glucosées de concentration respectivement égales à 0, 50, 75 et 100 g/L. En prenant en compte l'incertitude de la balance et du contenant utilisés, les concentrations sont réalisées avec une incertitude de 2,5 g/L. Cette dernière entraîne une incertitude de 3.10^{-4} sur la variation d'indice du superstrat d'eau glucosée.

3.5.3.1 Caractéristiques du capteur

Il y a deux étapes dans le procédé de détection : une caractérisation du micro-résonateur avec une solution d'eau désionisée, servant de référence et correspondant à une concentration de 0 g/L. Une deuxième étape consiste à déposer une solution glucosée sur le micro-résonateur après évaporation du superstrat d'eau désionisée. L'échantillon reste alors sur le banc optique pendant toute l'opération. Après l'acquisition de la transmission spectrale pour un superstrat d'eau glucosée, l'échantillon est rincé puis l'opération est répétée pour une solution glucosée avec une concentration différente. L'acquisition de la transmission spectrale pour un superstrat d'eau est renouvelée pour chaque concentration. Les solutions sont introduites à la surface du micro-résonateur à l'aide d'une micro-seringue.

Sensibilité S Lors de la seconde étape, une solution glucosée avec une certaine concentration de glucose est déposée en tant que superstrat du micro-résonateur. La transmission spectrale acquise est comparée à celle de la référence pour déterminer le décalage de la position des raies de résonance, comme représentée sur la figure 3.44 pour une concentration de 100 g/L ; le décalage est ici de 1,35 nm.

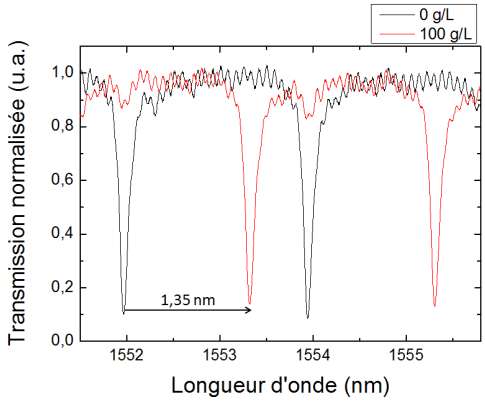


FIGURE 3.44 – Transmissions spectrales d'un micro-résonateur de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1556 nm pour une concentration de 0 g/L (utilisée comme référence) et de 100 g/L.

Le décalage est mesuré pour les trois différentes concentrations et la figure 3.45 représente le décalage de la position de la raie de résonance en fonction de la concentration de glucose $[C]_{gl}$ en g/L et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp} correspondante. Une augmentation de la concentration de glucose conduit à une augmentation de la longueur d'onde de résonance.

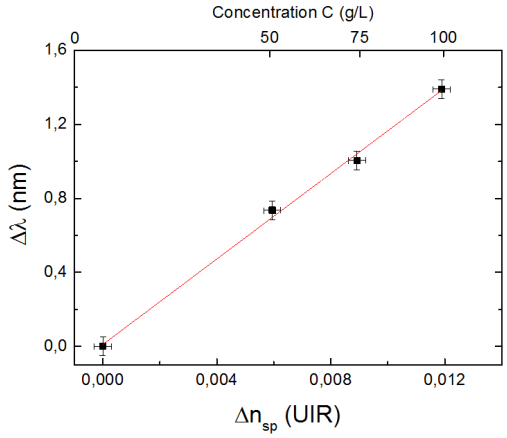


FIGURE 3.45 – Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissoute dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp}.

La variation étant linéaire, la sensibilité S est la pente de la droite et est alors de 115 $\pm$ 8 nm/UIR. L'incertitude sur la sensibilité prend en compte l'incertitude sur la concentration de glucose et sur le décalage de la raie de résonance. La sensibilité que nous avons calculée précédemment dans la partie 3.3 est de 116 nm/UIR. Ces deux valeurs sont très proches et cela montre bien la pertinence des calculs théoriques réalisés en amont.

La gamme de détection Afin de calculer la limite de détection minimale LD et maximale $\Delta n_{sp_{max}}$, il est nécessaire de connaître la largeur à mi-hauteur du micro-résonateur

étudié. La figure 3.46 représente les transmissions expérimentale et théorique du micro-résonateur avec un superstrat d'eau désionisée.

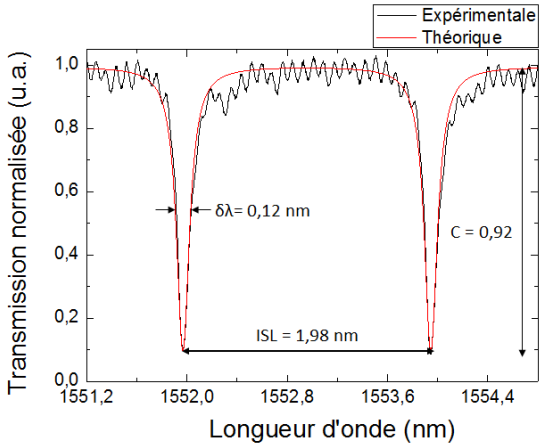


FIGURE 3.46 – Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Eau/SU8/PMATRIFE/Si de rayon R = 120 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1555 nm.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 3.20 avec leur incertitudes.

Tableau 3.20 – Paramètres calculés et d'ajustement : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe.

Paramètres	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	13,5	12,17
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	14,5	-
Indice de groupe n_g	1,622	1,623

Avec l'eau désionisée comme superstrat, la transmission spectrale présente en moyenne un intervalle spectral libre de 1,98 nm, une largeur à mi-hauteur de 0,12 nm et un contraste de 0,92. La finesse F est de 16 et le facteur de qualité Q est de $1{,}3.10^4$.

Pour calculer la limite de détection, il faut déterminer le maximum entre l'incertitude sur la mesure de la position de la raie de résonance et la largeur à mi-hauteur divisée par un facteur 10. L'incertitude, principalement due au bruit thermique, vaut 0,05 nm et $\frac{\delta\lambda}{10}$ vaut ici 0,012 nm.

Ainsi, en tenant compte de la sensibilité S mesurée expérimentalement et de l'incertitude sur la mesure de la position de la raie de résonance de la transmission spectrale mesurée, les limites de détection minimale LD et maximale $\Delta n_{sp_{max}}$ sont calculées.

Nous obtenons une détection limite LD de $(4{,}4 \pm 0{,}3).10^{-4}$ et une limite maximale $\Delta n_{sp_{max}}$ de $(1{,}7 \pm 0{,}1).10^{-2}$, soit en terme de concentration de glucose une gamme de détection de 3,7 ± 0,3 à 143 ± 8 g/L.

La gamme de détection calculée pour des pertes de 14,5 dB/cm est de 0,9 à 142 g/L. Nous pouvons voir donc que l'incertitude sur la mesure de la position de la raie de résonance, implique une limite de détection plus élevée que celle calculée précédemment. C'est pourquoi afin de s'affranchir du décalage spectral induit par la température, un contrôleur de température doit être réalisé et intégré au support de l'échantillon.

Les outils de simulation, développés et détaillés dans le chapitre 2, permettent d'avoir une bonne approximation des caractéristiques du micro-résonateur pour les différents superstrats étudiés ; notamment pour l'eau désionisée et l'eau glucosée, les hypothèses de Marcatili étant davantage vérifiées.

Conclusion

L'objectif de l'étude est l'implémentation d'un micro-résonateur intégré, réalisé en polymères avec la SU8 en couche de cœur et le PMATRIFE en couche de confinement inférieur, pour des applications de détection. Cette étude a pour but de vérifier que les résultats des simulations sur les caractéristiques du micro-résonateur et du capteur réalisés en amont correspondent à ceux obtenus expérimentalement afin de pouvoir vérifier la pertinence de l'utilisation de ces simulations pour la conception de capteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux décrits dans le chapitre suivant.

Pour cela, nous nous appuyons sur la réalisation de micro-résonateurs en polymères, puisque la technologie de fabrication est connue et que, de plus, nous disposons d'un masque photolithographique utilisé lors d'études précédentes sur des micro-résonateurs en polymères pour des applications aux télécommunications.

Dans un premier temps, nous utilisons la méthode de l'indice effectif pour dimensionner les guides d'onde pour une propagation monomodale. Des mesures en champ proche ont permis de déterminer les diamètres de mode des guides. Des pertes optiques autour de 12 dB/cm sont aussi mesurées. Cette valeur de perte optique reste à diminuer en optimisant le procédé de fabrication. Une fois le guide d'onde réalisé et caractérisé, nous réalisons, dans un second temps, des micro-résonateurs par le même procédé technologique.

Avant la réalisation et la caractérisation des micro-résonateurs, les caractéristiques attendues des micro-résonateurs sont calculées en utilisant la définition de la transmission spectrale, la méthode de Marcatili qui détermine le taux de couplage entre le guide rectiligne et la cavité résonante et différentes pertes optiques définies en rapport avec les pertes optiques mesurées expérimentalement.

Les caractéristiques du micro-résonateur sont calculées en amont pour différents superstrats comme l'air, l'eau désionisée et l'eau glucosée et pour les différents gaps. La même étude est réalisée pour déterminer les caractéristiques attendues de ce micro-résonateur utilisé en tant que transducteur pour de la détection de différentes concentrations de glucose. Ces simulations permettent d'obtenir une gamme de valeurs attendues et non des valeurs précises. En effet, ces caractéristiques sont dépendantes des pertes optiques qui peuvent varier d'un échantillon à l'autre.

Dans un troisième temps, les transmissions spectrales théoriques sont ajustées aux transmissions spectrales expérimentales pour remonter aux caractéristiques du micro-résonateur. La transmission normalisée présentant les meilleures caractéristiques pour un superstrat d'eau a un contraste de 0,97 et un facteur de qualité de $2{,}6.10^4$ pour un gap

de 0,5 μm. Les caractéristiques de chaque transmission spectrale acquise en sont déduites et sont bien cohérentes avec celles calculées.

La détection de différentes concentrations de glucose est ensuite réalisée avec le micro-résonateur en tant que transducteur avec une sensibilité de 115 $\pm$ 8 nm/UIR et une limite de détection LD de 4,4 $\pm$ 0,3.10^{-4} UIR. La sensibilité de ce capteur correspond aux valeurs présentes dans la littérature pour des systèmes réalisés en polymères [3], [163]. De plus, malgré les pertes optiques élevées, nous avons obtenu une sensibilité et une limite de détection proches de l'état de l'art.

Nous avons comparé les résultats expérimentaux aux résultats théoriques et un bon accord entre les deux a été démontré.

Les différents résultats obtenus dans cette étude sur les micro-résonateurs réalisés à base de polymères nous ont donc permis de valider les outils de simulation et de réaliser les premières expériences de détection avec un micro-résonateur comme transducteur au laboratoire Foton. L'objectif suivant est donc, d'utiliser le banc optique et les outils de simulation vérifiés lors de cette étude, avec les polymères, pour concevoir un micro-résonateur réalisé à base de silicium poreux afin d'exploiter la détection en volume et d'améliorer la sensibilité et la limite de détection de ces micro-résonateurs.

CHAPITRE 4

MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX POUR DES APPLICATIONS CAPTEURS

Sommaire

4.1 Présentation du silicium poreux 126
4.1.1 L'anodisation électrochimique 126
4.1.2 Le mécanisme de formation 128
4.1.3 Les paramètres de formation 128
4.1.4 L'oxydation du silicium poreux 130
4.1.5 L'indice de réfraction du silicium poreux 131
4.1.6 Structures photoniques en silicium poreux 131
4.2 Élaboration et caractérisation des mono-couches poreuses . . 132
4.2.1 Conditions expérimentales 132
4.2.2 Caractérisation de l'indice de mono-couches poreuses en configuration "au-dessus" 136
4.3 Mise au point du procédé de fabrication d'un micro-résonateur en silice poreuse 144
4.3.1 Taille des guides d'onde 144
4.3.2 Réalisation technologique 146
4.3.3 Caractérisation structurale au Microscope Électronique à Balayage 152
4.3.4 Caractérisations optiques 153
4.4 Micro-résonateur en silicium poreux partiellement oxydé pour une application capteur 156
4.4.1 Optimisation de la sensibilité du capteur 156
4.4.2 Taille du guide 157
4.4.3 Estimation des pertes optiques 159
4.4.4 Caractérisation optique d'un micro-résonateur 160
4.4.5 Application capteur 163

Le silicium poreux est maintenant étudié depuis plus d'un demi-siècle. La première couche de silicium poreux a été réalisée dans les années 60 par A. Uhlir et D. R. Turner lors de leurs travaux sur l'électro-polissage [257], [258]. Puis, après la découverte par L. T. Canham en 1990 de la photoluminescence du silicium poreux à température ambiante [259], de nombreuses études sur les propriétés structurales, électroniques et optiques du silicium poreux ont été menées [260]. Depuis ces dernières années, de nombreux dispositifs opto-électroniques sont réalisés à partir du silicium poreux. Ces dispositifs sont capables d'émettre de la lumière ou de la guider [261], [262].

En plus de ses propriétés optiques, le silicium poreux est caractérisé par une surface interne spécifique élevée (jusqu'à 900 $m^2.cm^{-3}$), un indice de réfraction modulable par le biais des conditions de fabrication et une bio-compatibilité lui permettant d'être un candidat intéressant pour les applications de capteurs optiques [263]. En utilisant à la fois les avantages du micro-résonateur comme transducteur et le caractère poreux du silicium poreux, il est possible de réaliser un capteur basé sur le principe de la détection en volume de molécules ; un tel mode de détection permet d'améliorer notamment la sensibilité du capteur par rapport au micro-résonateur à base de polymères étudié précédemment fonctionnant quant à lui sur le principe de la détection par onde évanescente.

Ainsi, dans cette étude, nous allons utiliser le silicium poreux comme matériau pour fabriquer des micro-résonateurs optiques dans l'objectif d'une application de capteurs utilisant la détection en volume de glucose en concentrations différentes.

Dans un premier temps, après une présentation succincte du silicium poreux et de sa méthode de fabrication par anodisation électrochimique, nous étudierons les indices de réfraction de mono-couches poreuses avec différentes configurations de la cellule d'anodisation électrochimique et en fonction de différents paramètres de fabrication : la densité de courant et le traitement thermique d'oxydation partielle ou totale, nécessaire, à la fois, à la stabilisation chimique du silicium poreux et à la transformation du silicium poreux en silice poreuse.

La mise au point du procédé de fabrication et la caractérisation d'un micro-résonateur en silice poreuse à base de guides d'onde ridges, réalisés à partir de couches poreuses de caractéristiques bien connues, est ensuite présentée.

Dans un dernier temps, après une étude théorique sur les caractéristiques du capteur avec notamment, une recherche du couple de porosité permettant une optimisation de la sensibilité, la détection en volume de glucose réalisée sur un micro-résonateur en silicium poreux oxydé partiellement est reportée.

4.1 Présentation du silicium poreux

4.1.1 L'anodisation électrochimique

Le silicium poreux est obtenu par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium monocristallin entièrement plongé dans un électrolyte composé d'une solution à base d'acide fluorhydrique (HF). Le substrat de silicium sert de support mécanique et joue le rôle de l'anode, le contact électrique se faisant sur sa face arrière. Une électrode en platine constitue, quant à elle, la cathode. Le platine est un métal noble choisi en raison de son inaltérabilité vis-à-vis du HF. Un courant électrique est appliqué entre l'anode constituée par le substrat de silicium et la cathode. Au terme de l'anodisation électro-chimique, la couche de silicium poreux obtenue est constituée de pores : des trous d'air séparés par des

cristallites de silicium.

Pour cette étude, nous travaillons avec des substrats d'orientation cristalline <100> et de type P^+, de faibles résistivités. Ils permettent en effet d'obtenir une couche de silicium poreux avec une structure principalement colonnaire, représentée sur la figure 4.1, avec des pores suffisamment ouverts et larges pour permettre ultérieurement une infiltration aisée des molécules pour les applications capteurs.

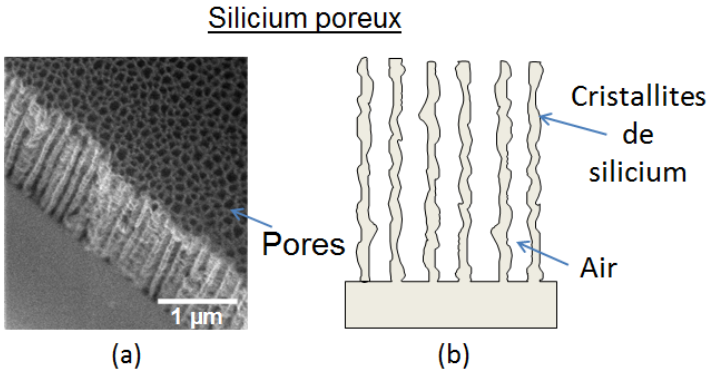


FIGURE 4.1 – Le silicium poreux : (a) Image MEB et (b) schéma d'une couche de silicium poreux réalisé sur un substrat P^+ d'orientation cristalline (100).

La caractéristique courant-tension I(V) d'un substrat de silicium de type P^+ lors de l'anodisation électrochimique est représentée sur la figure 4.2. Elle permet de mettre en évidence 3 zones distinctes (1, 2 et 3) qui correspondent aux différents régimes de dissolution du silicium. Selon la valeur du potentiel appliqué, la morphologie de la couche obtenue diverge.

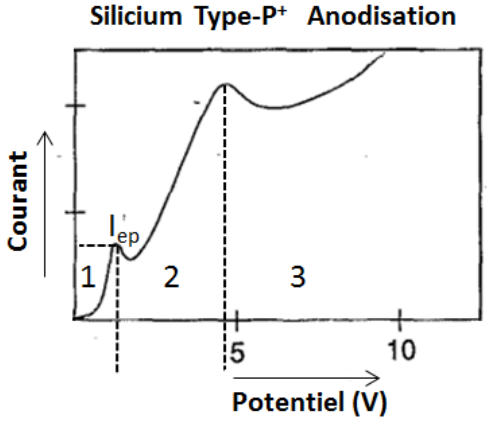


FIGURE 4.2 – Caractéristique I(V) pendant l'anodisation d'un substrat de silicium de type P^+ [264].

Le régime de formation du silicium poreux, qui correspond à la zone 1, est obtenu pour de faibles valeurs de potentiel positives. Dans ce régime, la dissolution progresse dans le silicium créant ainsi un réseau de pores. Dans la zone 3, le potentiel appliqué étant

plus élevé, il entraîne l'apparition d'un phénomène d'électro-polissage. Dans ce régime, la couche poreuse est dissoute et la surface obtenue est une surface lisse. Entre le régime de formation des pores et le régime d'électro-polissage, il y a un régime intermédiaire, la zone 2. C'est un régime de transition dans lequel la formation des pores et l'électro-polissage sont en compétition. Dans ce régime, la structure est poreuse mais la taille des pores s'élargit vite lorsque le potentiel appliqué s'approche du régime d'électro-polissage. Le régime de transition commence lorsque le courant atteint une certaine valeur I_{ep}, appelée courant d'électro-polissage. Pour la réalisation de couches poreuses, l'intensité appliquée est donc choisie inférieure à I_{ep}.

4.1.2 Le mécanisme de formation

De nombreuses études ont investigué les mécanismes impliqués dans la formation du silicium poreux [265]–[267]. Les différentes réactions de la dissolution du silicium poreux se résument par les étapes représentées sur la figure 4.3 [265], [268]

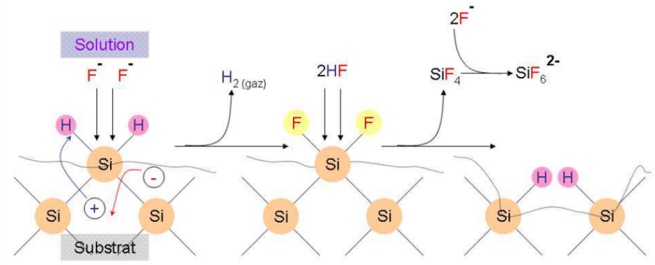


FIGURE 4.3 – Mécanisme réactionnel responsable de la formation du silicium poreux par anodisation électrochimique [265].

Avant l'application du courant, les liaisons de silicium en surface sont saturées par les ions hydrogène H^+. Cette liaison est ensuite détruite au profit d'une liaison Si-F. Une fois toutes les liaisons Si-H remplacées, l'ion F^- attaque la liaison Si-Si. Cette réaction est accompagnée de la formation de H_2SiF_6 et d'un dégagement de dihydrogène. Ce dégagement entraîne l'apparition de bulles de gaz à la surface de l'échantillon, ce qui interrompt localement la réaction. Pour assurer le détachement de ces bulles de gaz, un surfactant comme l'éthanol, par exemple, est ajouté à l'électrolyte [269].

4.1.3 Les paramètres de formation

L'épaisseur et la porosité du silicium poreux ainsi que la taille et la forme des pores, dépendent du type de substrat de silicium utilisé et des conditions de l'anodisation électrochimique. Les paramètres expérimentaux dont dépend la morphologie du silicium poreux sont alors :

- le type de substrat de silicium utilisé (orientation cristalline, type et taux de dopage),
- la densité de courant appliquée,
- la concentration de HF dans l'électrolyte,
- la durée d'anodisation.

Type de substrat Trois types de silicium poreux, qui différent par la taille et la morphologie des pores, sont observés selon la nature et le taux du dopant introduit dans le substrat de silicium utilisé. Il sont indiqués dans le tableau 4.1.

- Un silicium de type P^- permet d'obtenir une structure spongieuse, isotrope et homogène, avec des pores de taille nanométrique interconnectés. On parle alors de silicium nanoporeux.
- Un silicium de type P^+ ou N^+ permet d'obtenir une structure de forme colonnaire et anisotrope, avec des pores de taille de dizaines de nanomètres possédant des ramifications. On parle dans ce cas de silicium mésoporeux.
- Un silicium de type N^- permet d'obtenir une structure similaire à celle du P^-, mais la taille des pores est de l'ordre du micromètre. On parle dans ce cas de silicium macroporeux.

Tableau 4.1 – Les différents types de silicium poreux.

Type de Substrat	Type de silicium poreux	Taille des pores (nm)
P^-	Nanoporeux	<2
P^+, N^+	Mésoporeux	2-50
N^-	Macroporeux	>50

Pour cette étude, comme nous l'avons déjà évoqué, nous travaillons sur des substrats de type P^+ afin d'obtenir un silicium mésoporeux avec des tailles de pores pouvant aller jusqu'à 50 nm et de forme colonnaire pour permettre l'infiltration aisée des molécules à l'intérieur de ces pores.

Densité de courant La densité de courant J est définie par la relation suivante :

$$J = \frac{I}{S}(mA/cm^2) \tag{4.1}$$

avec I, l'intensité du courant appliquée (mA) et S, la surface (cm^2) de contact entre le substrat de silicium et l'électrolyte.

La densité de courant est un paramètre essentiel qui influe sur la porosité du silicium poreux. La porosité est définie comme la fraction d'air de la couche de silicium poreux et exprimée en pourcentage. L'évolution de la porosité en fonction de la densité de courant pour un substrat de type P^+ a été étudiée et montre que la porosité augmente avec la densité de courant appliquée [270].

Composition de l'électrolyte La composition de l'électrolyte est un paramètre à prendre aussi en compte. La concentration en HF de l'électrolyte influe sur la porosité de la couche de silicium poreux ; celle-ci décroit avec l'augmentation de la concentration en HF [270].

Durée d'anodisation La durée d'anodisation est un paramètre qui influe sur l'épaisseur de la couche de silicium poreux. Celle-ci augmente linéairement avec la durée d'anodisation lorsque cette durée est inférieure à une dizaine de minutes. Pour des durées plus élevées, la solution est appauvrie ce qui ralentit la vitesse de formation des couches poreuses [270].

Remarque importante Il est donc important d'étalonner la porosité et l'épaisseur de la couche en fonction des paramètres d'anodisation dès lors qu'il y a une modification de ceux-ci. Par ailleurs, tout changement dans la cellule électrolytique, comme par exemple la position de l'électrode, est susceptible également de modifier, certes dans une bien moindre mesure que pour les paramètres cités précédemment, la porosité et l'épaisseur.

4.1.4 L'oxydation du silicium poreux

Le silicium poreux possède une très grande surface interne, due à son caractère poreux, ce qui le rend instable à température ambiante. Pour contrôler sa stabilité et donc obtenir une reproductibilité des propriétés optiques du matériau, de nombreuses études ont porté sur le traitement thermique du silicium poreux. Diverses méthodes ont été proposées : oxydation anodique, [271], oxydation chimique [272] et oxydation thermique [273]. Nous nous intéresserons uniquement à la dernière méthode qui est celle que nous avons utilisée.

Par l'intermédiaire du réseau de pores, l'oxygène peut pénétrer dans toute la couche, oxydant alors le silicium poreux. Cependant, lors des traitements thermiques, le silicium poreux présente une instabilité suite à la désorption de l'hydrogène de la surface du silicium poreux pour des températures comprises entre 350 et 450°C [274]. Cette désorption provoque la diffusion d'atomes de silicium entraînant un effondrement de la structure poreuse. La surface interne des pores est alors fortement diminuée, résultant en une diminution de la surface de réaction avec l'oxygène ; ainsi l'oxydation de la couche poreuse est incomplète [270].

Pour résoudre ce problème, une étape intermédiaire de pré-oxydation à 300°C est nécessaire et permet de recouvrir la surface interne d'une fine couche de SiO_2 qui est thermiquement stable et qui bloque le phénomène de diffusion lors des étapes d'oxydation à plus haute température [275], [276].

Par ailleurs, l'oxydation de la couche poreuse s'accompagne d'une augmentation du volume des cristallites au détriment des pores caractérisée par le taux d'expansion de la silice. En effet, le volume de silicium est augmenté d'un facteur 2.27 suite à l'insertion de l'oxygène. Il existe une valeur limite de la porosité de 56 % avant oxydation qui entraîne une obstruction totale des pores (la porosité finale de la couche poreuse est nulle) [277]. Pour des couches poreuses dont la porosité est supérieure à cette porosité limite, il reste une porosité résiduelle après l'oxydation.

En variant la durée et la température du traitement thermique d'oxydation appliqué aux couches de silicium poreux, il est possible d'obtenir différents taux d'oxydation. Celui-ci est compris entre 0 et 1 ; 0 correspond à du silicium poreux non oxydé (figure 4.4a) et 1 correspond à du silicium poreux oxydé totalement aboutissant à l'obtention de la silice poreuse (figure 4.4c). Entre ces deux valeurs, il est possible d'obtenir du silicium poreux oxydé partiellement comme représenté sur la figure 4.4b.

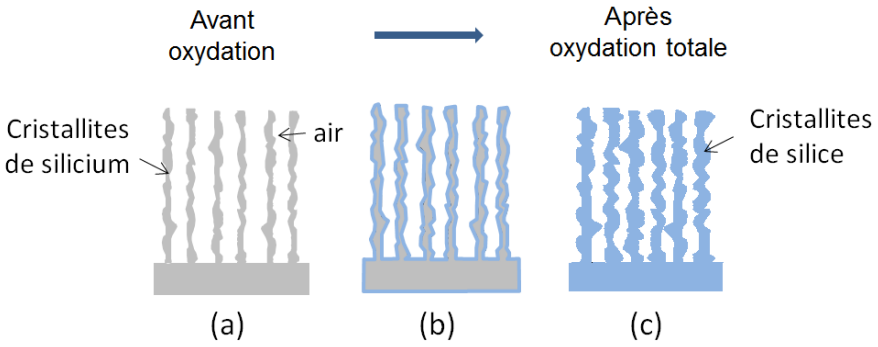


FIGURE 4.4 – Schéma d'une couche de silicium poreux : (a) non oxydée, (b) oxydée partiellement et (c) oxydée totalement (silice poreuse).

4.1.5 L'indice de réfraction du silicium poreux

L'indice de réfraction du silicium poreux dépend principalement de sa porosité et du taux d'oxydation [261]. Le silicium poreux étant un milieu formé d'un mélange de silicium et d'air, son indice de réfraction varie entre celui du silicium (n_{Si} = 3,5) et celui de l'air (n_{air} = 1) et il diminue donc lorsque la porosité croît [278]. Ainsi, l'indice de réfraction de ce matériau est modulable et permet de couvrir un large intervalle d'indice.

Cependant, il est difficile de calculer précisément l'indice d'une couche poreuse connaissant sa porosité. Plusieurs modèles (Bruggeman, Loogenya, Maxwell-Garnett,..) ont été élaborés pour décrire ce matériau [209], [279].

Après l'oxydation, le silicium poreux subit une diminution de son indice de réfraction qui dépend de la porosité initiale et des conditions d'oxydation. Si l'oxydation est totale, l'indice de réfraction est compris entre l'indice de réfraction de la silice (n_{SiO_2} = 1,44) et celui de l'air (n_{air} = 1). Si la couche poreuse est partiellement oxydée, l'indice de réfraction dépend de la fraction volumique de silicium transformée en silice et donc du taux d'oxydation [209], [277].

L'indice de réfraction des couches poreuses dépend également de la longueur d'onde utilisée puisque le silicium poreux présente une forte dépendance spectrale, il augmente notamment dans le visible.

De plus, la structure colonnaire du silicium poreux en fait un matériau anisotrope à l'origine d'une biréfringence. L'indice de réfraction du silicium poreux n'est pas le même selon la polarisation de la lumière avec une différence Δn égale à 0.14 [280]. Toutefois, dans ce travail, nous ne prendrons pas en compte la biréfringence du matériau, l'objectif étant à ce stade, de mettre en œuvre pour la première fois un micro-résonateur constitué de guides ridges, à base de silicium poreux, obtenus par photolithographie classique pour des applications de capteur.

4.1.6 Structures photoniques en silicium poreux

Le silicium poreux réalisé par anodisation électrochimique est un matériau intéressant puisqu'il permet d'obtenir relativement facilement des structures poreuses mono-couches

ou multi-couches. En effet, en appliquant successivement des densités de courant différentes, des couches de porosités et donc d'indices de réfraction différents peuvent être obtenues. Les épaisseurs de chacune des couches poreuses sont contrôlées quant à elles par la durée d'anodisation. Ainsi, différentes structures plus ou moins complexes allant d'un simple guide plan ou guide canal au cristal photonique tels que les micro-cavités ou miroirs de Bragg peuvent être réalisés. A titre d'exemples, des images obtenues par MEB de structures fabriquées au laboratoire Foton sont reportées sur la figure 4.5.

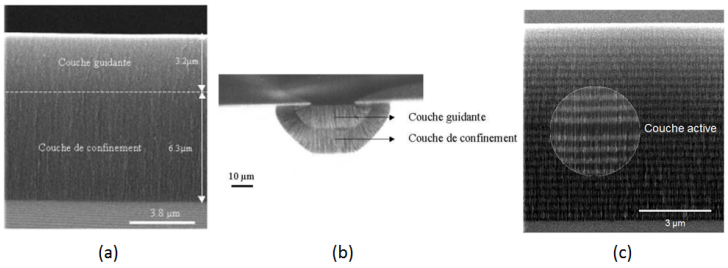


FIGURE 4.5 – Images obtenues par microscopie électronique à balayage : (a) d'un guide plan (b) d'un guide canal et (c) d'une micro-cavité.

4.2 Élaboration et caractérisation des mono-couches poreuses

4.2.1 Conditions expérimentales

Lors de cette étude, les couches de silicium poreux sont réalisées par anodisation électrochimique en appliquant une densité de courant J pendant un certain temps, sur un substrat de silicium. Le substrat utilisé a une épaisseur de l'ordre de 250 μm, une orientation cristalline <100> et est de type P^+ fortement dopé avec des atomes de Bore, avec une résistivité ρ comprise entre 1 et 5 mΩ.cm.

La cellule électrolytique utilisée pour l'anodisation électrochimique et schématisée sur la figure 4.6, est réalisée en Téflon, matériau qui résiste à l'attaque corrosive du HF. L'anode est le substrat de silicium et la cathode en platine peut être soit placée sur le côté, soit parallèlement à la surface du substrat de silicium.

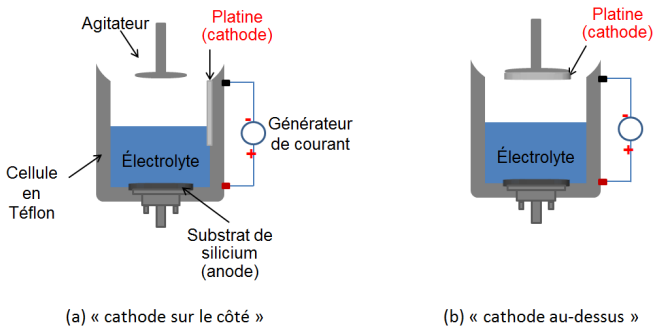


FIGURE 4.6 – Schéma de la cellule d'anodisation électrochimique en configuration (a) "cathode sur le côté" et "cathode au-dessus".

Un agitateur est placé au-dessus du substrat de silicium afin de renouveler l'électrolyte au contact du substrat de silicium au cours de l'anodisation électrochimique.

Le substrat est mis en contact avec l'électrolyte à travers un masque d'anodisation électrochimique. Deux masques sont disponibles et représentés sur la figure 4.7 ; l'un ayant une ouverture de surface égale à 3,54 cm^2, l'autre égale à 11 cm^2.

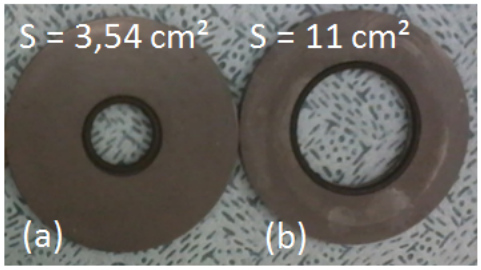


FIGURE 4.7 – Photographies de masques d'ouverture de surface égale à : 3,54 cm^2 (a) et 11 cm^2. (b)

L'électrolyte est constitué d'une solution aqueuse d'acide fluorhydrique et d'éthanol dans les proportions volumiques suivantes : HF (50 %) - eau - éthanol : 2 - 1 - 2. La concentration en acide fluorhydrique obtenue est alors de 20 %.

A la fin de l'anodisation électrochimique, les échantillons sont rincés à l'eau désionisée et séchés à l'azote.

Selon la position de l'électrode en platine, la couche poreuse est plus ou moins homogène en épaisseur et en porosité. En plaçant l'électrode parallèlement au substrat, la zone homogène est plus grande que lorsque l'électrode est placée sur le côté, comme l'illustre la figure 4.8.

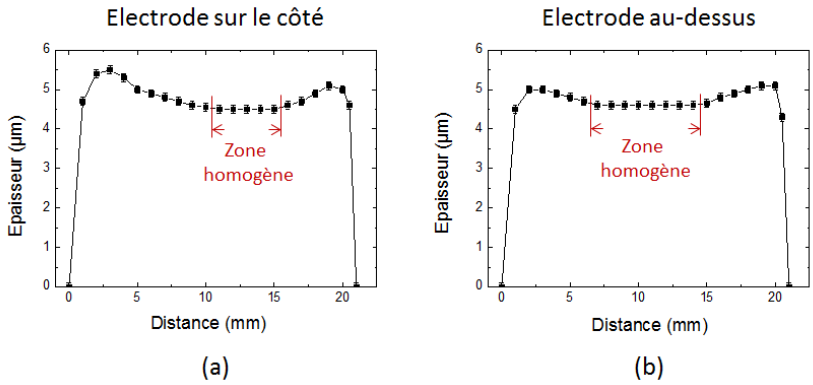


FIGURE 4.8 – Profils d'épaisseur de la couche poreuse pour une ouverture de masque de 3.54 cm^2 en fonction de la position de l'électrode (a) sur le côté et (b) au-dessus, à 1 cm du substrat, pour une ouverture de 3,54 cm^2.

Celle-ci est encore plus importante lorsque l'ouverture du masque utilisé a une surface de 11 cm^2. La zone homogène est estimée à 20 % quelque soit la surface de l'ouverture utilisée.

La position de l'électrode influe sur les lignes de courant et donc sur l'homogénéité de la porosité, de la vitesse d'anodisation et de l'épaisseur de la couche de silicium poreux. Il convient donc d'étalonner la porosité et l'épaisseur de la couche de silicium poreux formée dès lors que la configuration de l'électrode est modifiée.

4.2.1.1 Paramètres expérimentaux - configuration électrode "sur le côté"

Dans les études précédant ces travaux, l'électrode était placée en configuration "sur le côté". Afin d'augmenter et de centrer la zone homogène, la configuration "au-dessus" a été adoptée au cours de la thèse. Ainsi, comme nous le verrons, des premiers micro-résonateurs en silice poreuse sont réalisés dans la configuration "sur le côté" avec des indices de réfraction bien connus.

Pour la réalisation de guides d'onde, deux couches sont nécessaires, l'une constituant la couche de cœur et l'autre la couche de confinement inférieur. Ainsi nous donnons ci-après dans le tableau 4.2 les conditions expérimentales et les indices de réfraction de chacune des couches.

Tableau 4.2 – Paramètres d'anodisation électrochimique et caractéristiques des couches de silicium poreux étudiées - configuration "sur le côté".

Densité de courant J (mA/cm^2)	Durée t (s)	Épaisseur e (μm)	Vitesse v (nm/s)	Porosité p (%)	Indice de réfraction n
50	130	4,4 ± 0,1	34 ± 1	62 ± 2	1,78 ± 0,06
100	90	5,4 ± 0,1	60 ± 1	74 ± 2	1,53 ± 0,06

Ces couches sont ensuite totalement oxydées dans un four Pyrox à chauffage par effet Joule. L'oxydation des couches de silicium poreux réalisées se déroule en deux étapes :

— une pré-oxydation à 300°C pendant une heure, permettant de stabiliser la structure.
— une oxydation à 960°C pendant une heure et demie afin d'obtenir de la silice poreuse.

Les différentes étapes d'oxydation sont effectuées dans un four dans lequel circule de l'oxygène et qui comprend cinq zones chauffantes contrôlées chacune par un thermocouple. Les échantillons sont placés dans un tube en quartz systématiquement dans la même zone. La température de cette zone est commandée par un programmateur de consigne. Le système de régulation permet de définir des paliers et des rampes de température jusqu'à 960°C avec une précision de ± 5°C.

Au terme de l'oxydation thermique, nous obtenons des couches de silice poreuse. Le tableau 4.3 résume les caractéristiques finales des couches poreuses.

Tableau 4.3 – Paramètres d'anodisation électrochimique et caractéristiques des couches de silice poreuse étudiées.

Densité de courant J (mA/cm^2)	Épaisseur e (μm)	Porosité p (%)	Indice de réfraction n
50	6 ± 0,1	32 ± 2	1,30 ± 0,01
100	4,9 ± 0,1	50 ± 2	1,22 ± 0,01

La mise au point de la réalisation technologique des guides d'onde ridges en silice poreuse constituant le micro-résonateur sera effectuée dans la suite à partir de ces deux couches poreuses bien définies.

4.2.1.2 Paramètres expérimentaux - configuration électrode "au-dessus"

La nouvelle configuration "au-dessus" a été utilisée au cours de la thèse après la mise au point du procédé technologique afin d'obtenir une zone homogène plus centrée et plus grande. Par ailleurs, dans le but de déterminer la gamme d'indice qu'il est possible d'obtenir à partir de la nouvelle configuration d'électrode, différentes densités de courant et différents traitements thermiques nécessaires à la stabilisation du silicium poreux et engendrant une oxydation partielle ou totale des couches poreuses ont été étudiées.

Cette nouvelle configuration a nécessité le ré-étalonnage des indices de réfraction des mono-couches.

Ainsi, des densités de courant de 30, 50, 70 et 100 mA/cm^2 sont étudiées avec une durée d'anodisation paramétrée de façon à obtenir des mono-couches poreuses autour de 2 ou 5 μm d'épaisseur.

Ces échantillons sont ensuite soumis à différents traitements thermiques répertoriés dans le tableau 4.4. Comme nous l'avons vu, il est important d'effectuer une première étape de pré-oxydation à 300°C pendant une heure afin de stabiliser la couche poreuse ; aussi, tous les traitements étudiés comportent cette étape 1. La seconde étape d'oxydation, hormis le traitement n°1, se réalise quant à elle à plus haute température variant de 500 à 960°C, soit sous air, soit sous oxygène.

Tableau 4.4 – Les étapes des différents traitements thermiques d'oxydation.

Traitement n°	1		2		3		4		5		6	
Etape n°	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
Température T (°C)	300	-	300	500	300	750	300	750	300	850	300	960
Temps (min)	60	-	60	5	60	5	60	5	60	5	60	90
Milieu	Air		Air		Air		Oxygène		Air		Oxygène	

4.2.2 Caractérisation de l'indice de mono-couches poreuses en configuration "au-dessus"

Pour la réalisation de guides d'onde optiques, il est primordial de connaître les indices de réfraction des couches le composant. Dans le cas du silicium poreux, il est notamment important de relier les conditions d'anodisation à l'indice de réfraction de la couche poreuse obtenue. Dans cet objectif, les mono-couches de silicium poreux réalisées avec les conditions d'anodisation et de traitement thermique définies dans les tableaux 4.2 et 4.4 sont analysées par réflectométrie et par microscopie électronique à balayage afin de déterminer leurs caractéristiques (indice de réfraction notamment et épaisseur).

Nous présentons ci-après la méthode utilisée puis les résultats obtenus.

4.2.2.1 Méthode de détermination de l'indice de réfraction

Les spectres de réflectance sont étudiés au moyen d'un appareillage à fibre optique permettant d'exciter normalement l'échantillon et de collecter la lumière réfléchie et d'un spectromètre à haute vitesse de balayage "Ocean optics HR 400". Deux systèmes, composés d'une lampe halogène et d'un monochromateur, sont disponibles et permettent de travailler l'un, dans la gamme 200-1100 nm et l'autre dans la gamme 900-2100 nm. En variant la longueur d'onde de la lumière incidente, un spectre de réflectance est obtenu ; il est constitué de franges d'interférence dues aux réflexions aux interfaces [air - couche poreuse] et [couche poreuse - substrat]. A noter que ces mesures de réflectométrie sont effectuées au centre de l'échantillon et donc dans la zone homogène.

Le principe de la spectrométrie en incidence normale est schématisé sur la figure 4.9 [200].

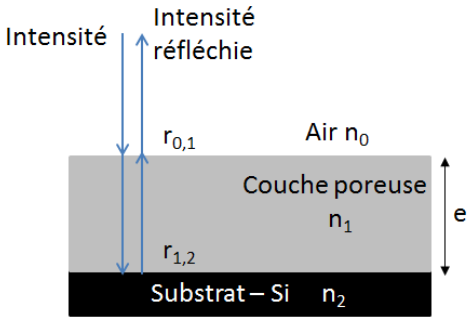


FIGURE 4.9 – Schéma du principe de la spectrométrie en incidence normale utilisée sur une couche de silicium poreux élaborée sur un substrat de silicium.

La méthode de détermination de l'indice de réfraction de la couche poreuse est basée sur la modélisation d'un spectre de réflectance utilisant le modèle de Bruggeman [279]. Ce modèle permet de déduire l'indice de réfraction d'un milieu effectif composé de plusieurs milieux différents. Ce spectre théorique calculé est ajusté alors au spectre expérimental en paramétrant l'indice et l'épaisseur de la couche.

Rappelons ci-après la relation de la réflectance R d'une mono-couche d'indice de réfraction n_1 et d'épaisseur e séparant l'air, d'indice n_0, et le substrat de silicium, d'indice n_2 conforme à la figure 4.9 :

$$R = \left| \frac{r_{0,1} + r_{1,2} exp(i\phi)}{1 + r_{0,1} r_{1,2} exp(i\phi)} \right|^2 \tag{4.2}$$

avec ϕ le déphasage entre deux rayons successifs :

$$\phi = \frac{4\pi}{\lambda} e\, n_1 \tag{4.3}$$

et avec $r_{0,1}$ et $r_{1,2}$ les coefficients de réflexion, respectivement à l'interface air - couche poreuse et couche poreuse - substrat, qui sont donnés par les relations suivantes :

$$r_{0,1} = \frac{1 - n_1}{1 + n_1}, \quad r_{1,2} = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \tag{4.4}$$

La réflectance peut être donc calculée connaissant l'indice de réfraction des différentes couches ainsi que l'épaisseur e de la couche poreuse.

L'épaisseur des couches est mesurée au MEB : l'échantillon est clivé et l'observation de la couche poreuse s'effectue sur la tranche, au centre dans la zone homogène.

L'indice de réfraction de la couche poreuse est quant à lui calculé en fonction de la longueur d'onde en utilisant le modèle de Bruggeman qui prend en compte les différents milieux constituant la couche poreuse (air, silicium, silice) et leurs fractions volumiques.

Dans ce modèle, les indices n_i des différents constituants i de la couche sont reliés à leur fractions volumiques C_i par la relation suivante :

$$\sum_i C_i \frac{\epsilon_i - \epsilon}{\epsilon_i + 2\epsilon} = 0 \tag{4.5}$$

avec $\epsilon_i = n_i^2$, la permittivité relative du milieu i et $\epsilon = n^2$, la permittivité relative du milieu effectif et n, l'indice du milieu effectif appelé indice effectif. La somme des fractions volumiques $\sum_i C_i$ est égale à 1.

Nous avons trois types d'échantillons à étudier et pour chaque type d'échantillon, la méthode de Bruggeman est adaptée.

- juste après anodisation électrochimique : constituants i = air et silicium
- après traitement thermique d'oxydation partielle : constituants i = air, silicium et silice
- après traitement thermique d'oxydation totale : constituants i = air et silice

Juste après anodisation électrochimique Tout d'abord, la méthode est appliquée aux mono-couches juste après anodisation électrochimique de manière à n'avoir qu'une seule inconnue dans l'ajustement du spectre de réflectance théorique au spectre expérimental, l'épaisseur étant connue (mesurée par MEB).

A ce stade, nous avons :

$$C_{air_i}\frac{\epsilon_{air}-\epsilon}{\epsilon_{air}+2\epsilon}+C_{Si_i}\frac{\epsilon_{Si}-\epsilon}{\epsilon_{Si}+2\epsilon}=0 \tag{4.6}$$

où ϵ_{air} et ϵ_{Si} sont respectivement les permittivités relatives de l'air et du silicium . C_{air_i} et C_{Si_i} sont respectivement les fractions volumiques initiales de l'air (porosité) et de silicium, avec $C_{air_i} + C_{Si_i} = 1$. Notons que C_{air_i} correspond à la porosité initiale notée p, ainsi :

$$p = C_{air_i} = (1 - C_{Si_i})$$

où p constitue donc la seule inconnue.

ϵ peut être calculé à partir de la relation de Bruggeman à partir de la valeur de la porosité initiale qui permet d'ajuster le spectre calculé au spectre expérimental. Nous pouvons ainsi connaitre par cette méthode la valeur de l'indice de la couche à 1550 nm.

Après oxydation partielle Pour des échantillons de silicium poreux oxydés partiellement, l'équation de Bruggeman devient :

$$C_{air_f}\frac{\epsilon_{air}-\epsilon}{\epsilon_{air}+2\epsilon}+C_{Si_f}\frac{\epsilon_{Si}-\epsilon}{\epsilon_{Si}+2\epsilon}+C_{SiO_{2_f}}\frac{\epsilon_{SiO_2}-\epsilon}{\epsilon_{SiO_2}+2\epsilon}=0 \tag{4.7}$$

où ϵ_{air}, ϵ_{Si} et ϵ_{SiO_2} sont respectivement les permittivités relatives de l'air, du silicium et de la silice. C_{air_f}, C_{Si_f} et $C_{SiO_{2_f}}$ sont respectivement les fractions volumiques de l'air, du silicium et de la silice après oxydation thermique, avec $C_{air_f} + C_{Si_f} + C_{SiO_{2_f}} = 1$.

Pendant l'oxydation, une fraction de silicium est transformée en silice ; elle est notée C. Ainsi, après oxydation partielle, la fraction volumique finale C_{Si_f} de silicium vaut C_{Si_i} - C. Nous notons τ_{ox} le taux d'oxydation égal au rapport C/C_{Si_i}.

Par ailleurs, lors de la transformation du silicium en silice, le taux d'expansion de celle-ci, qui équivaut à une augmentation de volume de 2,27, doit être prise en compte. Cette expansion comble le vide des pores. La fraction de silice $C_{SiO_{2f}}$ est alors égale à 2,27C. La fraction volumique d'air C_{air_i} (soit la porosité initiale) diminue donc d'une quantité de 1,27C. L'équation de Bruggeman s'écrit alors :

$$(C_{air_i}-1,27C)\frac{\epsilon_{air}-\epsilon}{\epsilon_{air}+2\epsilon}+(C_{Si_i}-C)\frac{\epsilon_{Si}-\epsilon}{\epsilon_{Si}+2\epsilon}+2,27C\frac{\epsilon_{SiO_2}-\epsilon}{\epsilon_{SiO_2}+2\epsilon}=0 \tag{4.8}$$

où C varie entre 0 et C_{Si_i}.

Dans ce cas, la porosité initiale étant connue à l'étape précédente, le seul paramètre étudié pour le calcul de l'indice est C, la fraction de silicium qui s'oxyde et qui est reliée au taux d'oxydation $\tau_{ox} = C/C_{Si_i} = C/(1 - p)$. Ainsi le spectre de réflectance est ajusté au spectre expérimental en paramétrant uniquement C ou τ_{ox}, l'épaisseur étant connue par ailleurs et p ayant été déterminé précédemment. L'indice à 1550 nm de la couche partiellement oxydée peut donc être déterminé facilement en utilisant l'équation de Bruggeman.

Après oxydation totale Pour des échantillons de silicium poreux oxydés totalement ($C = C_{Si_i}$), la relation devient :

$$C_{air_f}\frac{\epsilon_{air}-\epsilon}{\epsilon_{air}+2\epsilon}+C_{SiO_{2f}}\frac{\epsilon_{SiO_2}-\epsilon}{\epsilon_{SiO_2}+2\epsilon}=0 \tag{4.9}$$

avec $C_{air_f}+C_{SiO_{2f}}=1$.

Le seul paramètre inconnu est C_{air_f} qui correspond à la porosité finale, $C_{SiO_{2f}}$ étant égale à $1-C_{air_f}$.

Là encore, le spectre de réflectance théorique est ajusté au spectre expérimental en paramétrant uniquement C_{air_f}. L'indice de la couche de silice poreuse à 1550 nm peut donc être déduite de l'équation de Bruggeman correspondante.

Infiltration d'eau dans les pores pour l'application capteur Afin d'étudier ultérieurement les micro-résonateurs en tant que capteur, de l'eau seule ou avec une certaine concentration de glucose solubilisé sera introduite dans les pores des couches poreuses traitées thermiquement. Nous supposerons une infiltration totale ; aussi l'indice de réfraction à 1550 nm de ces couches poreuses infiltrées d'eau, peut alors être obtenu en remplaçant, dans la relation de Bruggeman, ϵ_{air} par ϵ_{eau}, les fractions volumiques d'air et d'eau étant égales.

$$(C_{air_i}-1,27C)\frac{\epsilon_{eau}-\epsilon}{\epsilon_{eau}+2\epsilon}+(C_{Si_i}-C)\frac{\epsilon_{Si}-\epsilon}{\epsilon_{Si}+2\epsilon}+2,27C\frac{\epsilon_{SiO_2}-\epsilon}{\epsilon_{SiO_2}+2\epsilon}=0 \tag{4.10}$$

avec $C_{eau}+C_{Si_f}+C_{SiO_{2_f}}=1$.

Exemple de spectre ajusté La figure 4.10 présente un exemple d'ajustement d'un spectre théorique à un spectre expérimental.

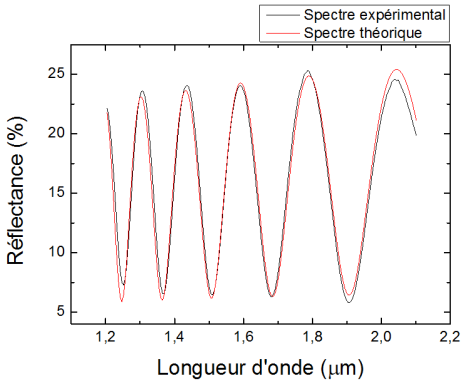


FIGURE 4.10 – Exemple de spectres de réflectance expérimental et théorique d'une couche de silicium poreux non oxydé de porosité 77 % et d'épaisseur de 5,12 μm sur la gamme de longueur d'onde 1,2-2,1 μm.

Pour obtenir une meilleure précision sur l'ajustement du spectre théorique avec le spectre expérimental, le nombre de franges d'interférences doit être suffisamment élevé. Le nombre de franges augmente avec l'épaisseur de la mono-couche. Nous avons donc décidé de réaliser des couches autour de 5 μm d'épaisseur pour l'étude.

4.2.2.2 Indices de réfraction avant traitement thermique des mono-couches poreuses

Les différents paramètres de fabrication et les caractéristiques obtenues (porosité, indice et épaisseur) des mono-couches juste après anodisation électrochimique sont répertoriées dans le tableau 4.5. La vitesse d'anodisation en est déduite et est reportée également dans le tableau. Il est en effet important de connaître la vitesse d'anodisation pour chaque densité de courant afin de pouvoir ajuster la durée d'anodisation à chaque épaisseur souhaitée ; car pour la fabrication de guides d'onde en silicium poreux, si la largeur est fixée par le masque photolithographique, en revanche la hauteur du guide d'onde est fixée par la durée d'anodisation paramétrée par la connaissance de cette vitesse d'anodisation.

Tableau 4.5 – Caractéristiques des différentes mono-couches étudiées pour une épaisseur visée de 5 μm

Densité de courant J (mA/cm^2)	Durée d'anodisation t (s)	Epaisseur e (μm)	Vitesse d'anodisation v (nm/s)	Porosité p (%)	Indice de réfraction n
30	234	5,0 ± 0,1	22 ± 1	62 ± 2	1,80 ± 0,06
50	162	5,0 ± 0,1	31 ± 1	67 ± 2	1,63 ± 0,06
70	128	5,2 ± 0,1	41 ± 1	71 ± 2	1,53 ± 0,06
100	93	5,0 ± 0,1	54 ± 1	80 ± 2	1,32 ± 0,04

La vitesse d'anodisation est représentée en fonction de la densité de courant sur la figure 4.11. Nous pouvons constater que la vitesse d'anodisation augmente linéairement avec la densité de courant dans le domaine étudié.

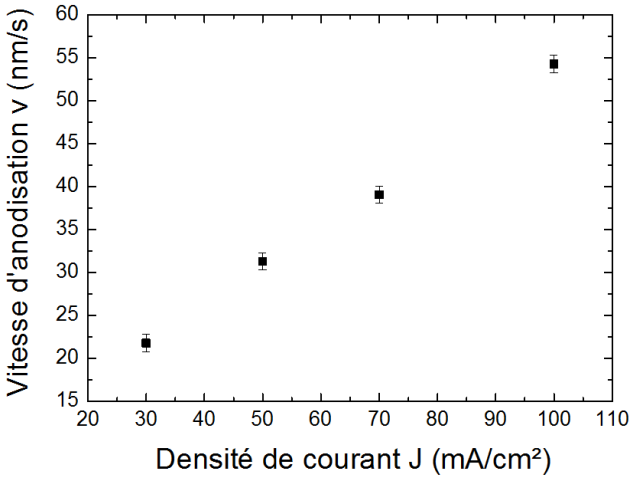


FIGURE 4.11 – Vitesse d'anodisation v en fonction de la densité de courant J.

En analysant les valeurs du tableau 4.5, nous pouvons voir que la porosité et, par conséquent, l'indice de réfraction des mono-couches dépendent, comme prévu, de la densité de courant appliquée. La figure 4.12 représente la porosité p des mono-couches en fonction de la densité de courant J appliquée.

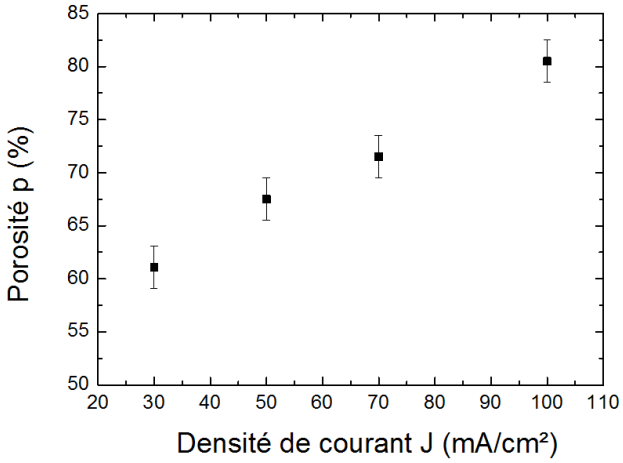


FIGURE 4.12 – Porosité p en fonction de la densité de courant J.

Là encore, nous observons une évolution linéaire de la porosité en fonction de la densité de courant dans le domaine étudié. Les couches obtenues sont d'autant plus poreuses que la densité de courant appliquée est élevée. Ainsi, la couche de cœur, qui doit posséder un indice de réfraction plus élevé que la couche de confinement inférieure, est donc moins poreuse que cette dernière. Ainsi la densité de courant appliquée doit donc être plus faible pour la formation de cette couche.

L'étude des caractéristiques des couches poreuses avec la nouvelle configuration de la cellule d'électrolyse se fait sur des mono-couches poreuses de 5 μm d'épaisseur afin d'obtenir un nombre important de franges sur les spectres de réflectance. Cependant, les guides d'onde que nous voulons réaliser ont des hauteurs inférieures à 5 μm. C'est pourquoi nous avons voulu vérifier que la durée d'anodisation ne modifiait pas la porosité et l'indice de réfraction des mono-couches. Pour cela, nous appliquons les mêmes densités de courant pour une durée d'anodisation différente paramétrée de façon à obtenir des mono-couches de 2 μm d'épaisseur. Les différents paramètres de fabrication et les caractéristiques obtenues des mono-couches sont répertoriées dans le tableau 4.5.

Tableau 4.6 – Caractéristiques des différentes mono-couches étudiées pour une épaisseur visée de 2 μm

Densité de courant J (mA/cm²)	Durée d'anodisation t (s)	Epaisseur e (μm)	Vitesse d'anodisation v (nm/s)	Porosité p (%)	Indice de réfraction n
30	100	2,2 ± 0,1	22 ± 1	61 ± 2	1,81 ± 0,06
50	60	1,9 ± 0,1	31 ± 1	68 ± 2	1,63 ± 0,06
70	45	1,8 ± 0,1	39 ± 1	72 ± 2	1,52 ± 0,06
100	40	2,2 ± 0,1	54 ± 1	81 ± 2	1,31 ± 0,04

La figure 4.13 représente les indices de réfraction des couches d'épaisseur visée de 2 et 5 μm de silicium poreux avant traitement thermique en fonction de la densité de courant.

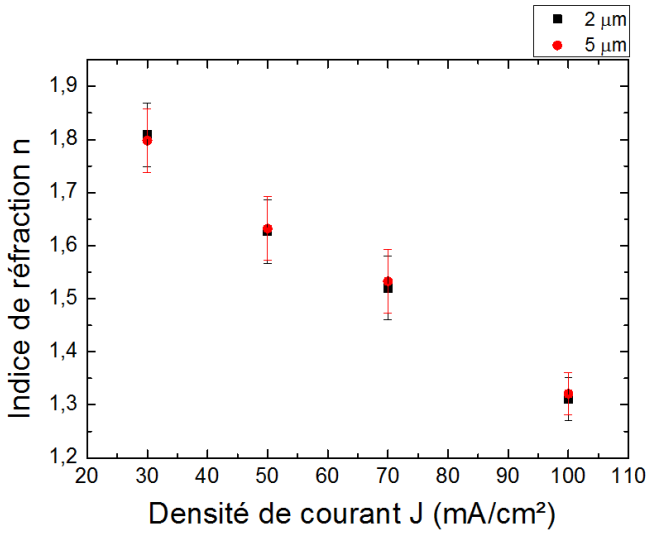


FIGURE 4.13 – Indice de réfraction n en fonction de la densité de courant J pour des mono-couches d'épaisseur visée de 2 et 5 μm de sliclium poreux avant traitement thermique.

Comme prévu, la porosité évoluant à l'inverse de l'indice de réfraction, celui-ci diminue lorsque la densité de courant augmente. En comparant les indices obtenus pour les épaisseurs étudiées de 2 μm et 5 μm, nous constatons qu'ils sont équivalents. Nous obtenons bien les mêmes caractéristiques pour les deux mono-couches d'épaisseurs différentes. Nous pouvons donc faire l'étude des indices de réfraction pour des épaisseurs autour de 5 μm, afin de garder une bonne précision d'ajustement, et répercuter cette étude sur des guides d'onde de hauteur inférieure.

4.2.2.3 Indices de réfraction des mono-couches poreuses pour différents traitements thermiques

Un traitement thermique d'oxydation partielle ou totale et identifié dans le tableau 4.4 est ensuite effectué sur les mono-couches de silicium poreux obtenues avec des densités de courant différentes.

De la même façon que pour l'étude des mono-couches juste après réalisation, des mesures de réflectométrie sont ensuite effectuées au centre des échantillons afin d'en déduire le taux d'oxydation (ou la fraction volumique de silicium qui s'oxyde), la porosité finale et donc l'indice de réfraction des différentes couches.

L'épaisseur au centre de l'échantillon est quant à elle déterminée suite à des observations au microscope électronique à balayage.

Puis, pour l'application capteur, l'indice de réfraction prenant en considération la présence d'eau dans les pores, est déduit par le calcul par la relation de Bruggeman.

Le taux d'oxydation et la porosité sont tracés sur la figure 4.14 en fonction de la température maximale du traitement thermique appliqué pour une mono-couche de 50 mA/cm^2. Le comportement observé est similaire pour toutes les densités de courant étudiées.

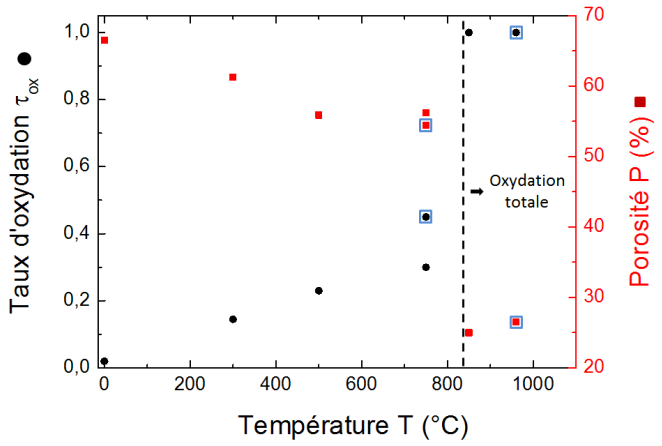


FIGURE 4.14 – Taux d'oxydation τ_{ox} et porosité p en fonction de la température maximale du traitement thermique d'oxydation appliqué. Les valeurs encadrées correspondent à un traitement thermique sous oxygène ; pour toutes les autres, le traitement thermique est effectué sous air.

Le taux d'oxydation des mono-couches augmente forcément avec la température tandis que la porosité de la couche poreuse diminue au profit de l'expansion de la silice. A partir de la température de 850°C, la mono-couche est oxydée totalement, le taux d'oxydation étant égal à 1.

La figure 4.15 représente les indices de réfraction obtenus pour différentes densités de courant et différents traitements thermiques pour un superstrat d'eau en vue de l'application de capteur. L'évolution est similaire pour un superstrat d'air.

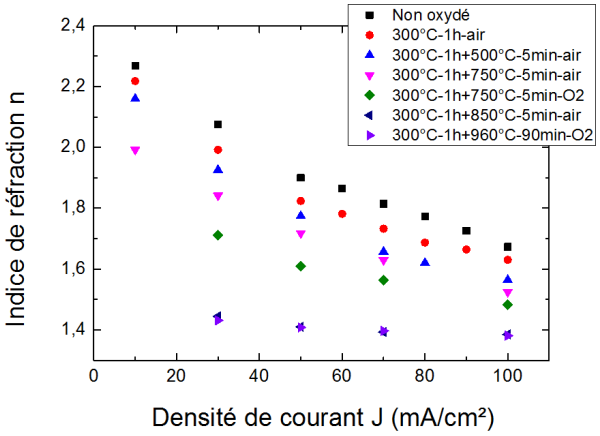


FIGURE 4.15 – Indice de réfraction n en fonction de la densité de courant J pour différents traitements thermiques pour un superstrat d'eau.

L'indice de réfraction diminue lorsque la densité de courant et la température appliquée augmentent. Nous retrouvons bien pour les deux derniers traitements thermiques des indices de réfraction similaires obtenus pour de la silice poreuse avec un léger décalage dû à la modification de la configuration de l'électrode. En choisissant un traitement thermique spécifique, il est possible de sélectionner une gamme d'indice de réfraction selon les

applications souhaitées allant de 1,2 à 2,15 pour un superstrat d'air et de 1,4 à 2,3 pour un superstrat d'eau.

4.3 Mise au point du procédé de fabrication d'un micro-résonateur en silice poreuse

Nous présentons dans cette partie la mise au point du procédé de fabrication d'un micro-résonateur en silice poreuse qui a été réalisé sur des couches poreuses obtenues avec la cellule électrolytique en configuration "électrode sur le côté", les indices étant, nous le rappelons, connus grâce à des études précédant ces travaux de thèse.

Afin de réaliser un micro-résonateur en silice poreuse à base de guides ridges, il faut dans un premier temps mettre au point le procédé de fabrication de ces guides d'onde. Pour les réaliser, nous avons choisi d'adapter le même procédé photolithographique utilisé pour la réalisation de micro-résonateurs en polymères. L'objectif est de réussir à obtenir, à partir de guides d'onde plans, des guides d'onde ridges séparés par un gap de 0,5 μm selon la figure 4.16.

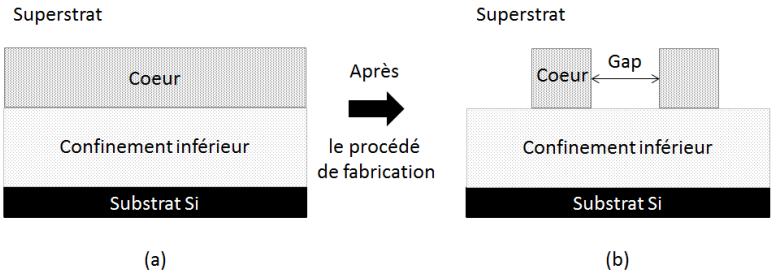


FIGURE 4.16 – Représentation d'un guide d'onde (a) plan et (b) ridge en silice poreuse.

Les guides plans sont constitués de 2 couches poreuses (la couche de cœur et la couche de confinement) dont les conditions d'élaboration sont données dans le tableau 4.2, ces couches subissant, avant d'être processées, un traitement thermique d'oxydation totale. Les guides ridges sont ensuite réalisés par photolithographie classique dont le procédé sera décrit dans la partie 4.3.2. Auparavant, pour réaliser un micro-résonateur, il est nécessaire de dimensionner le guide ridge afin qu'il puisse permettre une propagation monomodale de la lumière. Ainsi, avant la description de la mise au point technologique, nous présentons dans le paragraphe suivant le choix des dimensions du guide.

4.3.1 Taille des guides d'onde

Pour la mise au point des micro-résonateurs, nous allons caractériser optiquement les micro-résonateurs réalisés avec un superstrat d'air ; les indices pris en compte dans les calculs qui suivent sont ceux définis dans le tableau 4.3 après traitement thermique d'oxydation totale.

Nous devons déterminer la taille du guide d'onde afin de permettre le guidage monomodal à 1500 nm de la lumière au sein de ce guide. Plus précisément, la hauteur et la

largeur du guide d'onde doivent être définies en utilisant la méthode de l'indice effectif déjà décrite dans la partie 2.5.1.

La figure 4.17 représente les limites de propagation des 3 modes 00, 10 et 01 pour un superstrat d'air en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde. La zone sombre correspond aux dimensions (h et w) possibles pour obtenir une propagation mono-modale à 1550 nm.

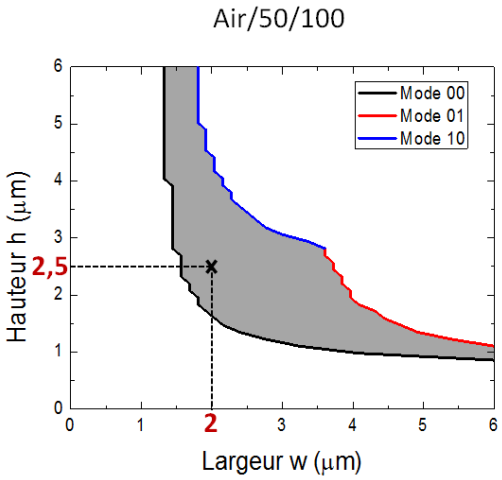


FIGURE 4.17 – Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde en silice poreuse pour un superstrat d'air à 1550 nm.

Le masque disponible au laboratoire Foton et utilisé pour réaliser des micro-résonateurs en polymères, permet de réaliser des guides d'onde de 1,5 μm de largeur. Cependant, pour cette largeur et pour un superstrat d'air, la hauteur nécessaire pour la propagation de la lumière est supérieure à 3 μm et est proche de la limite de propagation. Or, comme nous le verrons dans la suite, le procédé de fabrication ne permet pas de réaliser des guides d'onde avec des hauteurs supérieures à 2,5 μm.

Par ailleurs, afin de ne pas avoir des taux de couplage trop faibles, il ne faut pas privilégier de trop grandes largeurs de guides. Nous avons alors choisi une largeur de 2 μm. Un nouveau masque a dû être par conséquent réalisé.

Ainsi il est possible d'après la figure 4.17, dans le cas d'un superstrat d'air, d'obtenir la propagation mono-modale de la lumière à 1550 nm pour des hauteurs comprises entre 1,5 μm et 4 μm. Une hauteur de 2,5 μm est alors choisie.

Pour la couche de confinement inférieur, une épaisseur de 6 μm a été fixée afin d'éviter les pertes optiques dues aux fuites de la lumière dans le substrat d'indice de réfraction élevé.

Les indices effectifs de ces guides d'onde pour différentes longueurs d'onde comprises dans l'intervalle 1460 - 1600 nm, sont obtenus par la méthode de l'indice effectif pour un superstrat d'air.

La figure 4.18 représente l'indice effectif des guides d'onde en fonction de la longueur d'onde.

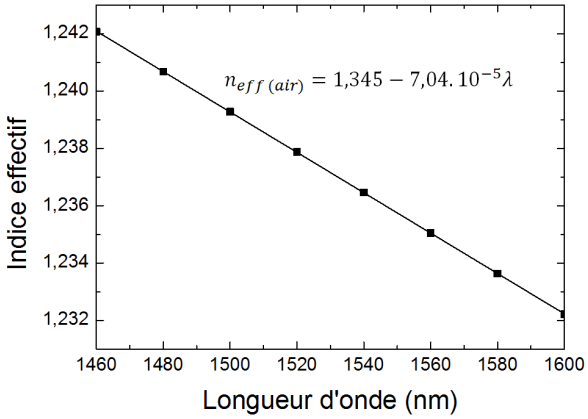


FIGURE 4.18 – Indice effectif d'un guide d'onde en silice poreuse Air/50/100/Si de dimensions 2,5 μm × 2 μm en fonction de la longueur d'onde.

L'indice effectif s'exprime alors en fonction de la longueur d'onde selon la relation suivante :

$$n_{eff_{air}} = 1,345 - 7,04.10^{-5}\lambda \tag{4.11}$$

L'indice de groupe est déduit de cette relation et vaut 1,345.

4.3.2 Réalisation technologique

Comme nous l'avons vu précédemment, un nouveau masque avec des largeurs de 2 μm est utilisé pour réaliser des micro-résonateurs en silice poreuse.

Pour obtenir une grande gamme de taux de couplage possibles et ainsi espérer obtenir un couplage critique qui diffère selon les pertes optiques obtenues, nous avons étudié différentes longueurs de couplage et différents gaps entre les deux guides d'onde. Par ailleurs, les rayons des micro-résonateurs ont été choisis dans le but d'obtenir des intervalles spectraux libres élevés entre 2,3 et 8,2 μm.

Les micro-résonateurs étudiés et inscrits sur le nouveau masque photolithographique sont alors des micro-résonateurs en forme d'hippodrome avec des rayons de 25 μm, 50 μm et 100 μm et des longueurs de couplage variant de 30 à 70 μm. Les gaps varient de 0,5 à 1 μm par pas de 0,1 μm.

Pour réaliser des guides d'onde ridges en silice poreuse, la technologie classique de photolithographie UV est utilisée. Les étapes sont identiques à celles réalisées pour la fabrication de micro-résonateurs en matériaux polymères hormis la contrainte d'avoir maintenant un matériau poreux.

Une première étape consiste à déposer la résine photosensible sur les couches poreuses puis à l'insoler et la développer. La gravure des matériaux pour la réalisation des guides d'onde ridges constitue la deuxième étape.

Dans un premier temps, des bi-couches constituées des couches de confinement inférieur et de cœur ont été réalisées. Cependant, nous avons remarqué l'infiltration de la résine dans les pores de la première couche de cœur.

Pour empêcher cette infiltration de résine à l'intérieur des couches poreuses, une couche de très faible porosité et appelée barrière technologique, a été réalisée au-dessus des couches composant le guide d'onde.
Des spectres de réflectance sont mesurés sur une mono-couche de très faible porosité avant le dépôt de la résine et après le développement de celle-ci. Sur la figure 4.19, les deux spectres coïncident montrant que la résine ne s'est pas infiltrée dans les pores.

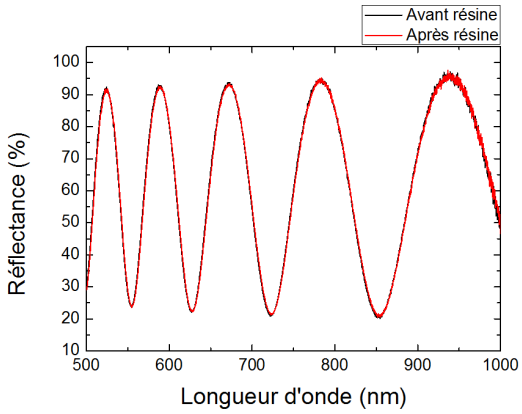


FIGURE 4.19 – Spectres de réflectance d'une couche poreuse appelée barrière technologique, avant et après y avoir déposé de la résine.

Cette couche barrière est gravée ultérieurement à la fin des étapes de photolithographie.

4.3.2.1 Photolithographie

La résine photosensible utilisée lors de ces travaux est la S1805 qui est diluée avec de l'acétone (3 ml de résine pour 10 ml d'acétone). Cette résine a été préférée à la SPR-700, utilisée dans le cadre des matériaux polymères, pour sa résistance à la puissance ICP (de l'anglais *Inductively Coupled Plasma*) ajoutée lors de l'étape de gravure que nous allons détailler dans la suite. La solution est filtrée à 0,2 μm avec un filtre en PTFE avant d'être déposée sur les couches de silicium poreux. Pour obtenir une bonne adhérence entre la résine et la couche poreuse, un promoteur d'adhérence l'hexaméthyldisilazane (HDMS) est d'abord déposé.

Les résines photosensibles sont caractérisées par un facteur d'aspect défini par le rapport entre la résolution latérale et l'épaisseur de la résine déposée. Ce facteur étant égal à 1, les conditions de *spin-coating* sont paramétrées de façon à obtenir une épaisseur de résine de 500 nm permettant d'obtenir un gap de 0,5 μm. Les différents paramètres utilisés pour le dépôt à la tournette de la résine S1805 sont reportés dans le tableau 4.7.

Tableau 4.7 – Paramètres de dépôt à la tournette de la résine S1805

Paramètres	Valeurs
Vitesse ($tr.min^{-1}$)	4000
Accélération ($tr.min^{-1}.s^{-1}$)	1000
Temps (s)	10

La résine est ensuite insolée aux rayonnements UV. Ce procédé commence par un recuit de l'échantillon sur plaque chauffante à 115°C pendant 75 secondes pour évaporer le solvant et réticuler la couche de résine.

L'aligneur MJB4 est utilisé pour plaquer, sous vide, la résine et le masque. La résine S1805 est ensuite exposée aux rayons UV pendant 4 secondes avec une puissance de 14 mW/cm^2.

Lors de la dernière étape, la résine est plongée 60 secondes dans le développeur afin de révéler les motifs inscrits par le biais de l'insolation. Pour clore l'étape de développement, la structure est rincée à l'eau désionisée pendant 45 secondes pour nettoyer toute trace de solvant et de résine résiduelle.

4.3.2.2 La gravure RIE

L'étape de photolithographie est un procédé classique connu au laboratoire Foton ; en revanche, la gravure de guides ridges en silice poreuse n'a jamais été réalisée. Il a donc été nécessaire de mettre en place le procédé de gravure. L'objectif de ce procédé de gravure est d'obtenir in fine une gravure anisotrope, avec une forte sélectivité afin d'obtenir des guides d'onde rectangulaires et d'atteindre de fortes résolutions pour la réalisation de petits gaps (au moins de 0,5 μm).

Pour cette étude, trois paramètres de gravure sont utilisés et étudiés : la vitesse de gravure v_g, la sélectivité S_{gv} et le taux d'anisotropie A.

La vitesse de gravure verticale est donnée par la relation suivante :

$$v_g = \frac{\text{profondeur gravée}}{\text{temps de gravure}} \tag{4.12}$$

Dans notre étude, la profondeur gravée s'exprime en nanomètre (nm) et le temps de gravure en minute (min).

La sélectivité de gravure S_{gv} est définie par le rapport entre les vitesses de gravure de la couche à graver v_{gv}, ici le cœur du guide d'onde, et celle de la couche de protection v_r, ici la résine S1805 :

$$S_{gv} = \frac{v_{gv}}{v_r} \tag{4.13}$$

La couche de cœur, par son caractère poreux, devant se graver plus vite que la résine, la sélectivité doit donc être supérieure à 1. L'épaisseur de la résine photosensible étant limitée et fixée à 500 nm contrairement à l'épaisseur de la couche de cœur, cette dernière peut alors être déterminée par la sélectivité de gravure obtenue. Afin d'obtenir la plus grande

gamme possible de hauteur pour le guide d'onde, l'objectif est d'obtenir la sélectivité S_{gv} la plus élevée possible.

L'anisotropie de la gravure peut être exprimée par un taux d'anisotropie A exprimé par la relation suivante :

$$A = 1 - \frac{v_l}{v_g} \tag{4.14}$$

avec v_g la gravure verticale et v_l la gravure latérale.

Un guide d'onde ridge est bien rectangulaire lorsque le taux d'anisotropie est égal à 1, ce qui correspond à une vitesse de gravure latérale nulle (figure 4.20a). Lorsque la vitesse de gravure verticale et latérale sont identiques, le degré d'anisotropie est égal à 0, ce qui correspond à une gravure isotrope (figure 4.20b). Dans le cas d'une gravure RIE, la gravure est à la fois d'ordre chimique et physique. La gravure chimique est généralement isotrope et la gravure physique au contraire est anisotrope. Pour obtenir un degré d'anisotropie proche de 1, un compromis doit être trouvé entre les gravures chimiques et physiques.

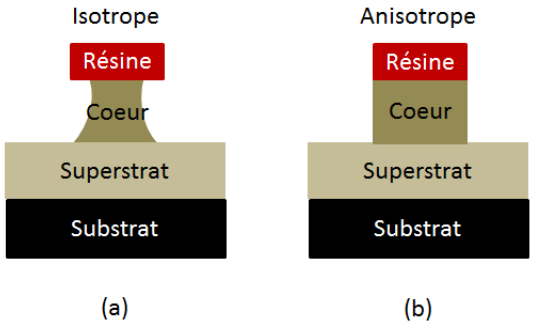


FIGURE 4.20 – Représentation d'un guide d'onde avec un degré d'anisotropie (a) A = 0 et (b) A = 1.

Les paramètres de la gravure RIE, à savoir le choix des gaz, la pression et la puissance du plasma, sont choisis pour obtenir une gravure anisotrope avec une sélectivité élevée.

Choix des gaz Afin de graver la silice, nous avons choisi d'utiliser le Trifluorométhane CHF_3 comme gaz de gravure. Des essais avec l'hexafluorure de soufre (SF_6) ainsi qu'une combinaison de ces deux gaz ont été réalisés ; cependant, en présence de SF_6, la gravure présente une moins bonne anisotropie.

Débit et pression Le CHF_3 est utilisé avec un débit de 20 $cm^3.min^{-1}$. La valeur de ce débit n'influe pas sur la valeur de la sélectivité S_{gv}. Une pression faible de 5 mTorr dans l'enceinte, permettant d'obtenir des vitesses de gravure élevées, est choisie.

Puissance du plasma Le paramètre restant à déterminer est la puissance du plasma. Dans le bâti de gravure utilisé, une différence de potentiel en radio-fréquence (RF) est appliquée à l'échantillon à graver afin de créer le plasma et celui-ci peut être densifié par un système à induction ICP. Ces deux paramètres sont appelés puissance RF et puissance ICP et sont donnés en watt (W).

Nous avons commencé par appliquer une puissance RF seule de la même manière que la gravure réalisée sur des couches en polymères. Lorsque la puissance RF augmente, la vitesse de gravure de la résine augmente ainsi que celle de la couche de cœur.

Cependant, l'augmentation de vitesse est plus importante pour la résine, qui pour une augmentation de 25 W à 50 W de la puissance RF, voit sa vitesse de gravure augmenter d'un rapport 2,2 contrairement à 1,57 pour la vitesse de gravure du cœur. Si bien que lorsque la puissance RF augmente, la sélectivité diminue de 2,3 à 1,7.

La figure 4.21 représente une image MEB d'un guide d'onde en forme trapézoïdale différente de la forme rectangulaire attendue avec les dimensions visées de 2 μm de largeur et 2,5 μm de hauteur, réalisé avec une puissance RF sans ICP.

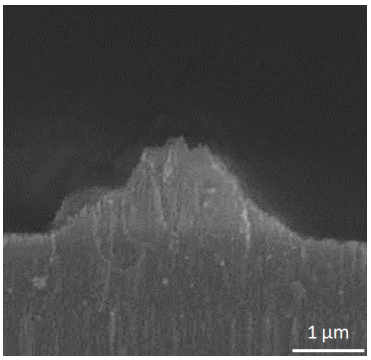


FIGURE 4.21 – Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF.

La résine est entièrement gravée avant que la couche de cœur le soit. Ainsi, sans la présence du masque de protection, la gravure devient totalement isotrope. La vitesse de gravure du cœur n'est pas suffisamment élevée. Pour augmenter cette vitesse, nous utilisons en plus la puissance ICP pour densifier le plasma.

Le tableau 4.8 répertorie les différentes vitesses de gravure obtenues pour différentes puissances RF et ICP, utilisées en même temps.

Tableau 4.8 – Vitesses de gravure de la résine et de la couche de coeur obtenues pour différentes valeurs de puissances RF et ICP

Puissance ICP (W)	200		400		500
Puissance RF (W)	25	50	25	50	20
Vitesse de gravure de la résine (nm/min)	60	130	55	140	50
Vitesse de gravure de la couche de coeur (nm/min)	140	220	230	433	250
Sélectivité S_{gv}	2,3	1,7	4,2	3,1	5

En augmentant la puissance ICP, pour une puissance RF constante, la vitesse de gravure de la résine reste inchangée mais celle du cœur augmente, et donc dans un même temps la sélectivité. Cette dernière est tracée en fonction du rapport des puissances ICP et RF sur la figure 4.22.

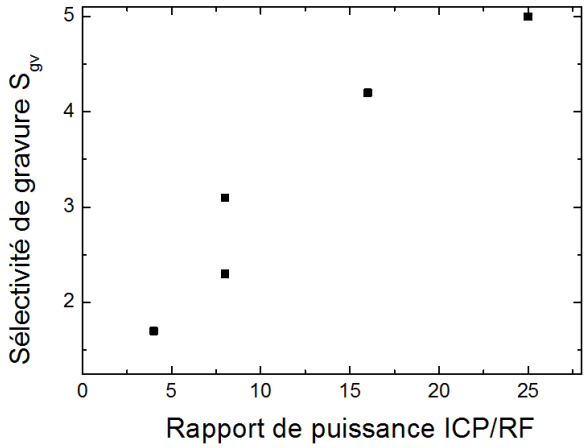


FIGURE 4.22 – Sélectivité S_{gv} en fonction du rapport des puissances ICP et RF du plasma.

Nous remarquons que la sélectivité croît lorsque le rapport entre la puissance ICP et la puissance RF augmente jusqu'à atteindre une sélectivité de 5 pour un rapport de 25 correspondant à une puissance ICP de 500 W et une puissance RF de 20 W. Nous remarquons aussi que pour un rapport identique de 8 nous obtenons une sélectivité différente car la sélectivité la plus élevée des deux est obtenue pour des puissances ICP et RF plus importantes.

La figure 4.23 représente une image MEB d'un guide d'onde, avec des dimensions visées de 2 μm de largeur et 2,5 μm de hauteur, réalisé avec une puissance RF de 20 W et une puissance ICP de 500 W.

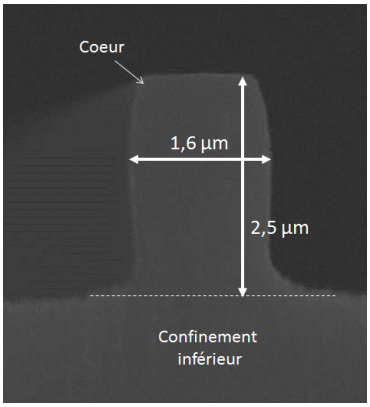


FIGURE 4.23 – Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF de 20 W et une puissance ICP de 500 W.

La sélectivité élevée de 5 permet d'obtenir la bonne hauteur de guide d'onde de 2,5 μm, cependant les flancs ne sont pas strictement droits mais légèrement courbés. De plus,

la largeur du guide d'onde n'est pas de 2 μm mais de 1,6 μm, correspondant à un taux d'anisotropie de 0,92. En effet, la puissance ICP favorise la gravure latérale. Nous avons donc décidé de diminuer la puissance ICP à 400 W et la puissance RF à 25 W pour une sélectivité de 4,2 selon le tableau 4.8.

La figure 4.24 représente une image MEB d'un guide d'onde, avec des dimensions visées de 2 μm de largeur et de 2,5 μm de hauteur, réalisé avec une puissance RF de 25 W et une puissance ICP de 400 W.

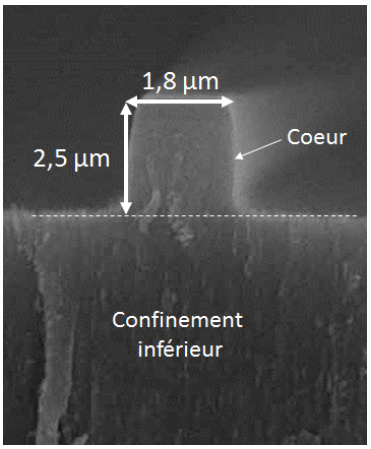


FIGURE 4.24 – Image MEB d'un guide d'onde en silice poreuse réalisé avec une puissance RF de 25 W et une puissance ICP de 400 W.

En diminuant la puissance ICP, la vitesse de gravure latérale est plus faible et nous obtenons une largeur de 1,8 μm plus proche de la largeur de 2 μm souhaitée, ce qui correspond à un taux d'anisotropie plus élevé de 0,96. Cette légère sur-gravure latérale induit une augmentation du gap entre le guide d'onde rectiligne et la cavité résonante.

Les dimensions obtenues permettent toujours, d'après la figure 4.17, théoriquement une propagation monomodale. De plus, l'augmentation du gap pourra être compensée par des longueurs de couplage plus élevées, jusqu'à 70 μm, prises en compte dans le nouveau masque.

4.3.3 Caractérisation structurale au Microscope Électronique à Balayage

Le micro-résonateur réalisé et caractérisé optiquement dans la suite est un micro-résonateur en forme d'hippodrome de rayon de 25 μm et de longueur de couplage L_c de 70 μm. La structure est observée au MEB en vue de dessus ; les images obtenues sont représentées sur la figure 4.25.

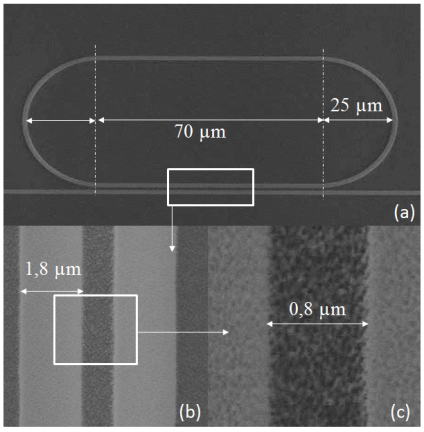


FIGURE 4.25 – Images MEB du micro-résonateur en forme d'hippodrome : vues de dessus à différents grossissements : (a) L'ensemble du micro-résonateur de rayon égal à 25 μm et de longueur de couplage égale à 70 μm, (b) et (c) la zone de couplage.

La vue de dessus de l'ensemble de la structure observée au MEB est donnée sur la figure 4.25a. À ce grossissement, le micro-résonateur est bien défini avec les dimensions visées. La séparation entre le guide droit rectiligne et la cavité résonante en forme d'hippodrome, constituant la région de couplage, a été bien réalisée sur une distance de 70 μm. Des images de la région de couplage sont réalisées avec un grossissement plus important et sont montrées sur les figures 4.25b et 4.25c. Le guide d'onde ridge poreux constitué du cœur qui possède une largeur de 1,8 $\pm$ 0,1 μm, paraît en gris clair, tandis que la couche poreuse de confinement inférieur apparaît en gris foncé. Sur la figure 4.25c, les pores sont visibles et ont de plus grandes dimensions pour la couche de confinement inférieur que pour la couche de cœur, en rapport avec leur porosités respectives : plus élevée pour la couche de confinement inférieur et moins élevée pour la couche de cœur. Par ailleurs, l'écart entre le guide d'onde rectiligne et le guide d'onde de la cavité résonante est de 0,8 $\pm$ 0,1 au lieu des 0,6 μm attendu. La distance de séparation réelle entre les deux guides d'onde est plus élevée que prévu, de 0,2 μm, en raison de la gravure latérale qui se produit lors du procédé de fabrication. Cette augmentation du gap pourrait entraîner un taux de couplage plus faible mais elle sera compensée comme on le verra ultérieurement, par la longueur de couplage de 70 μm.

4.3.4 Caractérisations optiques

Pour vérifier la bonne mise en place du procédé de fabrication, le micro-résonateur est caractérisé optiquement par la mesure de sa transmission spectrale.

Le banc optique utilisé, représenté sur la figure 4.26 est identique à celui utilisé pour les micro-résonateurs en polymères, mis à part un dispositif thermique ajouté au support de l'échantillon pour stabiliser en température les échantillons lors des acquisitions spectrales. En effet, nous avions constaté pour les micro-résonateurs des décalages de longueurs d'onde de résonance, que nous avions attribué aux bruits thermiques.

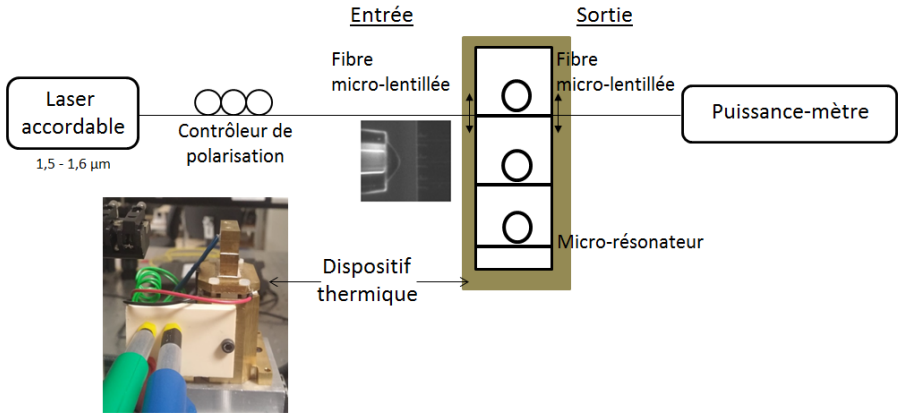


FIGURE 4.26 – Schéma du banc optique utilisé pour la caractérisation des micro-résonateurs.

Les caractéristiques (ISL, C, Q et F) du micro-résonateur sont déduites de la transmission spectrale expérimentale mesurée pour le mode TE. La figure 4.27 représente les transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur en silice poreuse Air/50/100/Si de rayon R = 25 μm et de longueur de couplage L_c = 70 μm et pour un gap = 0,8 μm sur une plage de longueur d'onde de 1548 à 1556 nm.

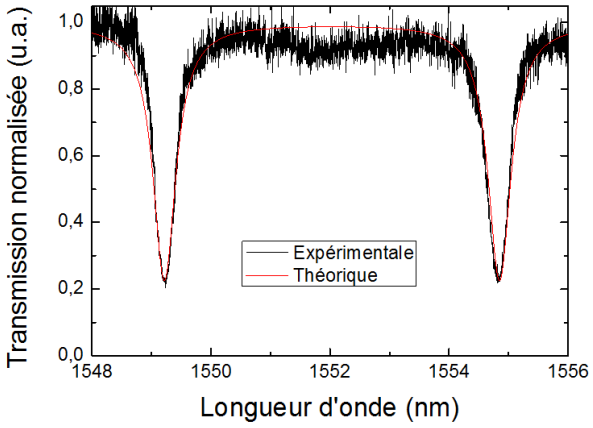


FIGURE 4.27 – Transmissions spectrales expérimentales et théoriques normalisées d'un micro-résonateur en silice poreuse Air/50/100/Si de rayon R = 25 μm et de longueur de couplage L_c = 70 μm et pour un gap = 0,8 μm sur une plage de longueur d'onde de 1548 - 1556 nm.

La transmission spectrale présente deux raies de résonance à environ 1549 et 1555 nm dans la gamme de longueur d'onde étudiée. La lumière se propage donc dans le guide d'onde ; de plus, il y a un couplage de la lumière qui s'effectue du guide d'onde rectiligne vers la cavité résonante. Cette expérience prouve bien que nous avons réussi à réaliser un micro-résonateur en silice poreuse à base de guides d'onde ridges. La transmission spectrale théorique calculée est ajustée à la transmission expérimentale mesurée afin de déterminer le taux de couplage κ^2, les pertes optiques α_{pertes} et l'indice de groupe n_g du micro-résonateur. Les paramètres ajustés et calculés sont répertoriés dans le tableau 4.9.

Tableau 4.9 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe.

	Gap 0,8 μm	
Paramètres	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	32,5	36,76
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	20,4	-
Indice de groupe n_g	1,396	1,345

Le taux de couplage obtenu par l'ajustement est un peu inférieur à celui calculé pour un gap de 0,8 μm ; la variation peut être attribuée à l'incertitude sur le gap et la porosité des couches poreuses.

L'indice de groupe est plus élevé que la valeur calculée. Cela peut être dû à la sur-gravure des guides ou à la rugosité importante sur ce type de matériau qui peuvent alors influer sur l'indice de groupe.

Les caractéristiques du micro-résonateur sont déduites de la transmission spectrale expérimentale et sont répertoriées dans le tableau 4.10 suivant :

Tableau 4.10 – Caractéristiques du micro-résonateur ajustées et calculées : intervalle spectral libre ISL, contraste C, facteur de qualité Q et finesse F.

	Gap 0,8 μm	
	Ajustement	Calcul
ISL (nm)	5,78	6,00
C	0,76	0,70
Q	$3{,}2.10^3$	$2{,}8.10^3$
F	12	11

Les valeurs obtenues expérimentalement sont très proches des valeurs calculées pour un gap de 0,8 μm et une largeur de guide de 1,8 μm. L'écart entre les valeurs attendues sans la sur-gravure latérale des guides d'onde et les valeurs expérimentales est plus important. Ces caractéristiques sont de l'ordre de grandeur de celles indiquées dans la littérature, puisque un facteur de qualité de l'ordre de 6.10^3 a été obtenu sur des micro-résonateurs en silicium poreux avec un rayon de 10 μm [197].

Notons aussi que le contraste C n'est pas maximal pour le gap de 0,8 μm car le couplage critique était visé pour un gap de 0,6 μm pour des conditions identiques par ailleurs.

4.4 Micro-résonateur en silicium poreux partiellement oxydé pour une application capteur

Lors de l'étude précédente, nous avons mis au point la technologie permettant la réalisation de micro-résonateurs en silice poreuse à base de guides ridges. La caractérisation optique avec un superstrat d'air a permis de vérifier la bonne fabrication du micro-résonateur et la cohérence des simulations réalisées en amont. Cependant le micro-résonateur n'a pas été testé pour des applications capteurs, notamment de détection homogène, puisqu'un superstrat d'eau ne permet la propagation de la lumière qu'au sein de guides de 2,5 μm de hauteur et avec des largeurs supérieures à 5 μm. Dans l'objectif de réaliser des applications capteurs de détection homogène avec les micro-résonateurs en silicium poreux, nous avons, dans un premier temps, optimisé la cellule d'électrolyse afin d'obtenir des échantillons poreux plus homogènes et mieux adaptés aux outils utilisés lors du procédé de fabrication. Cette optimisation a nécessité une nouvelle étude des caractéristiques des couches poreuses en fonction des paramètres d'anodisation et d'oxydation. A partir de cette étude, nous avons étudié la sensibilité des capteurs à base de micro-résonateurs poreux en fonction des indices de réfraction des couches poreuses de cœur et de confinement inférieur.

4.4.1 Optimisation de la sensibilité du capteur

La sensibilité d'un micro-résonateur est donnée par la relation suivante :

$$S = \frac{\delta \lambda_{res}}{\delta n_{sp}} = \frac{\lambda_{res}}{n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{sp}} \tag{4.15}$$

avec λ_{res} la longueur de résonance, n_{sp} l'indice de réfraction du superstrat et n_{eff} l'indice effectif du guide d'onde composant le micro-résonateur.

L'interaction directe, entre la lumière et l'analyte, permise par la porosité du matériau utilisé permet d'améliorer le rapport $\frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{sp}}$ par rapport à une interaction par évanescence utilisée dans les micro-résonateurs en polymères. Dans notre cas, puisque nous utilisons du silicium poreux, la porosité et donc l'indice de réfraction des couches poreuses sont des paramètres importants dans l'optimisation de la sensibilité puisqu'ils influencent directement l'indice effectif de la structure et l'interaction entre la lumière et l'analyte.

Logiquement, la sensibilité est plus importante lorsque les porosités des différentes couches sont élevées. Les couches les plus poreuses sont les couches de silicium poreux non oxydées obtenues directement après l'anodisation électrochimique. Cependant, comme nous l'avons déjà souligné, il est nécessaire de traiter thermiquement ces couches afin de les stabiliser chimiquement ; ainsi leur porosité va diminuer du fait que l'oxydation de silicium lors des traitements thermiques s'accompagne d'une augmentation de volume qui s'effectue au détriment des pores.

Les couches poreuses obtenues à la suite du premier traitement thermique, réalisé à une température de 300°C, présentant une surface hydrophobe, nous avons donc choisi d'étudier le traitement thermique réalisé avec une température de 500°C.

Sur la figure 4.28, la sensibilité S est calculée en fonction des indices de réfraction obtenus à 500°C de la couche de cœur et de la couche de confinement inférieur afin de déterminer les meilleures combinaisons de couches poreuses pour une détection homogène de glucose.

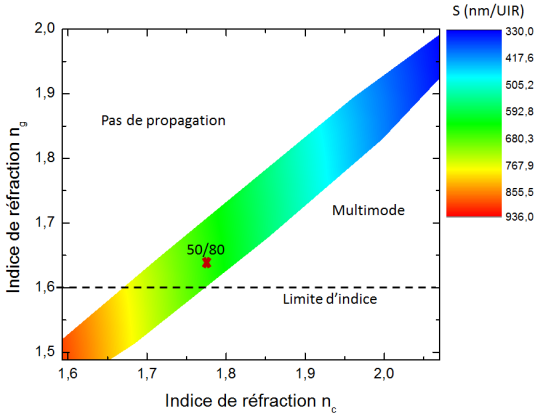


FIGURE 4.28 – Sensibilité S en fonction des indices de réfraction, du cœur et du confinement inférieur, calculée pour une détection homogène de glucose. 50 et 80 étant les densités de courant à appliquer.

Une sensibilité maximale de 936 nm/UIR est calculée pour les indices les plus faibles correspondant aux porosités les plus élevées, ce qui maximise de manière importante l'interaction entre la lumière et l'analyte par comparaison avec une détection basée sur le principe d'évanescence. Cependant, pour la réalisation des couches poreuses sur une surface de contact de 11 cm^2, il existe un courant I limite à ne pas dépasser afin d'éviter le décollement de la couche poreuse par électropolissage, ce qui induit une densité de courant J limite et donc un indice de réfraction minimal possible et qui est égal à 1,6 dans notre cas, comme représenté sur la figure 4.28.

Afin de réaliser des guides d'onde permettant à la fois une propagation mono-modale et l'obtention d'une bonne sensibilité S pour des applications capteurs, nous avons donc choisi de réaliser des guides d'onde correspondant à une densité de courant de 50 mA/cm^2 pour la couche de cœur avec un indice de réfraction de 1,77 et une densité de courant de 80 mA/cm^2 pour la couche de confinement inférieur avec un indice de réfraction de 1,62. Nous noterons ces guides 50/80 dans la suite du document.

Pour ces conditions, une sensibilité de l'ordre de 640 nm/UIR est prévue par les calculs selon la figure 4.28 pour un traitement thermique à 500°C.

4.4.2 Taille du guide

Sur le masque photolithographique disponible réalisé spécifiquement pour les micro-résonateurs en silice poreuse, la largeur des guides d'onde inscrits est de 2 μm. Sur la figure 4.29, les limites de propagation de trois modes TE différents sont tracés en fonction des dimensions géométriques pour un superstrat d'air et un superstrat d'eau.

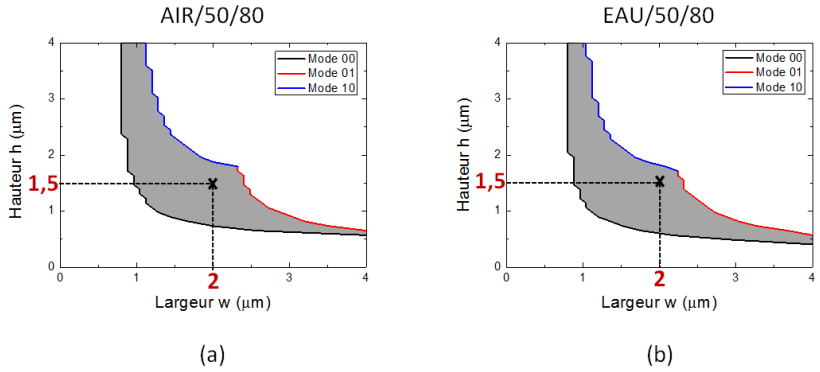


FIGURE 4.29 – Limites de propagation des modes TE 00, 10 et 01 en fonction des dimensions géométriques du guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C pour (a) un superstrat d'air et (b) un superstrat d'eau à 1550 nm.

Pour cette largeur, il existe une gamme de hauteur relativement large permettant une propagation mono-modale au sein du guide à la fois pour un superstrat d'air et d'eau. Dans cette gamme, nous avons choisi une hauteur de guide de 1,5 μm. La couche de confinement inférieur est quant à elle fixée à 6 μm.

Les indices effectifs du guide d'onde, pour différentes longueurs d'onde comprises dans l'intervalle 1460 - 1600 nm, sont obtenus par la méthode de l'indice effectif pour un superstrat d'air et d'eau. La figure 4.30 représente l'indice effectif des guides d'onde en fonction de la longueur d'onde pour un superstrat d'air et d'eau.

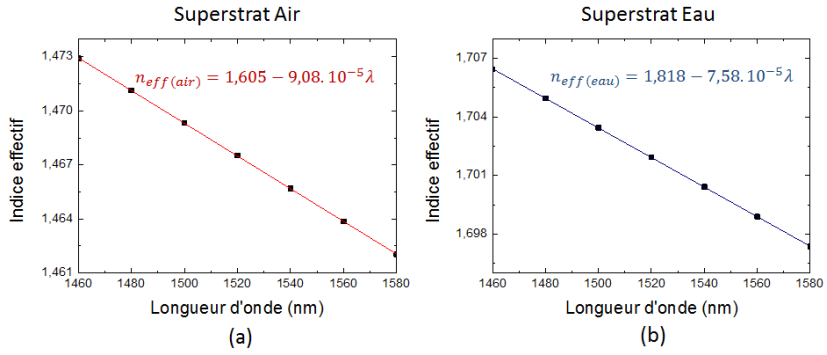


FIGURE 4.30 – Indices effectifs de guide d'onde Superstrat/50/80/Si de dimensions 2 μm $\times$ 1,5 μm pour les superstrats : air et eau désionisée.

Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau 4.11.

Tableau 4.11 – Indices effectif et de groupe pour un guide d'onde Superstrat/50/80/Si de dimensions 2 μm × 1,5 μm pour des superstrats : air et eau désionisée.

Superstrat	$n_{eff}(\lambda)$	n_g
Air	1,605 - 9,07.$10^{-5}\lambda$	1,605
Eau	1,818 - 7,58.$10^{-5}\lambda$	1,818

Les dimensions des guides permettant une propagation monomodale de la lumière étant maintenant déterminées, dans un premier temps, des guides droits seuls et des micro-résonateurs dans un deuxième temps ont été réalisés avec les mêmes conditions en utilisant la technique de photolithographie décrite précédemment sur 3 couches poreuses dont la couche barrière. Les densités de courant appliquées sont de 50 mA/cm^2 et de 80 mA/cm^2 respectivement pour les deux couches et le traitement thermique utilisé est le traitement thermique n°2, avec une température maximale de 500°C.

Les pertes optiques ont tout d'abord été mesurées sur les guides droits et les micro-résonateurs obtenus ont été caractérisés avec un superstrat d'air, puis avec un superstrat d'eau ; les caractéristiques obtenues ont été comparées aux valeurs attendues calculées à partir des modèles établis précédemment pour les micro-résonateurs en polymères. Les résultats sont présentés ci-après.

4.4.3 Estimation des pertes optiques

Les pertes optiques sont mesurées en utilisant la méthode détaillée dans la partie 3.2.2 pour des guides d'onde Air/50/80/Si oxydé à 500°C réalisés à partir d'un masque de guides en "S" et de largeur de 2 μm. Sur la figure 4.31 est tracée la puissance P_s mesurée à la sortie des guides d'onde en fonction des différentes longueurs L de ces derniers.

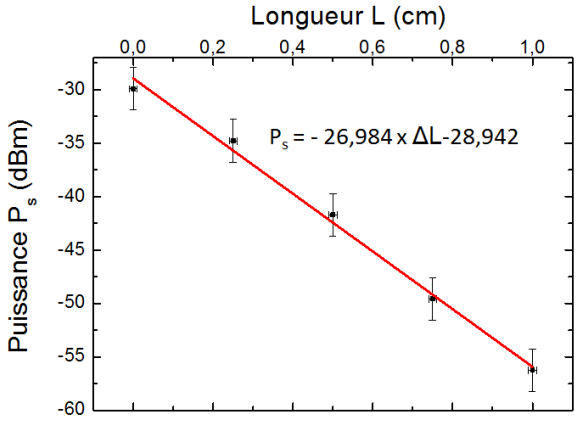


FIGURE 4.31 – Évolution de la puissance de sortie mesurée en fonction de la longueur du guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C à 1550 nm.

Les incertitudes, liées notamment aux pertes de couplage et aux pertes de diffusion qui peuvent différer d'un guide à l'autre, sont estimées à 2 dB/cm.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, les pertes optiques correspondent à la pente de la droite linéaire d'ajustement. Les pertes optiques mesurées à 1550 nm pour des guides d'onde Air/50/80/Si oxydés à 500°C sont de l'ordre de 27 ± 4 dB/cm. L'incertitude est attribuée aux pertes de rugosité ou de défauts technologiques des guides qui peuvent varier d'un guide à l'autre.

Cette valeur est similaire avec les pertes optiques de 27,5 dB/cm mesurées pour un guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C avec une largeur de 1,2 μm [194], [197].

4.4.4 Caractérisation optique d'un micro-résonateur

Un micro-résonateur, à base de guides d'onde ridges Superstrat/50/80/Si oxydés à 500°C, est réalisé et caractérisé optiquement par la mesure de sa transmission spectrale. Celle-ci est mesurée pour un micro-résonateur en forme d'hippodrome de rayon de 100 μm et une longueur de couplage de 70 μm à la fois pour un superstrat d'air et d'eau. La figure 4.32 présente les transmissions spectrales expérimentale et théorique obtenues avec un superstrat d'air.

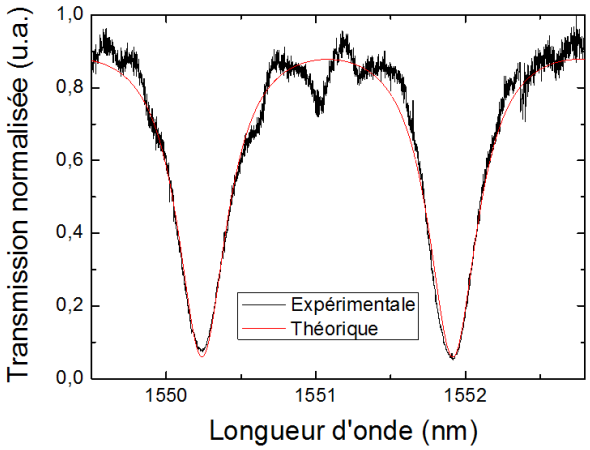


FIGURE 4.32 – Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Air/50/80/Si de rayon R = 100 μm, une longueur de couplage L_c = 70 μm et pour un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1549 à 1553 nm.

La transmission spectrale présente en moyenne un intervalle spectral libre de 1,68 nm, une largeur à mi-hauteur de 0,34 nm et un contraste de 0,87. La finesse F est de 5 et le facteur de qualité Q est de $4{,}5.10^3$.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 4.12 avec leurs incertitudes.

Tableau 4.12 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques et indice de groupe pour un superstrat d'air.

Paramètres	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	55	20,72
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	33	-
Indice de groupe n_g	1,864	1,605

La figure 4.33 présente les transmissions spectrales expérimentale et théorique obtenues avec un superstrat d'eau.

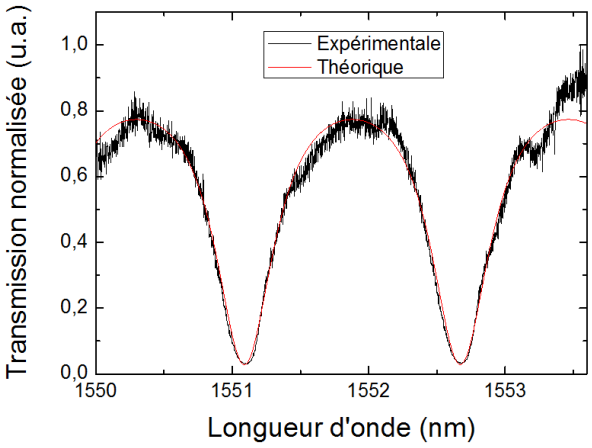


FIGURE 4.33 – Transmissions spectrales expérimentale et théorique normalisées d'un micro-résonateur Eau/50/80/Si de rayon R = 100 μm, une longueur de couplage L_c = 70 μm et un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde de 1550 à 1554 nm.

Dans ce cas, la transmission spectrale présente en moyenne un intervalle spectral libre de 1,58 nm, une largeur à mi-hauteur de 0,44 nm et un contraste de 0,76. La finesse F est de 4 et le facteur de qualité Q est de $3{,}6.10^3$.

Les paramètres utilisés pour l'ajustement et les valeurs calculées pour ces paramètres sont donnés dans le tableau 4.13 avec leurs incertitudes.

Tableau 4.13 – Paramètres ajustés et calculés : taux de couplage, pertes optiques, et indice de groupe pour un superstrat d'eau désionisé.

Paramètres	Ajustement	Calcul
Taux de couplage κ^2 (%)	55	14,31
Pertes optiques α_{pertes} (dB/cm)	68	-
Indice de groupe n_g	1,980	1,818

Nous remarquons, dans les tableaux 4.12 et 4.13, que le taux de couplage obtenu est largement supérieur quelque soit le superstrat utilisé à celui calculé par la méthode de Marcatili.

Pour comprendre cette différence, nous avons observé au MEB la vue en coupe du guide d'onde d'accès du micro-résonateur (figure 4.34).

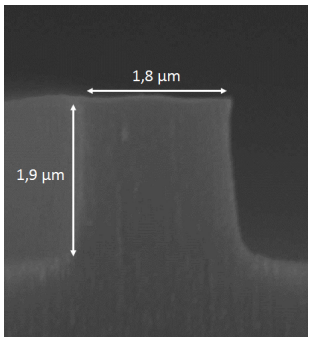


FIGURE 4.34 – Vue en coupe obtenue par MEB d'un guide d'onde en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C.

La première constatation porte sur la hauteur du guide d'onde. Celui-ci possède une hauteur de 1,9 μm au lieu de 1,5 μm. En se référant à la figure 4.29, nous pouvons voir qu'un guide d'onde avec une hauteur de 1,9 μm et une largeur autour de 2 μm est en limite de propagation monomode. De plus, l'incertitude de 2 % sur les porosités obtenues, soit une incertitude de 0,06 sur les indices de réfraction, induit une modification des limites de propagation des modes et par conséquent, peut induire la propagation d'un deuxième mode, le mode 10, à la fois pour un superstrat d'air et d'eau désionisée. Cependant pour l'air, les dimensions du guide sont plus proches de la limite que pour l'eau.

Si la lumière est couplée dans ce mode supérieur, le taux de couplage est différent de celui calculé pour le mode fondamental [215]. La figure 4.35 représente le taux de couplage du mode 10 en fonction du gap pour un superstrat d'eau désionisée.

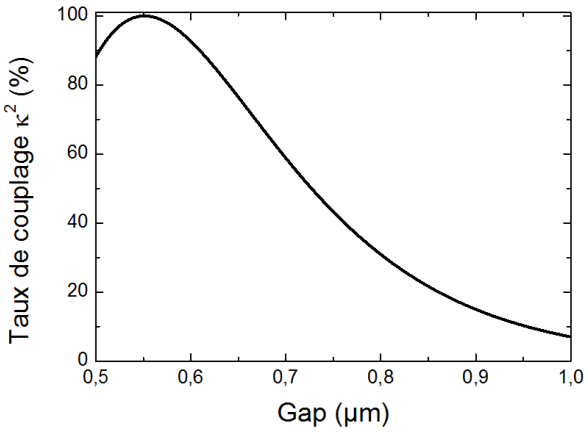


FIGURE 4.35 – Taux de couplage calculé en fonction du gap entre la cavité et le guide d'accès rectiligne de dimensions 2 μm $\times$ 1,9 μm pour un superstrat d'eau désionisée à 1550 nm.

Dans notre cas, le mode 10 présente un taux de couplage plus élevé que le mode fondamental de l'ordre de 88 % pour un gap de 0,5 μm.

Les pertes optiques obtenues à la fois pour un superstrat d'air et d'eau sont plus élevées que celles mesurées sur des guides d'onde en "S". Les guides d'onde et le micro-résonateur étudiés ont été réalisés sur des échantillons différents. La reproductibilité de réalisation des guides ridges reste à étudier et à optimiser. Les pertes optiques très élevées obtenues avec un superstrat d'eau peuvent être attribuées à la présence d'eau dans les pores entraînant une absorption de la lumière importante. Quoiqu'il en soit, des études supplémentaires devront être menées pour déterminer les pertes optiques sur des guides d'onde seuls avec un superstrat d'eau désionisée.

L'indice de groupe expérimental est différent de celui calculé avec la méthode de l'indice effectif. Différentes raisons peuvent être avancées pour expliquer cet écart entre les deux valeurs. Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, la surgravure des guides ridges peut modifier la valeur des indices de groupe. A nouveau, nous constatons que la différence entre l'indice de groupe calculé et ajusté est plus faible dans le cas d'un superstrat d'eau ; l'influence de la rugosité des guides d'onde est diminué en raison d'un contraste d'indice plus faible. La biréfringence du silicium poreux n'est pas prise en compte dans nos modèles, or, pour du silicium poreux de type P^+, la variation de l'indice de réfraction selon l'axe de la lumière est de l'ordre de 0,14. La couche barrière peu poreuse en surface pourrait peut-être modifier la formation des couches réalisées à plus forte densité de courant. L'influence de cette couche devra être confirmée par une étude plus fine sur des systèmes tri-couches.

4.4.5 Application capteur

Les micro-résonateurs étudiés précédemment sont utilisés dans la suite en tant que transducteur d'un capteur pour la détection homogène de glucose en utilisant différentes concentrations de glucose dissoutes dans de l'eau désionisée comme superstrat. Comme nous l'avons déjà évoqué lors de l'étude sur les micro-résonateurs en polymères, il existe une concentration minimale qui permet de ne pas avoir un décalage plus important que l'ISL, et qui est calculée selon la méthode décrite dans le chapitre 3 pour les micro-résonateurs à base de polymères. Pour le micro-résonateur en silicium poreux partiellement

oxydé à 500°C, les concentrations de glucose doivent être inférieures à 24 g/L afin que le décalage en longueur d'onde ne dépasse pas l'ISL. Nous avons donc choisi de réaliser des solutions glucosées de concentration de 0, 5, 10 et 15 g/L. En prenant en compte l'incertitude de la balance et du contenant utilisés, les concentrations sont réalisées avec une incertitude de 0,6 g/L, cette dernière entraînant une incertitude de $7{,}1.10^{-5}$ sur la variation d'indice du superstrat d'eau glucosée.

4.4.5.1 Caractéristiques du capteur

Le procédé de détection est identique à celui utilisé pour l'étude d'un micro-résonateur en polymères en tant que transducteur pour la détection de glucose ; procédé détaillé dans le chapitre 3. Pour rappel, ce procédé est constitué de deux étapes : lors de la première étape, une caractérisation du micro-résonateur est réalisée avec une solution d'eau désionisée et une concentration de 0 g/L de glucose, correspondant à la référence. Lors de la deuxième étape, une solution glucosée est déposée sur le micro-résonateur après évaporation du superstrat d'eau désionisée. L'échantillon reste sur le banc optique pendant toute l'opération. Cette opération est répétée pour chaque concentration de glucose ; dans ce cas, l'échantillon est retiré du banc optique afin d'être rincé. L'acquisition de la transmission spectrale pour un superstrat d'eau est renouvelée pour chaque concentration. Les solutions sont introduites à la surface du micro-résonateur à l'aide d'une micro-seringue.

Sensibilité S Lors de la seconde étape, une solution glucosée avec une certaine concentration de glucose est déposée en tant que superstrat du micro-résonateur. La transmission spectrale acquise est comparée à la référence pour déterminer le décalage de la position des raies de résonance, comme représentée sur la figure 4.36 pour une concentration de 15 g/L ; le décalage est ici de 0,98 nm.

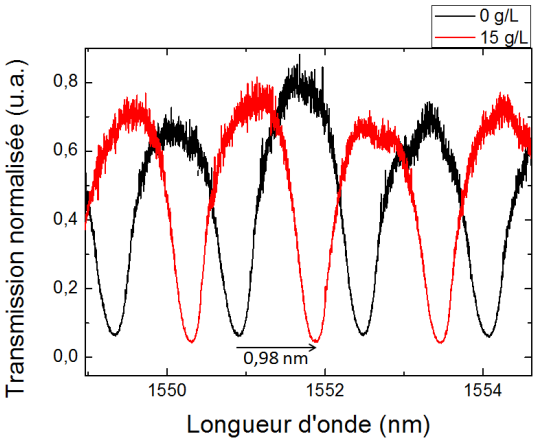


FIGURE 4.36 – Transmissions spectrales d'un micro-résonateur de rayon R = 100 μm, de longueur de couplage L_c = 70 μm et avec un gap = 0,5 μm sur une plage de longueur d'onde variant de 1550 à 1556 nm pour une concentration de 0 g/L (utilisée comme référence) et de 15 g/L.

Le décalage est mesuré pour les trois différentes concentrations et la figure 4.37 représente le décalage de la position de la raie de résonance en fonction de la concentration de glucose et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp} correspondante.

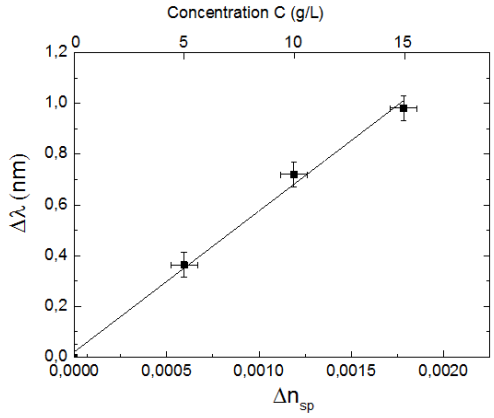


FIGURE 4.37 – Décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda$) en fonction de la concentration de glucose dissoute dans l'eau désionisée et en fonction de la variation d'indice du superstrat Δn_{sp}.

La variation étant linéaire, la sensibilité S est la pente de la droite et est alors de 559 ± 50 nm/UIR. L'incertitude sur la sensibilité prend en compte l'incertitude sur la concentration de glucose et sur le décalage de la raie de résonance. La sensibilité que nous avons calculée précédemment dans la partie 4.4.1 est de 640 nm/UIR. En tenant compte de l'incertitude sur la porosité des couches et sur le taux d'oxydation de celles-ci l'incertitude de cette sensibilité théorique s'élève à 40 nm/UIR.

De nombreux paramètres lors de la fabrication des guides du silicium poreux oxydé partiellement rendent l'incertitude élevée. Cependant, la sensibilité que nous avons mesurée expérimentalement est de l'ordre de grandeur de celle mesurée théoriquement en tenant compte des incertitudes. De plus, la valeur obtenue est plus élevée que celles présentes actuellement dans l'état de l'art pour une détection en volume. En effet, une sensibilité de 490 nm/UIR a été trouvée avec un micro-résonateur à base de guides *slot* pour la détection de gaz [186] et une sensibilité de 380 nm/UIR a été démontrée pour une détection de NaCl avec des micro-résonateurs en silicium poreux [197].

La gamme de détection La gamme de détection est liée à la sensibilité mesurée précédemment et à l'incertitude de la mesure de la position de la raie de résonance. Cette incertitude est principalement due à la fluctuation de la température. En mesurant différentes transmissions spectrales avec un superstrat d'eau à intervalles de temps réguliers de 30 secondes, nous observons que la position de la raie de résonance est très stable. L'insertion du dispositif thermique a permis de stabiliser la position des raies de résonance par rapport aux micro-résonateurs en polymères.

Ainsi, le décalage en longueur d'onde minimale mesurable est estimé à $\frac{\delta\lambda}{10}$ soit à 0,044 nm.

En prenant également en compte la sensibilité S mesurée expérimentalement, les limites de détection minimale LD et maximale $\Delta n_{sp_{max}}$ sont calculées ci-après :

$$\begin{cases} LD = \dfrac{\frac{\delta\lambda}{10}}{S} = \dfrac{0,044}{559} = 7,9.10^{-5} & \text{(4.16a)} \\ \Delta n_{sp_{max}} = \dfrac{ISL}{S} - LD = \dfrac{1,58}{559} - 7,9.10^{-5} = 2,7.10^{-3} & \text{(4.16b)} \end{cases}$$

En tenant compte de l'incertitude sur la sensibilité, nous obtenons une détection limite LD de $(7{,}9 \pm 0{,}7).10^{-5}$ et une limite maximale $\Delta n_{sp_{max}}$ de $(2{,}7 \pm 0{,}3).10^{-3}$, soit en terme de concentration de glucose une gamme de détection de 0,7 ± 0,1 g/L à 22,7 ± 2,5 g/L.

Malgré le caractère multimodal de la propagation de la lumière au sein des guides d'onde, une application capteur a pu être réalisée sur un micro-résonateur oxydé partiellement à 500°C. Par rapport, aux micro-résonateurs en polymères étudiés précédemment, la sensibilité obtenue est 5 fois plus élevée, la gamme de détection en revanche est moins étendue mais la limite de détection est améliorée. La limite de détection mesurée expérimentalement est au niveau de l'état de l'art. Cependant, la limite de détection peut être améliorée en diminuant les pertes optiques des guides d'onde ridges en silicium poreux qui restent, ici, élevées ; les pertes optiques étant reliés au facteur de qualité ainsi qu'à la largeur à mi-hauteur de la résonance.

C'est la première fois, à notre connaissance, qu'une sensibilité expérimentale aussi élevée avec un seul micro-résonateur est atteinte. La détection en volume est donc une détection prometteuse.

Toutefois, l'étude devra être refaite sur un micro-résonateur avec une hauteur plus faible pour assurer une propagation monomodale. De plus, le facteur de qualité obtenu est faible au regard des pertes optiques très élevées obtenues avec un superstrat d'eau désionisée. Il est donc possible d'améliorer la limite de détection du micro-résonateur à base de silicium poreux.

Conclusion

Dans ce chapitre, l'objectif premier était de réaliser des guides d'onde ridges à partir de couches poreuses en silicium poreux oxydé partiellement et totalement afin de réaliser des micro-résonateurs pour des applications capteurs sur le principe de la détection en volume de concentration de glucose.

Pour réaliser les guides d'onde ridges en silicium poreux oxydé totalement, nous avons tout d'abord adapté le procédé de fabrication photolithographique mis en place pour la réalisation de guides d'onde ridges en polymères. Les couches poreuses sont réalisées à partir de la configuration "sur le côté" utilisée lors d'études précédentes, ainsi, les indices de réfraction sont bien connus. Les paramètres de gravure ont donc été modifiés afin d'obtenir les premiers guides d'onde ridges en silice poreuse. Ce premier micro-résonateur a été étudié avec un superstrat d'air permettant de montrer sa bonne réalisation. Sa transmission spectrale est mesurée mettant en évidence la propagation et le couplage de la lumière dans les guides d'onde rectilignes et en forme d'hippodrome. L'ajustement de la transmission spectrale théorique à la transmission spectrale expérimentale a permis d'observer que les caractéristiques obtenues sont très proches des caractéristiques calculées.

Après la mise au point de la réalisation technologique des guides d'onde ridges en silicium poreux oxydé totalement, nous avons utilisé une nouvelle configuration de la cellule d'électrolyse "au-dessus" pour augmenter la zone d'homogénéité du poreux. Nous avons donc dû réétalonner les caractéristiques des couches poreuses. Ainsi, l'indice de réfraction de ces couches poreuses est étudié en fonction des paramètres d'anodisation électrochimique et des traitements thermiques d'oxydation mettant en évidence la grande gamme de valeurs d'indice de réfraction possibles.

Finalement, en vue d'une application capteur, la sensibilité d'un micro-résonateur

en silicium poreux partiellement oxydé à 500°C, utilisé pour de la détection homogène de glucose, est calculée en fonction des indices de réfraction montrant des sensibilités prometteuses de l'ordre de 640 nm/UIR.

Des premiers guides d'onde réalisés présentent des pertes de propagation optiques élevées de 27 dB/cm. Le premier micro-résonateur réalisé présente des raies de résonance mais l'étude semble montrer que le guide d'onde présente une propagation bimodale.

Un micro-résonateur en silicium poreux partiellement oxydé est réalisé et caractérisé. Les pertes otiques obtenues sont élevées par rapport à celles obtenues pour le micro-résonateur en silice poreuse ; en effet, la silice poreuse est plus transparente dans l'infrarouge que le silicium poreux. Les taux de couplage obtenus sont aussi très différents de ceux calculés en raison très certainement du caractère multimodal du micro-résonateur obtenu.

De plus, les guides d'onde ridges réalisés présentent une sur-gravure latérale, le taux d'anisotropie de gravure n'est pas encore égal à 1, ce qui entraine une réduction de la largeur du guide d'onde ce qui modifie les propriétés optiques du guide d'onde. La technologie de fabrication des couches poreuses et des guides d'onde ridges doit être encore optimisée afin d'obtenir des porosités et des dimensions plus reproductibles.

La détection en volume et homogène de glucose est réalisé à l'aide du micro-résonateur à base de silicium poreux oxydé partiellement malgré le possible caractère bimodal de la propagation. Une sensibilité de 559 $\pm$ 50 nm/UIR et une détection limite LD de (7,9 $\pm$ 0,7).10^{-5} ont été obtenues.

Ces résultats obtenus sont prometteurs dans le domaine des micro-résonateurs en silicium poreux, des guides d'onde ridges ont été réalisés par un procédé de photolithographie et les sensibilités théoriques et expérimentales sont prometteuses.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale

Ce travail visait à mettre au point des micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs sans marquage. De telles structures photoniques permettent de répondre aux nombreux besoins actuels des secteurs demandeurs en capteurs toujours plus performants.

Des études précédentes ont été menées sur ces dispositifs dans différents groupes de recherche à travers le monde amenant à étudier de nouvelles structures afin d'améliorer les caractéristiques du transducteur optique à base de micro-résonateur.

Dans ce cadre, nous avons décidé d'exploiter les propriétés structurales et optiques du silicium poreux comme matériau de base du micro-résonateur tels que l'indice de réfraction modulable permettant la réalisation de guides d'onde optiques et le caractère poreux permettant une interaction améliorée entre la lumière guidée et les molécules à détecter infiltrées au sein du guide d'onde. Cette étude prenait en compte la conception, la fabrication et la caractérisation des tout premiers micro-résonateurs en silicium poreux à base de guides d'onde ridges réalisés au laboratoire Foton.

Avant de démarrer directement cette étude, des outils de simulation des microrésonateurs ont tout d'abord été développés dans le cadre de ce travail ; ces outils ont été décrits dans le chapitre 2.

Puis, les micro-résonateurs utilisés en tant que transducteurs étant une étude inédite au laboratoire Foton, des travaux préliminaires sur des micro-résonateurs en matériaux polymères ont été réalisés étant donné que les processus de fabrication étaient connus au sein du laboratoire pour d'autres applications. Les polymères SU8 et PMATRIFE ont été choisis respectivement comme couche de cœur et de confinement inférieur des guides d'onde ridges pour réaliser des micro-résonateurs avec des dimensions définies lors d'études précédentes et inscrits sur un masque photolithographique disponible au laboratoire Foton.

Dans un premier temps, nous élaborons et caractérisons des guides d'onde monomodes. Les pertes optiques mesurées préalablement sur ces guides droits nous ont permis de choisir des valeurs de pertes optiques pour réaliser les calculs préliminaires des caractéristiques du micro-résonateur et du capteur pour différents superstrats. Ainsi, nous avons pu don-

ner une gamme de valeurs possibles pour les caractéristiques des micro-résonateurs que nous avons ensuite vérifiées expérimentalement. Les transmissions spectrales théoriques sont ajustées aux transmissions spectrales expérimentales pour remonter aux caractéristiques du micro-résonateur. Les meilleures caractéristiques pour un micro-résonateur en polymères (SU8 et PMATRIFE) avec un superstrat d'eau et pour un gap de 0,5 μm sont un contraste de 0,97 et un facteur de qualité de $2{,}6.10^4$. Les caractéristiques de chaque transmission spectrale acquises en sont déduites et sont bien cohérentes avec celles calculées.

Le micro-résonateur est ensuite caractérisé comme le transducteur pour une application de détection homogène de glucose par onde évanescente. Celle-ci est réalisée avec une sensibilité de 115 $\pm$ 8 nm/UIR et une limite de détection LD de $4{,}4 \pm 0{,}3.10^{-4}$ UIR. La sensibilité de ce capteur correspond aux valeurs présentes dans la littérature pour des systèmes réalisés en polymères. La valeur de la limite de détection est mesurée en tenant compte de l'incertitude de mesure de la position de la raie de résonance qui est due aux instabilités thermiques. Dans la suite, nous avons décidé d'intégrer un contrôleur de température au support de l'échantillon. Cette première étude a permis de valider les modèles utilisés sur lesquels nous pouvons nous appuyer pour concevoir des micro-résonateurs et prédire leurs caractéristiques. Les modèles sont ensuite utilisés pour concevoir et réaliser les tous premiers micro-résonateurs en silicium poreux pour une application capteur avec une détection en volume et non plus par évanescence. Les premiers guides ridges en silicium poreux oxydé partiellement et totalement ont été alors réalisés avec succès après avoir adapté le procédé de fabrication photolithographique utilisé pour les polymères. A notre connaissance, une telle étude n'avait jamais été encore publiée avant le démarrage de la thèse. Toutefois, pendant ces travaux, un laboratoire américain a également réalisé pour la première fois des micro-résonateurs à base de guides ridges en silicium poreux (non oxydé) par une méthode e-beam pour des applications capteurs (avec des pertes similaires aux nôtres mais une sensibilité moindre).

Un micro-résonateur en silice poreuse a été tout d'abord réalisé et étudié avec un superstrat d'air. Sa transmission spectrale a été mesurée mettant en évidence le couplage de la lumière entre les guides d'onde rectilignes d'accès et la cavité résonante en forme d'hippodrome ; taux de couplage qui correspond d'ailleurs à ceux calculés et prévus par les outils de simulation.

Cependant, ce matériau ne permettait pas d'obtenir les sensibilités les plus élevées. En effet, du fait de l'oxydation, la porosité est diminuée. Or, la sensibilité d'un micro-résonateur à base de silicium poreux augmente avec la porosité. Nous avons donc décidé d'étudier un micro-résonateur à base de silicium poreux oxydé mais partiellement. Dans un même temps, nous avons utilisé une nouvelle configuration de la cellule d'électrolyse permettant l'obtention d'une zone poreuse plus homogène. L'indice de réfraction de ces couches poreuses a été étudié en fonction des paramètres d'anodisation électrochimique et des traitements thermiques d'oxydation mettant en évidence la grande gamme de valeurs d'indice de réfraction possibles. Des premiers guides d'onde réalisés ont présenté des pertes de propagation optiques comparables à celles obtenues par le laboratoire américain. Les caractérisations optiques de ce premier micro-résonateur en silicium poreux partiellement oxydé ont révélé des raies de résonance mais l'étude a semblé montrer que le guide d'onde contiendrait deux modes de propagation. Les travaux doivent donc être poursuivis de

façon à obtenir des micro-résonateurs avec une propagation monomodale.

Néanmoins nous avons utilisé ce micro-résonateur pour la détection en volume et homogène de glucose. Une sensibilité de 559 ± 50 nm/UIR et une détection limite LD de $(7{,}9 \pm 0{,}7).10^{-5}$ ont été obtenues.

Malgré le caractère pseudo bimodal et les pertes élevées, ces résultats sont très prometteurs dans le domaine des capteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux. La sensibilité obtenue est à notre connaissance la plus élevée de l'état de l'art pour un seul micro-résonateur.

La limite de détection est au niveau de l'état de l'art et peut être améliorée en diminuant les pertes optiques et en optimisant la propagation, ainsi le facteur de qualité sera meilleur.

Perspectives

L'ensemble de ces travaux réalisés a permis de montrer la faisabilité d'un transducteur en optique intégrée utilisant un micro-résonateur à base de silicium poreux et ouvre les perspectives suivantes de progression de ces travaux.

Des améliorations des processus de fabrication des guides ridges à base de silicium poreux ou silice poreuse devront être effectuées pour diminuer les pertes et optimiser le taux de couplage entre le guide d'accès et la cavité résonante. Pour diminuer les pertes optiques, la fabrication des couches poreuses peut se réaliser à basse température. Cela permettrait d'obtenir des plus grands facteurs de qualité et d'améliorer la limite de détection.

Pour cela plusieurs pistes sont envisageables comme l'optimisation de la gravure anisotrope, l'étude de l'influence de la couche barrière sur les couches poreuses inférieures, ou encore la fabrication du silicium poreux à basse température ou en utilisant du glycérol afin de diminuer la rugosité des interfaces entre les couches de cœur et de confinement inférieur.

Pour faciliter la mise en œuvre de la détection, un système micro-fluidique devra être adapté au micro-résonateur.

Par ailleurs, dans cette thèse, nous n'avons réalisé que la détection homogène ; il serait particulièrement intéressant d'utiliser la grande surface spécifique et la fonctionnalisation aisée du silicium poreux pour réaliser de la détection de molécules spécifiques comme l'ADN ou encore les protéines.

Les performances du capteur pourraient être améliorées en utilisant des structures hybrides polymère-silicium poreux afin notamment de diminuer les pertes. Aussi des études plus approfondies de l'origine des pertes doivent être menées de manière à pouvoir les améliorer car celles obtenues pour les polymères sont plus élevées que dans la littérature. Enfin, l'association de micro-résonateurs en cascade ou avec des structures interférométriques de type Mach-Zehnder pourra également être effectuée en structure hybrides (polymère, silicium poreux) afin de permettre d'exalter davantage la sensibilité et améliorer la limite de détection.

Publications et communications

Publications dans des revues internationales à comité de lecture:

1) P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, J. Lemaitre, C. Carré, M. Gadonna, D. Bosc and G. Vignaud.
Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing application
Journal of Applied Physics, Vol. 117, 104504, (2015). doi: 10.1063/1.4914308

2) P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, M. Gadonna, A. Gutierrez, L. Bodiou and J. Charrier.
Racetrack micro-resonators based on ridge waveguides made of porous silica
Optical Materials, Vol. 50, pp. 167-174, (2015). doi:10.1016/j.optmat.2015.10.017

Communications:

- **Communications orales:**

1) P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, M. Gadonna, A. Gutierrez, L. Bodiou et J. Charrier.
Racetrack micro-resonator based on ridge waveguides made of porous silica
Journées des matériaux Semiconducteurs Poreux (SCOPE), Montpellier, Juin, 2015
Prix : Meilleure présentation orale

2) P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaître, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, C. Carré, G. Vignaud, A. Gutierrez, L. Bodiou et J. Charrier.
Réalisation de micro-résonateurs intégrés en polymères et silice poreuse pour des capteurs optiques
Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie (CMOI), Novembre, 2015

3) E. Delcourt, L. Bodiou, J. Charrier, P. Girault, Y. Dumeige, N. Lorrain, M. Guendouz et L.Poffo.
Etude théorique de l'efficacité de conversion d'un mélange à quatre ondes dans des micro-résonateurs intégrés en verres de chalcogénures à 1,55 µm
Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie (CMOI), Novembre, 2015

4) A. Gutierrez, E. Baudet, L. Bodiou, J. Lemaitre, I. Hardy, J. Charrier, V. Nazabal, P. Girault, N. Lorrain, M. Guendouz et B. Bureau.
Capteur en optique intégrée à base de verres de chalcogénures pour la détection de polluants dans le moyen infrarouge
Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie (CMOI), Novembre, 2015

5) P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, J. Lemaitre, P. Azuelos, I. Hardy, A. Gutierrez, L. Bodiou and J. Charrier.
Integrated racetrack micro-resonator based on porous silica ridge waveguides
Porous Semiconductors - Science and Technology (PSST), Tarragona, Espagne, Mars, 2016
Prix : Best oral communication of the day

- **Poster:**

1) P. Girault, J. Lemaitre, M. Guendouz, N. Lorrain, L. Poffo, M. Gadonna and D. Bosc.
Micro-resonators based on integrated polymer technology for optical sensing
SPIE Photonics Europ: Brussels, Belgique, Avril, 2014

2) P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, M. Gadonna, A. Gutierrez, L. Bodiou et J. Charrier.
Micro-résonateur en forme d'hippodrome à base de guides d'onde "ridges" en silice poreuse pour des applications capteurs
Journées des matériaux Semiconducteurs Poreux (SCOPE), Montpellier, Juin, 2015

3) P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, J. Lemaitre, C. Carré, M. Gadonna, D. Bosc et G. Vignaud.
Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs
Journées Nationales d'Optique Guidée (JNOG), Rennes, Juillet, 2015

4) E. Delcourt, J. Lemaitre, E. Baudet, L. Bodiou, Y. Dumeige, P. Girault, N. Lorrain, V. Nazabal, J. Charrier, I. Hardy, M. Guendouz et L. Poffo.
Etude de micro-résonateurs intégrés en hippodrome à base de verres de chalcogénures pour des applications en optique non-linéaire à 1,55 µm
Journées Nationales d'Optique Guidée (JNOG), Rennes, Juillet, 2015

5) A. Gutierrez-Arroyo, P. Girault, J. Lemaitre, M. Guendouz, N. Lorrain, L. Bodiou and J. Charrier
Light propagation in porous silicon planar waveguide at 7.7 µm
Porous Semiconductors - Science and Technology (PSST), Tarragona, Espagne, Mars, 2016

6) A. Gutierrez-Arroyo, J. Lemaitre, P. Girault, M. Guendouz, N. Lorrain, L. Bodiou and J. Charrier.
Study of optical ridge waveguide based on porous silicon layers at 7.8 µm
European Conference on Integrated Optics (ECIO), Warsaw, Pologne, Mai, 2016

7) L. Poffo, P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, M. Guendouz, P. Azuelos, I. Hardy, A. Gutierrez-Arroyo, L. Bodiou, M. Thual and J. Charrier.
Integrated racetrack micro-resonator based on porous silicon ridge waveguides
International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON), Trento, Italie, Juillet, 2016

8) S. D. Le, E. Delcourt, P. Girault, A. Gutierrez-Arroyo, P. Azuelos, N. Lorrain, L. Bodiou, L. Poffo, J.-M. Goujon, Y. Dumeige, I. Hardy, P. Rochard, J. Lemaitre, P. Pirasteh, M. Guendouz, T. Chartier, L.Quétel, S. Claudot, J. Charrier and M. Thual.
Micro-lensed fibers for coupling optimization in optical fibers and photonic integrated circuits
International Conference on Photonics & Applications (ICPa-9), Ninh Binh City, Vietnam, 2016

BIBLIOGRAPHIE

[1] http://www.entreprises.gouv.fr/politique-et-enjeux/technologies-cles-2020.

[2] C. Y. Chao et L. J. Guo, "Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications", *Journal of lightwave technology*, t. 24, n° 3, p. 1395, 2006.

[3] C. Y. Chao, W. Fung et L. J. Guo, "Polymer microring resonators for biochemical sensing applications", *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, t. 12, n° 1, p. 134, 2006.

[4] Y. Chen, Z. Li, H. Yi, Z. Zhou et J. Yu, "Microring resonator for glucose sensing applications", *Frontiers of Optoelectronics China*, t. 2, n° 3, p. 304, 2009.

[5] C. Ciminelli, F. Dell'Olio, D. Conteduca, C. M. Campanella et M. N. Armenise, "High performance soi microring resonator for biochemical sensing", *Optics and Laser Technology*, t. 59, p. 60, 2014.

[6] E. Krioukov, J. Greve et C. Otto, "Performance of integrated optical microcavities for refractive index and fluorescence sensing", *Sensors and Actuators B*, t. 90, p. 58, 2003.

[7] M. Iqbal, M. A. Gleeson, B. Spaugh, F. Tybor, W. G. Gunn, M. Hochberg, T. Baehr-Jones, R. C. Bailey et L. C. Gunn, "Label-free biosensor arrays based on silicon ring resonators and high-speed optical scanning instrumentation", *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, t. 16, n° 3, p. 654, 2010.

[8] J. Charrier, C. Lupi, L. Haji et C. Boisrobert, "Optical study of porous silicon buried waveguides fabricated from p-type silicon", *Materials Science in Semiconductor Processing*, t. 3, p. 357, 2000.

[9] E. Secret, K. Smith, V. Dubljevic, E. Moore, P. Macardle, B. Delalat, M. L. Rogers, T. G. Johns, J. O. Durand, F. Cunin et N. H. Voelcker, "Antibody-functionalized porous silicon nanoparticles for vectorization of hydrophobic drugs", *Advanced Healthcare Materials*, t. 2, n° 5, p. 718, 2013.

[10] T. Hutter, N. Bamiedakis et S. R. Elliott, "Theoretical study of porous silicon waveguides and their applicability for vapour sensing", *Proceedings of the COMSOL Conference Paris*, 2010.

[11] C. Ciminelli, F. Dell'Olio, C. E. Campanella et M. N. Armenise, "Label-free optical resonant sensors for biochemical applications", *Progress in Quantum electronics*, t. 37, p. 51, 2013.

[12] L. M. Lechuga, "Biosensors and modern biospecific analytical techniques", in. Elsevier, 2005, chap. Optical biosensors, p. 209.

[13] P. V. Lambeck, "Integrated optical sensors for the chemical domain", *Measurement Science And Technology*, t. 17, R93, 2006.

[14] Y. Sun et X. Fan, "Optical ring resonators for biochemical and chemical sensing", *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, t. 399, p. 205, 2011.

[15] L. V. Nguyen, S. C. Warren-Smith, H. Ebendorff-Heidepriem et T. M. Monro, "Interferometric high temperature sensor using suspended-core optical fibers", *Optics Express*, t. 24, n° 8, p. 8967, 2016.

[16] P. K. Ang, W. Chen, A. T. S. Wee et K. P. Loh, "Solution-gated epitaxial graphene as ph sensor", *Journal of the american chemical society*, t. 130, n° 44, p. 14 392, 2008.

[17] E. H. Yoo et S. Y. Lee, "Glucose biosensors : an overview of use in clinical practice", *Sensors*, t. 10, p. 4558, 2010.

[18] http://www.entreprises.gouv.fr/politique-et-enjeux/technologies-cles-2020.

[19] K. J. Albert, N. S. Lewis, C. L. Schauer, G. A. Sotzing, S. E. Stitzel, T. P. Vaid et D. R. Walt, "Cross-reactive chemical sensor arrays", *Chemical Reviews*, t. 100, p. 2595, 2000.

[20] D. Grieshaber, R. MacKenzie, J.Voros et E.Reimhult, "Electrochemical biosensors - sensor principles and architectures", *Sensors*, t. 8, p. 1400, 2008.

[21] P. Estrela, P. Li, S. D. Keighley et P. Migliorato, "Label-free electrical biosensor arrays : a new challenge for tft technology", *Journal of the Korean Physical Society*, t. 54, n° 1, p. 498, 2009.

[22] X. Luo et J. J. Davis, "Electrical biosensors and the label free detection of protein disease biomarkers", *Chemical Society Reviews*, t. 42, n° 13, p. 5944, 2013.

[23] K. J. Albert, N. S. Lewis, C. L. Schauer, G. A. Sotzing, S. E. Stitzel, T. P. Vaid et D. R. Walt, "Magnetic gmi sensor for detection of biomolecules", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, t. 293, p. 671, 2005.

[24] D. L. Graham, H. A. Ferreira et P. P. Freitas, "Magnetoresistive-based biosensors and biochips", *TRENDS in Biotechnology*, t. 22, n° 9, p. 455, 2004.

[25] M. Alvarez et L. M. Lechuga, "Microcantilever-based platforms as biosensing tools", *Analyst*, t. 135, p. 827, 2010.

[26] P. S. Waggoner et H. G. Craighead, "Micro- and nanomechanical sensors for environmental, chemical, and biological detection", *Lab on a Chip*, t. 7, p. 1238, 2007.

[27] L. C. Clark et C. Lyons, "Electrode systems for continuous monitoring in cardiovascular surgery", *Annals New York Academy of Sciences*, t. 102, p. 29, 1962.

[28] https://www.ysi.com/.

[29] B. T. Cunningham, “Label-free biosensors : techniques and applications”, in. M. A. Cooper, University of Queensland, 2009, chap. Label-free optical biosensors : An introduction.

[30] S. Weiss, “Fluorescence spectroscopy of single biomolecules”, *Science*, t. 283, p. 1676, 1999.

[31] L. Yin, W. Wang, S. Wang, F. Zhang, S. Zhang et N. Tao, “How does fluorescent labeling affect the binding kinetics of proteins with intact cells ?”, *Biosensors and Bioelectronics*, t. 66, p. 412, 2015.

[32] X. Fan, I. M. Whiten, S. I. Shopova, H. Zhu, J. D. Suter et Y. Sun, “Sensitive optical biosensors for unlabeled targets : a review”, *Analytica chimica Acta*, t. 620, p. 8, 2008.

[33] R. L. Richn, L. R. Hoth, K. F. Geoghegan, T. A. Brown, P. K. LeMotte, S. P. Simons, P. Hensley et D. G. Myszka, “Kinetic analysis of estrogen receptor ligand interactions”, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, t. 99, n° 13, p. 8562, 2002.

[34] I. P. Kaminow, T. Li et A. E. Willner, “Optical fiber telecommunications vi a : components and subsystems”, in. Elsevier, 2013.

[35] ——, “Optical fiber telecommunications vi b : systems and networks”, in. Elsevier, 2013.

[36] W. Liang, Y. Huang, Y. Xu, R. K. Lee et A. Yariv, “Highly sensitive fiber bragg grating refractive index sensors”, *Applied Physics Letters*, t. 86, n° 151122, p. 1, 2005.

[37] B. H. Lee, Y. Liu, S. B. Lee et S. S. Choi, “Displacements of the resonant peaks of a long-period fiber grating induced by a change of ambient refractive index”, *Optics Letters*, t. 22, n° 23, p. 1769, 1997.

[38] Z. He, F. Tian, Y. Zhu, N. Lavlinskaia et H. Du, “Long-period gratings in photonic crystal fiber as an optofluidic label-free biosensor”, *Biosensors and Bioelectronics*, t. 26, p. 474, 2011.

[39] A. N. Chryssis, S. M. Lee, S. B. Lee, S. S. Saini et M. Dagenais, “High sensitivity evanescent field fiber bragg grating sensor”, *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 17, n° 6, p. 1253, 2005.

[40] X. Chen, K. Zhou, L. Zhang et I. Bennion, “Dual-peak long-period fiber gratings with enhanced refractive index sensitivity by finely tailored mode dispersion that uses the light cladding etching technique”, *Applied Optics*, t. 46, n° 4, p. 451, 2007.

[41] M. J. Yin, B. Huang, S. Gao, A. Pingzhang et X. Ye, “Optical fiber lpg biosensor integrated microfluidic chip for ultrasensitive glucose detection”, *Optics Express*, t. 7, n° 5, p. 2067, 2016.

[42] V. Bhatia et A. M. Vengsarkar, “Optical fiber long-period grating sensors”, *Optics Letters*, t. 21, n° 9, p. 692, 1996.

[43] D. K. C. Wu, B. T. Kuhlmey et B. J. Eggleton, “Ultrasensitive photonic crystal fiber refractive index sensor”, *Optics Letters*, t. 34, n° 3, p. 322, 2009.

[44] P. Antunes, F. Domingues, M. Granada et P. André, "Selected topics on optical fiber technology", in. InTech, 2012, chap. Mechanical Properties of Optical Fibers, p. 537.

[45] M. C. Estevez, M. Alvarez et L. M. Lechuga, "Integrated optical devices for lab-on-chip biosensing apllications", *Lasers Photonics Review*, t. 6, n° 4, p. 463, 2012.

[46] D. Janasek, J. Franzke et A. Manz, "Scaling and the design of miniaturized chemical-analysis systems", *Nature*, t. 442, p. 374, 2006.

[47] D. Psaltis, S. R. Quake et C. Yang, "Developing optofluidic technology through the fusion of microfluidics and optics", *Nature*, t. 442, p. 381, 2006.

[48] P. S. Dittrich et A. Manz, "Lab-on-a-chip : microfluidics in drug discovery", *Nature Reviews*, t. 5, p. 210, 2006.

[49] G. M. Whitesides, "The origins and the future of microfluidics", *Nature*, t. 442, p. 368, 2006.

[50] F. B. Myers et L. P. Lee, "Innovations in opticals microfluidic technologies for point-of-care diagnostics", *Lab on a Chip*, t. 8, p. 2015, 2008.

[51] D. Duval et L. M. Lechuga, "Breakthroughs in photonics 2012 : 2012 breakthroughs in lab-on-a-chip and optical biosensors", *IEEE Photonics Journal*, t. 5, n° 2, p. 0 700 906, 2013.

[52] C. R. Taitt, G. P. Anderson et F. S. Ligler, "Evanescent wave fluorescence biosensors : advances of the last decade", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 76, p. 103, 2016.

[53] A. Airoudj, D. Debarnot, B. Beche et F. Poncin-Epaillard, "Design and sensing properties of an integrated optical gas sensor based on a multilayer structure", *Analytical Chemistry*, t. 80, p. 9188, 2008.

[54] C. Mcdonagh, C. S. Burke et B. D. MacCraith, "Optical chemical sensors", *Chemical Reviews*, t. 108, p. 400, 2008.

[55] H. H. Qazi, A. B. bin Mohammad et M. Akram, "Recent progress in optical chemical sensors", *Sensors*, t. 12, p. 16 522, 2012.

[56] B. Liedberg, C. Nylander et I. Lundstrom, "Surface plasmon resonance for gas detection and biosensing", *Sensors and Actuators*, t. 4, p. 299, 1983.

[57] M. T. Flanagan et R. H. Pantell, "Surface plasmon resonance and immunosensors", *Electronics Letters*, t. 20, n° 23, p. 968, 1984.

[58] P. B. Daniels, J. K. Deacon, M. J. Eddowes et D. G. Pedley, "Surface plasmon resonance applied to immunosensing", *Sensors and Actuators*, t. 15, p. 11, 1988.

[59] J. Homola, S. S. Yee et G. Gauglitz, "Surface plasmon resonance sensors : review", *Sensors and Actuators B*, t. 54, p. 3, 1999.

[60] J. Homola, "Surface plasmon resonance sensors for detection of chemical and biological species", *Chemical Reviews*, t. 108, p. 462, 2008.

[61] http://biosensingusa.com/.

[62] http://www.bionavis.com/fr/.

[63] www.reichert.com.

[64] http://www3.gehealthcare.fr/.

[65] A. K. Sharma, R. Jha et B. D. Gupta, "Fiber-optic sensors based on surface plasmon resonance : a comprehensive review", *IEEE Sensors Journal*, t. 7, n° 8, p. 1118, 2007.

[66] J. Homola, "On the sensitivity of surface plasmon resonance sensors with spectral interrogation", *Sensors and Actuators B*, t. 41, p. 207, 1997.

[67] Z. Chen, L. Liu, Y. He et H. Ma, "Resolution enhancement of surface plasmon resonance sensors with spectral interrogation : resonant wavelength considerations", *Applied Optics*, t. 55, n° 4, p. 884, 2016.

[68] N. J. Tao, S. Boussaad, W. L. Huang, R. A. Arechabaleta et J. D'Agnese, "High resolution surface plasmon resonance spectroscopy", *Review of Scientific Instruments*, t. 70, n° 12, p. 4656, 1999.

[69] G. Nenninger, P. Tobiska, J. Homola et S. Yee, "Long-range surface plasmons for high-resolution surface plasmon resonance sensors", *Sensors and Actuators B*, t. 74, p. 145, 2001.

[70] F. C. Chien et S. J. Chen, "A sensitivity comparison of optical biosensors based on four different surface plasmon resonance modes", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 20, p. 633, 2004.

[71] G. Nenninger, P. Tobiska, J. Homola et S. Yee, "Cancer biomarker detection in serum samples using surface plasmon resonance and quartz crystal microbalance sensors with nanoparticle signal amplification", *Analytical Chemistry*, t. 84, p. 5898, 2012.

[72] P. Kvasnička, K. Chadt, M. Vala, M. Bocková et J. Homola, "Toward single-molecule detection with sensors based on propagating surface plasmons", *Optics Letters*, t. 37, n° 2, p. 163, 2012.

[73] M. Piliarik et J. Homola, "Surface plasmon resonance (spr) sensors : approaching their limits ?", *Optics Express*, t. 17, n° 19, p. 16 505, 2009.

[74] M. C. Estevez, M. A. Otte, B. Sepulveda et L. M. Lechuga, "Trends and challenges of refractometric nanoplasmonic biosensors : a review", *Analytica chimica Acta*, t. 806, p. 55, 2014.

[75] F. Fernandez, K. Hegnerova, M. Piliarik, F. Sanchez-Baeza, J. Homola et M. P. Marco, "A label-free and portable multichannel surface plasmon resonance immunosensor for on site analysis of antibiotics in milk samples", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 26, p. 1231, 2010.

[76] J. Cao, T. Sun et K. T. V. Grattan, "Gold nanorod-based localized surface plasmon resonance biosensors : a review", *Sensors and Actuators B : Chemical*, t. 195, p. 332, 2014.

[77] J. Dostalek, J. Ctyroky, J. Homola, E. Brynda, M. Skalsky, P. Nekvindova, J. Spirkova, J. Skvor et J. Schrofel, "Surface plasmon resonance biosensor based on integrated optical waveguide", *Sensors and Actuators B*, t. 76, p. 8, 2001.

[78] P. M. Nellen, K. Tiefenthaler et W. Lukosz, "Integrated optical input grating couplers as biochemical sensors", *Sensors and Actuators*, t. 15, p. 28, 1988.

[79] J. Voros, J. J. Ramsden, G. Csucs, I. Szendr, S. D. Paul, M. Textor et N. Spencer, "Optical grating coupler biosensors", *Biomaterials*, t. 23, p. 3699, 2002.

[80] W. Lukosz, D.Clerc, P. M. Nellen, C. Stamm et P. Weiss, "Output grating couplers on planar optical waveguides as direct immunosensors", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 6, p. 227, 1991.

[81] M. Wiki et R. E. Kunz, "Wavelength-interrogated optical sensor for biochemical applications", *Optics Letters*, t. 25, n° 7, p. 463, 2000.

[82] K. Cottier, M. Wiki, G. Voirin, H. Gao et R. E. Kunz, "Label-free highly sensitive detection of (small) molecules by wavelength interrogation of integrated optical chips", *Sensors and Actuators B*, t. 91, p. 241, 2003.

[83] J. Adrian, S. Pasche, J. M. Diserens, F. Sanchez-Baeza, H. Gao, M. P. Marco et G. Voirin, "Waveguide interrogated optical immunosensor (wios) for detection of sulfonamide antibiotics in milk", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 24, p. 3340, 2009.

[84] https://www.corning.com/media/worldwide/cls/documents/CLS-ES-002%20REV7%20DL%20%283%29.pdf.

[85] http://www.owls-sensors.com/.

[86] E. Yablonovich, "Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics", *Physical Review Letters*, t. 58, n° 20, p. 2059, 1987.

[87] S. John, "Strong localization of photons in certain disordered dielectric superlattices", *Physical Review Letters*, t. 58, n° 23, p. 2486, 1987.

[88] J. S. Foresi, P. R. Villeneuve, J. Ferrera, E. R. Thoen, G. Steinmeyer, S. Fan, J. D. Joannopoulos, L. C. Kimerling, H. I. Smith et E. P. Ippen, "Photonic-bandgap microcavities in optical waveguides", *Nature*, t. 390, p. 143, 1997.

[89] S. Mandal et D. Erickson, "Nanoscale optofluidic sensor arrays", *Optics Express*, t. 16, n° 3, p. 1623, 2008.

[90] E. Chow, A. Grot, L. W. Mirkarimi, M. Sigalas et G. Girolami, "Ultracompact biochemical sensor built with two-dimensional photonic crystal microcavity", *Optics Letters*, t. 35, n° 15, p. 2523, 2004.

[91] S. Chakravarty, X. Chen, N. Tang, W. C. Lai, Y. Zou, H. Yan et R. T. Chen, "Review of design principles of 2d photonic crystal microcavity biosensors in silicon and their applications", *Frontiers of Optoelectronics*, t. 9, n° 2, p. 206, 2016.

[92] C. Y. Kuo, S. Y. Lu, S. Chen, M. Bernards et S. Jiang, "Stop band shift based chemical sensing with three-dimensional opal and inverse opal structures", *Sensors and Actuators B*, t. 124, p. 452, 2007.

[93] J. Wu, D. Day et M. Gu, "A microfluidic refractive index sensor based on a three-dimensional photonic crystal", *Applied Physics Letters*, t. 92, n° 071108, p. 1, 2008.

[94] D. Dorfner, T. Zabel, T. Hürlimann, N. Hauke, L. Frandsen, U. Rant, G. Abstreiter et J. Finley, "Photonic crystal nanostructures for optical biosensing applications", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 24, p. 3688, 2009.

[95] J. Jagerska, H. Zhang, Z. Diao, N. L. Thomas et R. Houdre, "Refractive index sensing with an air-slot photonic crystal nanocavity", *Optics Letters*, t. 35, n° 15, p. 2523, 2010.

[96] S. Kita, K. Nozaki et T. Baba, "Refractive index sensing utilizing a cw photonic crystal nanolaser and its array configuration", *Optics Express*, t. 16, n° 11, p. 8174, 2008.

[97] S. Mandal, J. M. Goddard et D. Erickson, "A multiplexed optofluidic biomolecular sensor for low mass detection", *Lab on a Chip*, t. 9, n° 3, p. 2924, 2009.

[98] S. Chakravarty, W. C. Lai, Y. Zou, H. A. Drabkin, R. M. Gemmill, G. R. Simon, S. H. Chin et R. T. Chen, "Multiplexed specific label-free detection of nci-h358 lung cancer cell line lysates with silicon based photonic crystal microcavity biosensors", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 43, p. 50, 2013.

[99] A. K. Sana, K. Honzawa, Y. Amemiya et S. Yokoyama, "Silicon photonic crystal resonators for label free biosensor", *Japanese Journal of Applied Physics*, t. 55, n° 04EM11, p. 1, 2016.

[100] Y. Liu, P. Hering et M. O. Scully, "An integrated optical sensor for measuring glucose concentration", *Applied Physics B*, t. 54, p. 18, 1992.

[101] R. G. Heideman, R. Kooyman et J. Greve, "Performance of a highly sensitive optical waveguide mach-zehnder interferometer immunosensor", *Sensors and Actuators B*, t. 10, p. 209, 1993.

[102] R. G. Heideman et P. V. Lambeck, "Remote opto-chemical sensing with extreme sensitivity : design, fabrication and performance of a pigtailed integrated optical phase-modulated mach–zehnder interferometer system", *Sensors and Actuators B*, t. 61, p. 100, 1999.

[103] Q. Liu, X. Tu, K. W. Kim, J. S. Kee, Y. Shin, K. Han, Y. J. Yoon, G. Q. Lo et M. K. Park, "Highly sensitive mach–zehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide", *Sensors and Actuators B*, t. 188, p. 681, 2013.

[104] P. Kozma, F. Kehl, E. Ehrentreich-Förster, C. Stamm et F. F. Bier, "Integrated planar optical waveguide interferometer biosensors : a comparative review", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 58, p. 287, 2014.

[105] V. Toccafondo et C. J. Oton, "Robust and low-cost interrogation technique for integrated photonic biochemical sensors based on mach–zehnder interferometers", *Photonics Research*, t. 4, n° 2, p. 57, 2009.

[106] http://www.optisense.nl/index.php.

[107] A. Brandenburg et R. Henniger, "Integrated optical young interferometer", *Applied Optics*, t. 33, n° 25, p. 5941, 1994.

[108] V. M. N. Passaro, F. Dell'Olio et F. D. Leonardis, "Ammonia optical sensing by microring resonators", *Sensors*, t. 7, p. 2741, 2007.

[109] H. K. P. Mulder, C. Blum, V. Subramaniam et J. S. Kange, "Size-selective analyte detection with a young interferometer sensor using multiple wavelengths", *Optics Express*, t. 24, n° 8, p. 8594, 2016.

[110] A. Brandenburg, R. Krauter, C. Künzel, M. Stefan et H. Schulte, "Interferometric sensor for detection of surface-bound bioreactions", *Applied Optics*, t. 39, n° 34, p. 6396, 2000.

[111] A. Ymeti, J. S. Kanger, R. Wijn, P. V. Lambeck et J. Greve, "Development of a multichannel integrated interferometer immunosensor", *Sensors and Actuators B*, t. 83, p. 1, 2002.

[112] K. Schmitt, B. Schirmer, C. Hoffmann, A. Brandenburg et P. Meyrueis, "Interferometric biosensor based on planar optical waveguide sensor chips for label-free detection of surface bound bioreactions", *Biosensors and Bioelectronic*, t. 22, p. 2591, 2007.

[113] A. Ymeti, J. S. Kanger, J. Greve, P. V. Lambeck, R. Wijn et R. G. Heideman, "Realization of a multichannel integrated young interferometer chemical sensor", *Applied Optics*, t. 42, n° 28, p. 5649, 2003.

[114] B. H. Schneider, J. G. Edwards et N. F. Hartman, "Hartman interferometer : versatile integrated optic sensor for label-free, real-time quantification of nucleic acids, proteins, and pathogens", *Clinical Chemistry*, t. 43, n° 9, p. 1757, 1997.

[115] G. H. Cross, A. A. Reeves, S. Brand, J. F. Popplewell, L. L. Peel, M. J. Swann et N. J. Freeman, "A new quantitative optical biosensor for protein characterisation", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 19, p. 383, 2003.

[116] K. E. Zinoviev, A. B. González-Guerrero, C. Domínguez et L. M. Lechuga, "Integrated bimodal waveguide interferometric biosensor for label-free analysis", *Journal of Lightwave Technology*, t. 29, n° 13, p. 1926, 2011.

[117] P. Kozma, A. Hámori, S. Kurunczi, K. Cottier et R. Horvath, "Grating coupled optical waveguide interferometer for label-free biosensing", *Sensors and Actuators B*, t. 155, p. 446, 2011.

[118] H. J. Tarigan, P. Neill, C. K. Kenmore et D. J. Bornhop, "Capillary-scale refractive index detection by interferometric backscatter", *Analytical Chemistry*, t. 68, p. 1762, 1996.

[119] http://www.creoptix.com/.

[120] http://molsense.com/technology/.

[121] A. N. Oraevsky, "Whispering-gallery waves", *Quantum Electronics*, t. 32, n° 5, p. 377, 2002.

[122] T. Claes, J. G. Molera, K. D. Vos, E. Schacht, R. Baets et P. Bienstman, "Label-free biosensing with a slot-waveguide-based ring resonator in silicon on insulator", *IEEE Photonics Journal*, t. 1, n° 3, p. 197, 2009.

[123] A. Maalouf, M. Gadonna, D. Bosc et I. Hardy, "Integrated polymers (pvci/pmatrife) microring resonators for low power tunable filters", *Optics Communications*, t. 285, n° 20, p. 4088, 2012.

[124] P. Rabiei, W. H. Steier, C. Zhang et L. R. Dalton, "Polymer micro-ring filters and modulators", *Journal of Lightwave Technology*, t. 20, n° 11, p. 1968, 2002.

[125] J. V. Campenhout, L. Liu, P. R. Romeo, D. V. Thourhout, C. Seassal, P. Regreny, L. D. Cioccio, J. Fedeli et R. Baets, "A compact soi-integrated multiwavelength laser source based on cascaded inp microdisks", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 20, nº 16, p. 1345, 2008.

[126] B. Bhola, H. C. Song, H. Tazawa et W. H. Steier, "Polymer microresonator strain sensors", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 17, nº 4, p. 867, 2005.

[127] A. B. Matsko, A. A. Savchenkov, V. S. Ilchenko et L. Maleki, "Optical gyroscope with whispering gallery mode optical cavities", *Optics Communictions*, t. 233, p. 107, 2004.

[128] M. Brenci, R. Calzolai, F. Cosi, G. N. Conti, S. Pelli et G. C. Righini, "Microspherical resonators for biophotonic sensors", *Proceedings of SPIE*, t. 6158, nº 61580S, p. 1, 2006.

[129] H. K. Hunt, C. Soteropulos et A. M. Armani, "Bioconjugation strategies for microtoroidal optical resonators", *Sensors*, t. 10, p. 9317, 2010.

[130] M. Ghulinyan, D. Navarro-Urrios, A. Pitanti, A. Lui, G. Pucker et L. Pavesi, "Whispering-gallery modes and light emission from a si-nanocrystal-based single microdisk resonator", *Optics Express*, t. 16, nº 17, p. 13 218, 2008.

[131] I. M. White, H. Zhu, J. D. Suter, X. Fan et M. Zourob, "Label-free detection with the liquid core optical ring resonator sensing platform", *Methods in Molecular Biology*, t. 503, p. 139, 2009.

[132] A. Chiasera, Y. Dumeige, P. Feron, M. Ferrari, Y. Jestin, G. N. Conti, S. Pelli, S. Soria et G. C. Righini, "Spherical whispering-gallery-mode microresonators", *Laser and Photonics Reviews*, t. 4, nº 3, p. 457, 2010.

[133] G. C. Righini et S. Soria, "Biosensing by wgm microspherical resonators", *Sensors*, t. 16, p. 905, 2016.

[134] A. Rasoloniaina, V. Huet, T. K. N. Nguye, E. L. Cren, M. Mortier, L. Michely, Y. Dumeige et P.Feron, "Controling the coupling properties of active ultrahigh-q wgm microcavities from undercoupling to selective amplification", *Scientific Reports*, t. 4, nº 4023, p. 1, 2014.

[135] N. M. Hanumegowda, C. J. Stica, B. C. Patel, I. White et X. Fan, "Refractometric sensors based on microsphere resonators", *Applied Physics Letters*, t. 87, nº 201107, p. 1, 2005.

[136] I. M. White, N. M. Hanumegowda et X. Fan, "Subfemtomole detection of small molecules with microsphere sensors", *Optics Express*, t. 30, nº 23, p. 3189, 2005.

[137] X. Fan, I. M. White, H. Zhu, J. D. Suter et H. Oveys, "Overview of novel integrated optical ring resonator bio/chemical sensors", *Proceedings of SPIE*, t. 6452, nº 65520M, p. 1, 2007.

[138] A. M. Armani, R. P. Kulkarni, S. E. Fraser, R. C. Flagan et K. J. Vahala, "Label-free, single-molecule detection with optical microcavities", *Science*, t. 317, p. 783, 2007.

[139] T. Lu, H. Lee, T. Chen, S. Herchak, J. H. Kim, S. E. F. ans R. C. Flagan et K. Vahala, "High sensitivity nanoparticle detection using optical microcavities", *Proceedings of the National Academy of Sciences USA*, t. 108, nº 15, p. 5976, 2011.

[140] S. M. Grist, S. A. Schmidt, J. Flueckiger, V. Donzella, W. Shi, S. T. Fard, J. T. Kirk, D. M. Ratner, K. C. Cheung et L. Chrostowsk, "Silicon photonic micro-disk resonators for label-free biosensing", *Optics Express*, t. 21, n° 7, p. 7994, 2013.

[141] S. Lee, S. C. Eom, J. S. Chang, C. Huh, G. Y. Sung et J. H. Shin, "Label-free optical biosensing using a horizontal air-slot sinx microdisk resonator", *Optics Express*, t. 18, n° 20, p. 20 638, 2010.

[142] J. Hu, N. Carlie, N. Feng, L. Petit, A. Agarwal, K. Richardson et L. Kimerling, "Planar waveguide-coupled, high-index-contrast, high-q resonators in chalcogenide glass for sensing", *Optics Express*, t. 33, n° 21, p. 2500, 2008.

[143] L. Stern, I. Goykhman, B. Desiatov et U. Levy, "Frequency locked micro disk resonator for real time and precise monitoring of refractive index", *Optics Letters*, t. 37, n° 8, p. 1313, 2012.

[144] C. Doolin, P. Doolin, B. C. Lewis et J. P. Davis, "Refractometric sensing of li salt with visible-light si3n4 microdisk resonators", *Applied Physics Letters*, t. 106, p. 081 104, 2014.

[145] H. Zhu, I. M. White, J. D. Suter, M. Zourob et X. Fan, "Integrated refractive index optical ring resonator detector for capillary electrophoresis", *Analytical Chemistry*, t. 79, p. 930, 2007.

[146] I. M. White, H. Oveys et X. Fan, "Liquid-core optical ring-resonator sensors", *Optics Letters*, t. 31, n° 9, p. 1319, 2006.

[147] F. Ghasemi, E. S. Hosseini, X. Song, D. S. Gottfried, M. Chamanzar, M. Raeiszadeh, R. D. Cummings, A. A. Eftekhar et A. Adibi, "Multiplexed detection of lectins using integrated glycan-coated microring resonators", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 80, p. 682, 2016.

[148] U. Plachetka, N. Koo, T. Wahlbrink, J. Bolten, M. Waldow, T. Plötzing, M. Först et H. Kurz, "Fabrication of photonic ring resonator device in silicon waveguide technology using soft uv-nanoimprint lithography", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 20, n° 7, p. 490, 2008.

[149] A. H. J. Yang et D. Erickson, "Optofluidic ring resonator switch for optical particle transport", *Lab on a Chip*, t. 10, p. 769, 2009.

[150] K. D. Vos, I. Bartolozzi, E. Schacht, P.Bienstman et R. Baets, "Silicon-on-insulator microring resonator for sensitive and label-free biosensing", *Optics Express*, t. 15, n° 12, p. 7610, 2007.

[151] W. Bogaerts, P. D. Heyn, T. V. Vaerenbergh, K. D. Vos, S. K. Selvaraja, P. Dumon, P. Bienstman, D. V. Thourhout et R. Baets, "Silicon microring resonators", *Laser and Photonics Reviews*, t. 6, n° 1, p. 47, 2012.

[152] S. Yan, M. Li, L. Luo, K. Ma, C. Xue et W. Zhang, "Optimisation design of coupling region based on soi micro-ring resonator", *Micromachines*, t. 6, p. 151, 2015.

[153] D. X. Xu, A. Densmore, P. Waldron, J. Lapointe, E. Post, A. Delâge, S. Janz, P. Cheben, J. H. Schmid et B. Lamontagne, "High bandwidth soi photonic wire ring resonators using mmi couplers", *Optics Express*, t. 15, n° 6, p. 3149, 2007.

[154] A. Ramachandran, S. Wang, J. Clarke, S. Ja, D. Goad, L. Wald, E. Flood, E. Knobbe, J. Hryniewicz, S. Chu, D. Gill, W. Chen, O. King et B. Little, "A universal biosensing platform based on optical micro-ring resonators", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 23, p. 939, 2008.

[155] H. Sohlstrom et M. Oberg, "Refractive index measurement using integrated ring resonators", *Proceedings of Eighth European conference on Integrated Optics*, p. 322, 1997.

[156] C. Y. Chao et L. J. Guo, "Biochemical sensors based on polymer microrings with sharp asymmetrical resonance", *Applied Physics Letters*, t. 83, p. 1527, 2003.

[157] A. Yalçin, K. C. Popat, J. C. Aldridge, T. A. Desai, J. Hryniewicz, N. Chbouki, B. E. Little, O. King, V. Van, S. Chu, D. Gill, M. Anthes-Washburn, M. Selim et B. B. Goldberg, "Optical sensing of biomolecules using microring resonators", *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, t. 12, n° 1, p. 148, 2006.

[158] K. D. Vos, J. Girones, S. Popelka, E. Schacht, R. Baets et P.Bienstman, "Soi optical microring resonator with poly(ethylene glycol) polymer brush for label-free biosensor applications", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 24, p. 2528, 2009.

[159] K. D. Vos, J. Girones, T. Claes, Y. D. Koninck, S. Popelka, E. Schacht, R. Baets et P. Bienstman, "Multiplexed antibody detection with an array of silicon-on-insulator microring resonators", *IEEE Photonics Journal*, t. 1, n° 4, p. 225, 2009.

[160] M. S. Luchansky, A. L. Washburn, T. A. Martin, M. Iqbal, L. C. Gunn et R. C. Bailey, "Characterization of the evanescent field profile and bound mass sensitivity of a label-free silicon photonic microring resonator biosensing platform", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 26, p. 1283, 2010.

[161] C. Delezoide, M. Salsac, J. Lautru, H. Leh, C. Nogues, J. Zyss, M. Buckle, I. Ledoux-Rak et C. Nguyen, "Vertically coupled polymer microracetrack resonators for label-free biochemical sensors", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 24, n° 4, p. 270, 2011.

[162] http://www.genalyte.com/.

[163] G. D. Kim, G. S. Son, H. S. Lee, K. D. Kim et S. S. Lee, "Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers", *Optics Communications*, t. 281, p. 4644, 2008.

[164] M. S. Kwon et W. H. Steier, "Microring-resonator-based sensor measuring both the concentration and temperature of a solution", *Optics Express*, t. 16, n° 13, p. 9372, 2008.

[165] S. M. C. Abdulla, B. M. de Boer, J. M. Pozo, J. H. van den Berg, A. Abutan, R. A. J. Hagen, D. M. R. Locascio et P. J. Harmsma, "Sensing platform based on micro-ring resonator and on-chip reference sensors in soi", *Proceedings of SPIE*, t. 8990, n° 8990W, p. 1, 2014.

[166] M. W. Royal, N. M. Jokerst et R. B. Fair, "Integrated sample preparation and sensing polymer microresonator sensors embedded in digital electrowetting microfluidic systems", *IEEE Photonics Journal*, t. 4, n° 6, p. 2126, 2012.

[167] L. Wang, V. Kodeck, S. V. Vlierberghe, J. Ren, J. Teng, X. Han, X. Jian, R. Baets, G. Morthier et M. Zhao, "A low cost photonic biosensor built on a polymer platform", *Proceedings of SPIE*, t. 8311, n° 831122, p. 1, 2011.

[168] D. Ullien, P. J. Harmsma, S. M. C. Abdulla, B. M. de Boer, D. Bosma, E. J. R. Sudhölter, L. C. P. M. de Smet et W. F. Jager, "Protein detection on biotin-derivatized polyallylamine by optical microring resonators", *Optics Express*, t. 22, n° 13, p. 16 585, 2014.

[169] R. Orghici, P. Lützow, J. Burgmeier, J. Koch, H. Heidrich, W. Schade, N. Welschoff et S. Waldvogel, "A microring resonator sensor for sensitive detection of 1,3,5-trinitrotoluene (tnt)", *Sensors*, t. 10, p. 6788, 2010.

[170] J. Liu, X. Zhou, Z. Qiao, J. Zhang, C. Zhang, T. Xiang, L. Shui, Y. Shi et L. Liu, "Integrated optical chemical sensor based on an soi ring resonator using phase-interrogation", *IEEE Photonics Journal*, t. 6, n° 5, p. 6 802 207, 2014.

[171] R. Guider, D. G. fi, T. Chalyan, L. Pasquardini, A. Samusenko, C. Pederzolli, G. Pucker et L. Paves, "Sensitivity and limit of detection of biosensors based on ring resonators", *Sensing and Bio-Sensing Research*, t. 6, p. 99, 2015.

[172] P. K. Tien, "Light waves in thin films and integrated optics", *Applied Optics*, t. 10, n° 11, p. 2395, 1971.

[173] D. X. Xu, A. Densmore, A. Delâge, P. Waldron, R. McKinnon, S. Janz, J. Lapointe, G. Lopinski, T. Mischki, E. Post, P. Cheben et J. H. Schmid, "Folded cavity soi microring sensors for high sensitivity and real time measurement of biomolecular binding", *Optics Express*, t. 16, n° 19, p. 15 137, 2008.

[174] S. Hu, K. Qin, I. I. Kravchenko, S. T. Retterer et S. M. Weiss, "Suspended micro-ring resonator for enhanced biomolecule detection sensitivity", *Proceedings of SPIE*, t. 8933, n° 893306, p. 1, 2014.

[175] X. Li, Z. zhang, S. Qin, T. Wang, F. Liu, M. Qiu et Y. Su, "Sensitive label-free and compact biosensor based on concentric silicon-on-insulator microring resonators", *Applied Optics*, t. 48, n° 25, F90, 2009.

[176] H. Ren, C. L. Zou, J. Lu, L. L. xue, S. Guo, Y. Qin et W. Hu, "Highly sensitive intensity detection by a self-interference micro-ring resonator", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 28, n° 13, p. 1469, 2016.

[177] G. Y. Oh, T. K. Lee, H. S. Kim, D. G. Kim et Y. W. Cho, "Design of ultrasensitive biosensor applying surface plasmon resonance to a triangular resonator", *Optics Express*, t. 20, n° 17, p. 19 067, 2012.

[178] J. Hu et D. Dai, "Cascaded-ring optical sensor with enhanced sensitivity by using suspended si-nanowires", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 23, n° 13, p. 842, 2011.

[179] K. Malmir, H. Habibiyan et H. Ghafoorifard, "An ultrasensitive optical label-free polymeric biosensor based on concentric triple microring resonators with a central microdisk resonator", *Optics Communications*, t. 365, p. 150, 2016.

[180] L. Sun, J. Yuan, T. Ma, X. Sang, B. Yan, K. Wang et C. Yu, "Design and optimization of silicon concentric dual-microring resonators for refractive index sensing", *Optics Communications*, 2016.

[181] R. Zafar, K. Sethia, V. Mathur, T. Arora, U. Kabra, V. Pathak et M. Salim, "Ultra-high sensitive plasmonic refractive index sensor based on ring resonator", *IEEE Conference EESCO*, 2015.

[182] X. Jiang, J. Ye, J. Zou, M. Li et J. J. He, "Cascaded silicon-on-insulator double-ring sensors operating in high-sensitivity transverse-magnetic mode", *Optics Letters*, t. 38, n° 8, p. 1349, 2013.

[183] L. Jin, M. Li et J. J. He, "Highly-sensitive silicon-on-insulator sensor based on two cascaded micro-ring resonators with vernier effect", *Optics Communications*, t. 284, p. 156, 2011.

[184] T. Claes, W. Bogaerts et P. Bienstman, "Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the vernier-effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit", *Optics Express*, t. 18, n° 22, p. 22 747, 2010.

[185] V. Zamora, P. Lützow, M. Weiland et D. Pergande, "A highly sensitive refractometric sensor based on cascaded sin microring resonators", *Sensors*, t. 13, p. 14 601, 2013.

[186] J. T. Robinson, L. Chen et M. Lipson, "On-chip gas detection in silicon optical microcavities", *Optics Express*, t. 16, n° 6, p. 4296, 2008.

[187] C. A. Barrios, K. B. Gylfason, B. Sánchez, A. Griol, H. Sohlström, M. Holgado et R. Casquel, "Slot-waveguide biochemical sensor", *Optics Letters*, t. 32, n° 21, p. 3080, 2007.

[188] C. A. Barrios, M. J. Banuls, V. Gonzalez-Pedro, K. B. Gylfason, B. Sánchez, A. Griol, A. Maquieira, H. Sohlström, M. Holgado et R. Casquel, "Label-free optical biosensing with slot-waveguides", *Optics Letters*, t. 33, n° 7, p. 708, 2008.

[189] C. F. Carlborg, K. B. Gylfason, A. Kaźmierczak, F. Dortu, M. J. B. Polo, A. M. Catala, G. M. Kresbach, H. Sohlström, T. Moh, L. Vivien, J. Popplewell, G. Ronan, C. A. Barrios, G. Stemmea et W. van der Wijngaarta, "A packaged optical slot-waveguide ring resonator sensor array for multiplex label-free assays in labs-on-chips", *Lab on a Chip*, t. 10, n° 3, p. 281, 2010.

[190] M. Mancuso, J. M. Goddard et D. Erickson, "Nanoporous polymer ring resonators for biosensing", *Optics Express*, t. 20, n° 1, p. 245, 2012.

[191] M. Gabalis, D. Urbonas et R. Petruskevicius, "A perforated microring resonator for optical sensing applications", *Journal of Optics*, t. 16, n° 105003, p. 1, 2014.

[192] S. M. Weiss, G. Rong et J. L. Lawrie, "Current status and outlook for silicon-based optical biosensors", *Physica E*, t. 41, p. 1071, 2009.

[193] I. Rea, M. Iodice, G. Coppola, I. Rendina, A. Marino et L. D. Stefano, "A porous silicon-based bragg grating waveguide sensor for chemical monitoring", *Sensors and Actuators B : Chemical*, t. 139, p. 39, 2009.

[194] X. Wei et S. M. Weiss, "Guided mode biosensor based on grating coupled porous silicon waveguide", *Optics Express*, t. 19, n° 12, p. 11 330, 2011.

[195] L. A. DeLouise, P. M. Kou et B. L. Miller, "Cross-correlation of optical microcavity biosensor response with immobilized enzyme activity. insights into biosensor sensitivity", *Analytical Chemistry*, t. 77, p. 3222, 2005.

[196] K. Kim et T. E. Murphy, "Porous silicon integrated mach-zehnder interferometer waveguide for biological and chemical sensing", *Optics Express*, t. 21, n° 17, p. 19 488, 2013.

[197] G. A. Rodriguez, S. Hu et S. M. Weiss, "Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications", *Optics Express*, t. 23, n° 6, p. 7111, 2015.

[198] M. Hiraoui, M. Guendouzand, N. Lorrain, L. Haji et M. Oueslati, "Buried anti resonant reflecting optical waveguide based on porous silicon material for an integrated mach zehnder structure", *Applied Physics Letters*, t. 36, p. 212, 2012.

[199] N. Lorrain, M. Hiraoui, M. Guendouz et L. Haji, "Functionalization control of porous silicon optical structures using reflectance spectra modeling for biosensing applications", *Materials Science and Engineering B*, t. 176, p. 1047, 2011.

[200] M. Hiraoui, L. Haji, M. Guendouz, N. Lorrain, A. Moadhen et M. Oueslati, "Towards a biosensor based on anti resonant reflecting optical waveguide fabricated from porous silicon", *Biosensors and Bioelectronics*, t. 36, p. 212, 2012.

[201] P. D. Trinh, S. Yegnanarayanan et B. Jalali, "Integrated optical directional couplers in silicon-on-insulator", *Electronics Letters*, t. 31, n° 24, p. 2097, 1995.

[202] C. Dragone, C. A. Edwards et R. C. Kistler, "Integrated optics nxn multiplexer on silicon", *IEEE Photonics Technology Letters*, t. 3, n° 10, p. 896, 1991.

[203] A. W. Snyder et J. D. Love, *Optical Waveguide Theory*. Chapman et Hall, 1983.

[204] B. E. A. Saleh et M. C. Teich, *Fundamentals of Photonics*. Wiley, second edition, 2007.

[205] D. L. Lee, *Electromagnetic Pinciples of Integrated Optics*. Wiley, 1986.

[206] R. G. Hunsperger, *Integrated Optics : Theory and Technology*. Springer-Verlag, Third Edition, 1991.

[207] P. Pirasteh, "Etude de guides d'onde en matériaux nanocomposites à base de silicium poreux", thèse de doct., Université de Rennes 1, 2005.

[208] A. Maalouf, "Contribution à l'étude des procédés de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères", thèse de doct., Université de Rennes 1, 2007.

[209] W. Theiss, "Optical properties of porous silicon", *Surface Science Reports*, t. 29, p. 91, 1997.

[210] E. A. J. Marcatili, "Bends in optical dielectric guides", *Bell system technical journal*, t. 48, n° 7, p. 2103, 1969.

[211] D. Marcuse, "Bending losses of the asymmetric slab waveguide", *Bell system technical journal*, t. 50, n° 8, p. 2551, 1971.

[212] R. J. Deri et E. Kapon, "Low-loss iii-v semiconductor optical waveguides", *IEEE Journal of Quantum Electronics*, t. 27, n° 3, p. 626, 1991.

[213] Y. A. Vlasov et S. J. McNab, "Losses in single-mode silicon-on-insulator strip waveguides and bends", *Optics Express*, t. 12, n° 8, p. 1622, 2004.

[214] Y. Takuma, M. Miyagi et S. Kawakami, "Bent asymmetric dielectric slab waveguides : a detailed analysis", *Applied Optics*, t. 20, n° 13, p. 2291, 1981.

[215] E. A. J. Marcatili, "Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics", *Bell system technical journal*, t. 48, p. 2071, 1969.

[216] A. Yariv, "Coupled-mode theory for guided-wave optics", *IEEE Journal Quantum Electronics*, t. 9, n° 9, p. 919, 2006.

[217] S. E. Miller, "Coupled wave theory and waveguide applications", *Bell system technical journal*, t. 33, n° 3, p. 661, 1954.

[218] A. Yariv, "Universal relations for coupling of optical power between microresonators and dielectric waveguides", *Electronics Letters*, t. 36, n° 4, p. 321, 2000.

[219] W. R. McKinnon, D. X. Xu, C. Storey, E. Post, A. Densmore, A. Delage, P. Waldron, J. H. Schmid et S. Janz, "Extracting coupling and loss coefficients from a ring resonator", *Optics Express*, t. 17, n° 21, p. 18 971, 2009.

[220] C. Arnaud, "Etude de fonctions actives et/ou passives à base de micro-résonateurs à modes de galerie", thèse de doct., Université de Rennes 1, 2006.

[221] H. yi, D. S. Citrin et Z. Zhou, "Highly sensitive athermal optical microring sensor based on intensity detection", *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, t. 47, n° 3, p. 354, 2011.

[222] Y. Sanogo, A. F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak et C. T. Nguyen, "Phase sensitive-optical low coherence interferometer : a new protocol to evaluate the performance of optical micro-resonators", *Journal of Lightwave Technology*, t. 31, n° 1, p. 111, 2013.

[223] C. Y. Chao, "Polymer microring resonator and its application as a biosensor", thèse de doct., University of Michigan, 2005.

[224] C. Delezoide, "Microrésoanteur en anneaux polymères pour capteurs optofluidiques à champ evanescent", thèse de doct., Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2012.

[225] K. Okamoto, *Fundamentals of Optical Waveguides*. Academic Press, 2006.

[226] H. Ma, A. K. Y. Jen et L. R. Dalton, "Polymer-based optical waveguides : materials, processing and devices", *Advanced materials*, t. 14, n° 19, p. 1339, 2002.

[227] L. Eldada et L. W. Shacklette, "Avances in polymer integrated optics", *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, t. 6, n° 1, p. 54, 2000.

[228] T. Beltrani, M. Bösch, R. Centore, S. Concilio, P. Günter et A. Sirigu, "Nonlinear optical properties of polymers containing a new azophenylbenzoxazole chromophore", *Polymer*, t. 42, p. 4025, 2001.

[229] A. Maalouf, D. Bosc, P. Grosso, M. Gadonna, M. Thual, F. Henrio et S. Haesaert, "Wide tunable thermo-optical filters with polymer micro-ring resonators", *Proceedings of SPIE*, t. 6996, n° 69961S, p. 1, 2008.

[230] A. Maalouf, C. Bastianelli, F. Mahé, A. Belmiloudi, M. Gadonna et D. Bosc, "Improved integrated resonators in polymer technology for tunable filter", *Proceedings of SPIE*, t. 8431, n° 843124, p. 1, 2012.

[231] A. Maalouf, M. Gadonna, D. Bosc et I. Hardy, "An improvement in standard photolithography resolution based on kirchhoff diffraction studies", *Journal of Physics D : Applied Physics*, t. 42, n° 015106, p. 1, 2009.

[232] K. Tamaki, H. Takase, Y. Eriyama et T. Ukachi, "Recent progress on polymer waveguide materials", *Journal of photopolymer science and technologoy*, t. 16, n° 5, p. 639, 2003.

[233] H. Lorenz, M. Despont, N. Fahrni, N. LaBianca, P. Renaud et P. Vettiger, "Su-8 : a low-cost negative resist for mems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, t. 7, p. 121, 1997.

[234] L. H. Tam et D. Lau, "Moisture effect on the mechanical and interfacial properties of epoxy-bonded material system : an atomistic and experimental investigation", *Polymer*, t. 57, p. 132, 2015.

[235] A. P. Gadre, A. J. Nijdam, J. A. Garra, A. H. Monica, M. C. Cheng, C. Luo, Y. N. Srivastava, T. W. Schneider, T. J. Long, R. C. White, M. Paranjape et J. F. Currie, "Fabrication of a fluid encapsulated dermal patch using multilayered su-8", *Sensors and Actuators A*, t. 114, p. 478, 2004.

[236] H. Mahe, "Contribution à l'étude de la réalisation de fonctions electro-optiques intégrées en polymère", thèse de doct., Université de Rennes 1, 2012.

[237] J. B. K. Kana, J. M. Ndjaka, G. Vignaud, A. Gibaud et M. Maaza, "Thermally tunable optical constants of vanadium dioxide thin films measured by spectroscopic ellipsometry", *Optics communications*, t. 284, p. 807, 2011.

[238] H. G. Tompkins et E. A. Irene, *Handbook of ellipsometry*. Springer, 2005.

[239] K. K. Tung, W. H. Wong et e. Y. B. Pun, "Polymeric optical waveguides using direct ultraviolet photolithography process", *Applied Physics A - Materials Science and Processing*, t. 80, p. 621, 2005.

[240] C. S. Hunag et W. C. Wang, "Large-core single-mode rib su8 waveguide using solvent-assisted microcontact molding", *Applied Optics*, t. 47, n° 25, p. 4540, 2008.

[241] D. Salazar-Miranda, F. F. Castillon, J. J. Sanchez-Sanchez, J. L. Angel-Valenzuela et H. Marquez, "Refractive index modulation of su-8 polymer optical waveguides by means of hybrid photothermal process", *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, t. 9, n° 1, p. 85, 2010.

[242] D. Bosc, A. Maalouf, K. Messaad, H. Mahé et L. Bodiou, "Advanced analysis of optical loss factors in polymers for integrated optics circuits", *Optical Materials*, t. 35, p. 1207, 2013.

[243] D. Kato, "Light coupling from a stripegeometry gaas diode laser into an optical fiber with spherical end", *Journal of Applied Physics*, t. 44, n° 6, p. 2756, 1973.

[244] H. Kogelnik, "Coupling and conversion coefficients for optical modes", *Proceeding Symposium Quasi-Optics*, t. 14, p. 333, 1964.

[245] M. Saruwatari et K. Nawata, "Semiconductor laser to single-mode fiber coupler", *Applied Optics*, t. 18, n° 11, p. 1847, 1979.

[246] M. Thual, P. Chanclou, O. Gautreau, L. Caledec, C. Guignard et P. Besnard, "Appropriate micro-lens to improve coupling between laser diodes and singlemode fibres", *Electronics Letters*, t. 39, n° 21, p. 1, 2003.

[247] M. Thual, G. Moreau, J. Ribette, P. Rochard, M. Gadonna et J. C. Simon, "Micro-lens on polarization maintaining fibre for coupling with 1.55μm quantum dot devices", *Optics Communications*, t. 255, p. 278, 2005.

[248] B. Bêche, N. Pelletier, E. Gaviot et J. Zyss, "Single-mode te00-tm00 optical waveguides on su8 polymer", *Optics communications*, t. 230, p. 91, 2004.

[249] J. K. S. Poon, Y. Huang, G. T. Paloczi et A. Yariv, "Soft lithography replica molding of critically coupled polymer microring resonators", *IEEE Photonics technology letters*, t. 16, n° 11, p. 2496, 2004.

[250] M. Nordström, D. A. Zauner, A. Boisen et J. Hübner, "Single-mode waveguides with su-8 polymer core and cladding for moems applications", *Journal of Lightwave Technology*, t. 25, n° 5, p. 1284, 2007.

[251] K. K. Tung, W. H. Wong et E. Y. B. Pun, "Polymeric optical waveguides using direct ultraviolet photolithography process", *Applied physics A*, t. 80, p. 621, 2005.

[252] S. Samanta, P. K. Dey, P. Banerji et P. Ganguly, "Comparative study between the results of effective index based matrix method and characterization of fabricated su-8 waveguide", *Optics communications*, t. 382, p. 632, 2016.

[253] F. Grillot, L. Vivien, S. Laval et E. Cassan, "Propagation loss in single-mode ultrasmall square silicon-on-insulator optical waveguides", *Journal of lightwave technology*, t. 24, n° 2, p. 891, 2006.

[254] C. Y. chao et L. J. Guo, "Thermal-flow technique for reducing surface roughness and controlling gap size in polymer microring resonators", *Applied Physics Letters*, t. 84, n° 14, p. 2479, 2004.

[255] Y. L. Yeh, "Real-time measurement of glucose concentration and average refractive index using a laser interferometer", *Optics and Lasers in Engineering*, t. 46, p. 666, 2008.

[256] J. Niehusmann, A. Vörckel, P. H. Bolivar, T. Wahlbrink, W. Henschel et H. Kurz, "Ultrahigh-quality-factor silicon-on-insulator microring resonator", *Optics Letters*, t. 29, n° 24, p. 2861, 2004.

[257] A. Uhlir, "Electrolytic shaping of germanium and silicon", *Bell system technical journal*, t. 35, p. 333, 1956.

[258] D. R. Turner, "Electropolishing silicon in hydrofluoric acid solutions", *Journal of the electrochemical society*, t. 105, n° 7, p. 402, 1958.

[259] L. T. Canham, "Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers", *Applied physics letters*, t. 57, n° 10, p. 1046, 1990.

[260] A. G. Cullis, L. T. Canham et P. D. J. Calcott, "The structural and luminescence properties of porous silicon", *Journal of Applied physics*, t. 82, p. 909, 1997.

[261] A. Loni, L. T. Canham, M. G. Berger, R. Arens-Fischer, H. Munder, H. Luth, H. F. Arrand et T. M. Benson, "Porous silicon multilayer optical waveguides", *Thin solid films*, t. 276, p. 143, 1996.

[262] L. T. Canham, T. I. Cox, A. Loni et A. J. Simons, "Progress towards silicon optoelectronics using porous silicon technology", *Applied Surface Science*, t. 102, p. 436, 1996.

[263] F. A. Harraz, "Porous silicon chemical sensors and biosensors : a review", *Sensors and Actuators B*, t. 202, p. 897, 2014.

[264] R. L. Smith et S. D. Collins, "Porous silicon formation mechanisms", *Journal of applied physics*, t. 71, n° 8, R1, 1992.

[265] V. Lehmann et U. Gösele, "Porous silicon formation : a quantum wire effect", *Applied Physics Letters*, t. 58, n° 8, p. 856, 1991.

[266] H. Gerischer, P. Allongue et V. C. Kieling, "The mechanism of the anodic oxidation of silicon in acidic fluoride solutions revisited", *Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*, t. 97, n° 6, p. 753, 1993.

[267] V. Lehmann et U. Gösele, "On the morphology and the electrochemical formation mechanism of mesoporous silicon", *Materials Science and Engineering B*, t. 69, p. 11, 2000.

[268] O. Bisi, S. Ossicini et L. Pavesi, "Porous silicon : a quantum sponge structure for silicon based optoelectronics", *Surface Science Reports*, t. 38, p. 1, 1993.

[269] J. Charrier, "Contribution à l'étude de guides optiques enterrés en silicium poreux", thèse de doct., Université de Rennes 1, 2000.

[270] "Porous silicon science and technology", in. Les éditions de la Physique, 1995, author = A. Halimaoui, chap. Porous silicon : material processing, properties and applications, p. 33.

[271] M. A. Hory, R. Hérino, M. Ligeon, F. Muller, F. Gaspard, I. Mihalcescu et J. C. Vial, "Fourier transform ir monitoring of porous silicon passivation during post-treatments such as anodic oxidation and contact with organic solvents", *Thin Solid Films*, t. 255, p. 200, 1995.

[272] A. Nakajima, T. Itakura, S. Watanabe et N. Nakayama, "Photoluminescence of porous si, oxidized then deoxidized chemically", *Applied physics letters*, t. 61, n° 1, p. 46, 1992.

[273] S. M. Prokes, "Light emission in thermally oxidized porous silicon : evidence for oxide related luminescence", *Applied physics letters*, t. 62, n° 25, p. 3244, 1993.

[274] P. Gupta, V. L. Colvin et S. M. George, "Hydrogen desorption kinetics from monohydride and dihydride species on silicon surfaces", *Physical review B*, t. 37, n° 14, p. 8234, 1988.

[275] J. J. Yon, K. Barla, R. Herino et G. Bomchil, "The kinetics and mechanism of oxide layer formation from porous silicon formed on psi substrates", *Journal of Applied Physics*, t. 62, n° 3, p. 1042, 1987.

[276] R. Herino, A. Perio, K. Barla et G. Bomchil, "Microstructure of porous silicon and its evolution with temperature", *Materials Letters*, t. 2, n° 6A, p. 519, 1984.

[277] E. V. Astrova et V. A. Tolmachev, "Effective refractive index and composition of oxidized porous silicon films", *Materials Science and Engineering B*, t. 69, p. 142, 2000.

[278] C. Pickering, M. I. J. Beale et D. J. Robbins, “Optical properties of porous silicon films”, *Thin solid films*, t. 125, p. 157, 1985.

[279] D. E. Aspnes, “Optical properties of thin films”, *Thin solid films*, t. 89, p. 249, 1982.

[280] F. Ferrieu, A. Halimaoui et D. Bensahel, “Optical characterisation of porous silicon layers by spectrometric ellipsometry in the 1,5-5 ev range”, *Solid state communications*, t. 84, n° 3, p. 293, 1992.

Résumé de la thèse

Les micro-résonateurs sont devenus des éléments clés de la conception de capteurs optiques intégrés, car étant plus miniaturisés que l'existant, ils s'intègrent mieux dans des systèmes « lab-on-chip », ce qui permet aussi de réduire le volume des molécules à détecter. Les micro-résonateurs sont de plus très sensibles à la variation d'indice effectif provoquée par la présence de molécules dans le milieu de détection. Dans cette thèse, nous avons utilisé deux types de matériaux différents: les polymères et le silicium poreux. Les polymères, facilement réalisables avec des méthodes de fabrication peu onéreuses, sont dans un premier temps utilisés pour valider les outils de simulation développés pour l'étude des caractéristiques des micro-résonateurs pour l'application capteur basée sur la détection par évanescence. Le silicium poreux permet d'exploiter un autre mode de détection, la détection en volume. Les molécules présentes dans le milieu de détection s'infiltrent dans le matériau et réagissent de manière directe avec la lumière. En utilisant les outils de simulation développés et en adaptant le procédé de photolithographie classique utilisé pour la fabrication de micro-résonateurs en polymères, des premiers micro-résonateurs constitués de guides ridges à base de silicium poreux sont mis en œuvre et caractérisés. Ces travaux de thèse démontrent expérimentalement la possibilité de détecter des concentrations de glucose avec une meilleure sensibilité que l'état de l'art pouvant atteindre les 600 nm/RIU, pour les domaines utilisant la détection et l'analyse de molécules (santé-agro, défense-sécurité et environnement).

Thesis Abstract

Micro-resonators have become key element for integrated optical sensor because they offer the advantage of significantly minimizing the device size, which allows an easily integration on lab-on-chip and greatly reduces the amount of molecules to be detected. Moreover, micro-resonators are extremely sensitive to the effective index variation induced by the presence of molecules in the detection medium. The thesis focuses on two different materials: polymers and porous silicon. Firstly, polymers, easily implementable with a low cost fabrication, are used to validate the simulation tools developed for the study of micro-resonators characteristics in order to perform sensing application based on the detection by evanescence. Then, porous silicon is investigated in order to operate another type of detection, the detection by volume. The molecules to be detected and present in the medium detection infiltrate into the material and interact directly with the light. Using simulation tools and by adapting the photolithographic process used for polymers micro-resonators fabrication, the first micro-resonators based on porous silicon ridge waveguides are obtained and characterized. The work contained in this thesis demonstrate experimentally the possibility of sensing concentrations of glucose with a sensitivity of 600 nm/RIU, using volume detection, which is higher than the state of the art, for domains using the sensing and analysis of molecules (health, food industries, security and environment).