



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

---

**Présentée et soutenue par :**

**Sylvain AUGÉ**

le vendredi 1 décembre 2017

**Titre :**

Lithographie par nanoimpression pour la fabrication de filtres à réseaux résonants en cavité

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED GEET : Photonique et Systèmes Optoélectroniques

**Unité de recherche :**

Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS-CNRS)

**Directeur/trice(s) de Thèse :**

M. Olivier GAUTHIER-LAFAYE, Directeur de recherche (HDR)

M. Antoine MONMAYRANT, Chargé de recherche

**Jury :**

Mme. Jumana BOUSSEY, Directrice de recherche, LTM-CNRS, Rapporteur

M. Yves JOURLIN, Professeur, Université de Saint-Étienne Jean Monnet, Rapporteur

Mme. Vy YAM, Maître de conférence, C2N Université Paris-Saclay, Examinatrice

M. Philippe ARGUEL, Professeur, Université Toulouse III Paul Sabatier, Examineur

M. Philippe ADAM, Responsable photonique de la MRIS, DGA, Invité

M. Benoît FAURE, Ingénieur, CNES, Invité



*« Les gens normaux estiment que si quelque chose fonctionne, rien ne sert d'y toucher. Mais pour les ingénieurs, si un objet fonctionne, c'est qu'il n'a pas encore assez de fonctionnalités. »*

Scott Adams



# Remerciements

Cette thèse a été menée au sein du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS-CNRS) de Toulouse. Je tiens, dans un premiers temps, à remercier Messieurs Jean Arlat et Liviu Nicu, directeurs successifs du laboratoire, de m'y avoir accueilli.

Je tiens à remercier chaleureusement mes directeurs de thèse, Messieurs Olivier Gauthier-Lafaye, chargé de recherche CNRS, directeur de recherche CNRS et responsable de l'équipe photonique du LAAS, et Antoine Monmayrant, chargé de recherche CNRS, de m'avoir encadré et soutenu durant toute ma thèse, de mon arrivée jusqu'à ma soutenance, malgré des emplois du temps serrés. Je leurs suis reconnaissant pour leur appui et leurs remarques qui m'ont permis de développer un sens critique ainsi que des savoir-faire et des savoir-être afin de mener un projet scientifique.

Je tiens également à dire merci à Monsieur Thierry Bosch de Toulouse Tech Transfer d'avoir fait circuler mon CV et ma lettre de motivation jusque dans les bureaux de Messieurs Olivier Gauthier-Lafaye et Antoine Monmayrant.

Je tiens pareillement à remercier les deux co-financeurs de ma thèse, à savoir, la Direction Générale de l'Armement (DGA) et le Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) représentés respectivement par Messieurs Philippe Adam et Benoit Faure, qui ont suivie de près mes travaux durant ces trois années.

Je suis honoré de compter en tant que rapporteurs Madame Jumana Boussey, directrice de recherche CNRS au Laboratoire des Technologies de la Microélectronique de Grenoble et Monsieur Yves Jourdain, directeur de recherche à l'Université Jean Moulin de Saint-Etienne, qui ont voulu m'accorder un peu de leur temps pour évaluer mes travaux de recherche.

Je remercie bien évidemment l'ensemble du jury, Messieurs Philippe Adam et Benoît Faure ainsi que Madame Vy Yam, maître de conférence au Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies à l'Université Paris-Sud et, Monsieur Philippe Arguel, professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse.

Je remercie également tous les acteurs du projet CALITREC, Madame Anne-Laure Fehrembach et Monsieur Evgueni Popov de l'Institut Fresnel de Marseille, Monsieur Grégoire Maisons de la start-up MirSense et Messieurs Thomas Antoni et Sergei Gluchko du Laboratoire de Photonique Quantique et Moléculaire pour leur collaboration et leur disponibilité.

Je pense également à tout le service technique de la salle blanche du LAAS, l'équipe TEAM. Je remercie particulièrement Messieurs Franck Carcenac, Benjamin Reig et Fabien Mesnilgrete pour leurs formations sur les divers appareils et instruments de caractérisation, Monsieur Jean-Baptiste Doucet, pour l'élaboration de sa résine versatile NILUV, Madame Aurélie Lecestre et Monsieur Pascal Dubreuil pour leurs savoirs et leurs conseils sur les différents protocoles de gravure, Monsieur Alexandre Arnoult pour son expertise sur les épitaxies, pour sa patience et sa gentillesse pour la mise au point de notre très long procédé ( $\approx 12h$ ), Monsieur Laurent Mazon pour ses conseils en photolithographie et Monsieur François-Xavier Cambon pour la fabrication des réticules. Je tiens

également à saluer, Madame Amandine Lestras et Monsieur Alexandre Lauvergne, techniciens attachés aux nanolithographies pour leurs travaux riches d'enseignement sur le développement des applications de la nanoimpression et de la résine NIILUV. Bref, l'ensemble de l'équipe TEAM m'a toujours fait partager leurs savoirs et leurs savoir-faire avec le sourire et dans la bonne humeur. Je ne peux qu'en être reconnaissant.

Je souhaite exprimer toute ma gratitude pour Madame Emmanuelle Daran, ingénieure de recherche, pour son aide précieuse dans le développement de mon procédé de nanoimpression, que ce soit pour la bibliographie ou pour les démarches expérimentales.

Je n'oublie pas les autres membres de l'équipe photonique pour leur convivialité, leur bonne humeur et leur esprit taquin, Monsieur Henri Camon pour ses récits pittoresques à travers le monde tel Tintin reporter pour le Petit Vingtième en pleine Guerre Froide, Monsieur Guilhem Alumneau pour ses sorties « restaurants » méridiennes, Monsieur Philippe Arguel pour avoir gentiment partagé son bureau pour la rédaction de mon manuscrit, Madame Chantal Fontaine pour ces histoires relatant ces expériences pionnières en termes d'épitanie au pays de l'oncle Sam au temps de Woodstock et Monsieur Stéphane Calvez pour ces conseils avisés et sa gentillesse.

Que serait la recherche sans les doctorants et les post-doctorants ? Pas grand-chose, c'est pourquoi je tiens à saluer mes collègues de bureaux et amis que sont : Monsieur Clément Arlotti pour ces moments de partage les weekends et les jours fériés lors de la rédaction de nos manuscrits respectifs, Monsieur Ludovic Marigo-Lombart pour m'avoir suppléé avec brio lors de la conférence Micro and Nano Engineering de Vienne, Monsieur Kevin Louarn pour sa bière artisanale qui ferait pâlir de jalousie tout brasseur belge digne de ce nom, Monsieur Léopold Macé pour ses goûts en termes de métal industriel allemand et sa compassion pour la calvitie précoce, Docteur Romain Laberdesque et Monsieur Anatole Heliot pour leurs analyses footballistiques toujours objectives et pertinentes, Docteure Inès Massiot et Madame Clara Cornille pour leur joie de vivre et leur gout prononcé pour les mojitos, Docteur Gaël Lafleur qui a su partager avec moi sa passion pour le rugby par le biais de la bière alcoolisée du stade Ernest Wallon, Docteur Brice Adelin pour avoir rayé mon écran, scotché ma banane et mon badge au plafond, bref, Brice quoi, et Docteure Ksenia Sharshavina pour son sens critique sur la société française et son fonctionnement. Je tiens également à remercier les ingénieurs contractuels Docteurs Benjamin Portier (Didier Wampas est le roi !), Jonathan Colin, (Oh ! Regarde, t'as une tâche !) et tout particulièrement Docteur Sylvain « Pelloch' » Pelloquin pour son aide et son travail sur la nanoimpression. N'oublions pas non plus les « petites mains » de la recherche, les stagiaires : Madame Marianne Brillat, Monsieur Roman Rousseau et Monsieur Kenichi Yanagida. Merci à vous tous pour avoir rythmer ces trois années de ma vie.

Pour finir, je tiens évidemment à remercier mes proches, mon père, ma sœur, mes amis, Mike et Gwladys pour leur soutien, leur compassion et leur amour durant ces années de thèse.







# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 Présentation des CRIGFs</b>	<b>15</b>
1. Principe de fonctionnement	15
2. Modélisation	16
3. Composants proposés ou réalisés	17
4. Procédés de fabrication	20
<b>Chapitre 2 Etat de l'art de la lithographie par nanoimpression</b>	<b>23</b>
1. Historique	23
1.1 Origines	23
1.2 Les débuts	25
1.3 Les techniques dérivées	26
2. Points critiques	32
2.1 Interaction moule/polymère	32
2.2 Conservation des dimensions	33
2.3 UVNIL : ingénierie des résines	35
3. Les machines pour la lithographie par nanoimpression	39
3.1 Presses mécaniques	39
3.2 Presses à membranes souples	40
<b>Chapitre 3 Fabrication et caractérisation des CRIGFs NIR par SNIL</b>	<b>43</b>
1. Outils et méthodes pour la caractérisation des échantillons en salle blanche	43
1.1 Observation des échantillons	43
1.2 Mesure de la période et du taux de remplissage	46
1.3 Mesures des profils	48
1.4 Mesure de la profondeur	50
1.5 Mesures des épaisseurs des couches	52
1.6 Conclusion	53
2. Fabrication des CRIGFs NIR par SNIL	53
2.1 Introduction à la fabrication	53
2.2 Fabrication du moule mère	54
2.3 Fabrication du moule intermédiaire	59
2.4 Transfert des motifs par UVNIL	75
2.5 Transfert des motifs dans l'échantillon final	85
2.6 Caractérisation physique des CRIGFs NIR structurés dans la silice	92
3. Présentation des CRIGFs NIR structurés dans la silice	94
3.1 Composition des substrats fonctionnels	94
3.2 Caractéristiques des CRIGFs NIR	95
4. Caractérisations optiques des filtres CRIGFs NIR	96

4.1	Présentation du banc optique	96
4.2	Influence de la période ( $\Lambda_{GC}$ )	100
4.3	Influence du taux de remplissage ( $\Phi_{GC}$ )	101
4.4	Influence de la zone d'adaptation de phase	102
4.5	Validation du nouveau procédé de fabrication	103
<b>5.</b>	<b>Conclusion sur le chapitre</b>	<b>104</b>
<b>Chapitre 4 SNIL : un procédé générique pour les CRIGFs</b>		<b>107</b>
<b>1.</b>	<b>CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	<b>107</b>
1.1	Conception des CRIGFs/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	107
1.2	Premier procédé de fabrication des CRIGFs/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	114
1.3	Second procédé de fabrication des CRIGFs/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	120
1.4	Conclusion sur les CRIGFs/Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	123
<b>2.</b>	<b>Conclusion sur les CRIGFs NIR</b>	<b>123</b>
<b>3.</b>	<b>GCRIGF</b>	<b>123</b>
3.1	Concept et caractéristiques	124
3.2	Validation du concept	125
3.3	Etude approfondie des GCRIFs	128
3.4	Conclusion sur les GCRIGFs	135
<b>4.</b>	<b>CRIGFs MIR structurés dans l'arséniure de gallium</b>	<b>136</b>
4.1	Présentation du Projet CALITREC	136
4.2	Du CRIGF NIR au CRIGF MIR	136
4.3	Résultats technologiques	147
4.4	Caractérisations optiques	157
4.5	Conclusions et perspectives	160
<b>Conclusion générale</b>		<b>165</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>169</b>
<b>Annexe 1. Les systèmes antireflets</b>		<b>179</b>
<b>1.</b>	<b>Méthode des matrices de transfert</b>	<b>179</b>
<b>2.</b>	<b>Systèmes antireflets pour CRIGFs NIR</b>	<b>179</b>
<b>3.</b>	<b>Systèmes antireflets pour CRIGFs MIR</b>	<b>180</b>
<b>Annexe 2. Mesures de taux de remplissage des CRIGFs MIR</b>		<b>185</b>
<b>1.</b>	<b>Réticule</b>	<b>185</b>
<b>2.</b>	<b>Lithographie par projection UV</b>	<b>185</b>
<b>3.</b>	<b>SNIL</b>	<b>186</b>
<b>4.</b>	<b>Décote finale</b>	<b>186</b>
<b>5.</b>	<b>Graphiques récapitulatifs</b>	<b>187</b>





# Introduction générale

Le développement des nanotechnologies a permis l'émergence de la nanophotonique. Celle-ci s'est longtemps concentrée sur le développement de composants miniaturisés et compacts permettant de répondre aux défis de l'intégration photonique. Plus récemment, les avancées à la fois des outils et des concepts issus de la nanophotonique ont permis de réaliser que les composants sub-longueur d'onde pouvaient être d'un grand intérêt pour les applications d'optique en espace libre. Cela s'accompagne d'un foisonnement d'idées et de concepts (lentilles plates, filtres spectraux, filtres modaux.....), mais aussi de nouveaux défis technologiques. La plupart de ces composants nécessitent de réaliser des motifs aux dimensions nanométriques sur des surfaces macroscopiques.

C'est dans ce cadre général que se positionnent ces travaux de thèse. Plus précisément, ces travaux accompagnent le développement d'une nouvelle famille de filtres nanostructurés, les CRIGFs, dont les propriétés de réflectivité spectrales et modales sont particulièrement intéressantes pour les applications de stabilisation de diodes laser en cavité externe. Le développement de ces filtres fait l'objet de collaborations entre le CNES et l'équipe Photonique du LAAS depuis plusieurs années. L'étude de ces composants a posé de manière précise la problématique de la fabrication de ces nouveaux composants sub-longueur d'onde. En effet, les CRIGFs sont composés d'un très grand nombre de motifs nanométriques qui ne sont pas arrangés de manière parfaitement périodiques, puisqu'ils comprennent plusieurs réseaux de périodes différentes. De plus, le placement relatif de ces réseaux nécessite une précision extrême (de l'ordre du dixième de la période des réseaux). La réalisation de ces grandes structures avec de telles précisions nécessite des lithographies électroniques longues et délicates à mettre en place, d'autant plus que certains de ces composants sont fabriqués sur des substrats isolants et transparents. Ils sont un exemple caractéristique de composants photoniques prometteurs justifiant l'étude et le développement de technologies de lithographies alternatives, à même de lever un certain nombre de verrous de fabrication. L'objectif de ces travaux était donc de montrer que la nanoimpression avec moule intermédiaire souple (SNIL pour Soft-mold Nano-Imprint Lithography) permet de répondre aux besoins de ces nouveaux composants, à la fois en termes de résolution et de compatibilité technologique, mais aussi en termes de versatilité.

Ce mémoire donc est structuré en quatre parties principales. Le premier chapitre résume les caractéristiques principales des CRIGFs qui ont servi de support à cette thèse. Un second chapitre retrace l'historique de la lithographie par nanoimpression et la logique qui nous a conduits à la choisir comme voie de développement générique pour les systèmes optiques sub-longueur d'onde. Le troisième chapitre se concentre sur la mise en place et la validation d'un procédé complet de fabrication reposant sur l'utilisation de la SNIL. Un dernier chapitre présente l'exploitation de cette technologie, ainsi que les premières démonstrations de sa versatilité.



# Chapitre 1 Présentation des CRIGFs

## 1. Principe de fonctionnement

Une nouvelle structure de réseau résonant (Figure 1), appelée CRIGF (Cavity Resonator Integrated Grating Filter), a été introduite en 2011 par Shogo Ura [1]–[3]. Elle consiste à entourer un réseau résonant (GC pour Grating Coupler) de période  $\Lambda_{GC}$  de deux réflecteurs de Bragg (DBR pour Distributed Bragg Resonator) de période  $\Lambda_{DBR} = \Lambda_{GC}/2$ . Le GC et les DBRs sont séparés par une zone d'adaptation de phase (PS pour Phase Shift). Les réflecteurs de Bragg permettent l'existence d'un mode localisé au sein du guide d'onde au niveau du GC. Ce mode peut être excité par un faisceau gaussien focalisé sur le réseau résonant. Ce mode est alors couplé à l'extérieur par le réseau résonant permettant une sélectivité de la longueur d'onde réfléchie. Dans notre cas, la longueur d'onde cible se situe dans le proche infrarouge à 850 nm. Pour cette gamme, les CRIGFs sont fabriqués dans la filière dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) et nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ).

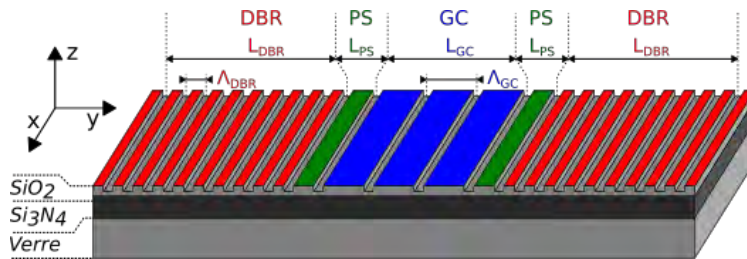


Figure 1 : Image issue de [4]. Schéma de principe d'un CRIGF.

La période du GC détermine la longueur d'onde de résonance du filtre. Le taux de remplissage du GC ( $\phi$  dans la figure 2), c'est-à-dire le rapport entre la largeur de la tranchée d'une période ( $l$ ) par rapport à la période totale ( $\Lambda$ ), peut être ajusté afin d'optimiser les coefficients de couplage du filtre. Le taux de remplissage des DBRs est fixé à 0,50 pour une efficacité optimum. Un compromis doit être fait pour la longueur totale des DBRs ( $L_{DBR}$ ), plus le nombre de période est grand plus les DBRs sont efficaces mais moins le composant est compact. Un nombre de 300 périodes pour chaque réflecteur a été choisi comme compromis [5]. La longueur du réseau central ( $L_{GC}$ ) doit être adaptée selon la taille du faisceau incident afin de maximiser la réflectivité [6].

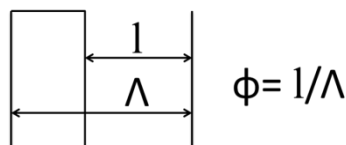


Figure 2 : Définition du taux de remplissage ( $\phi$ ).

Afin de faciliter la réalisation du composant, la même profondeur de gravure est fixée pour le GC et les DBRs.

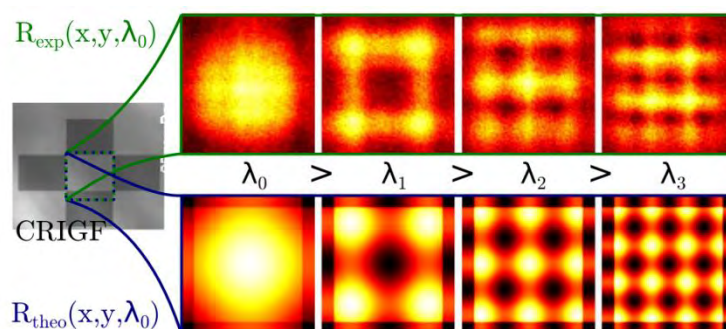
Le principal intérêt du filtre CRIGF par rapport aux traditionnels GMRFs (Guided-Mode Resonance Filter) est sa grande acceptation angulaire qui permet un alignement plus simple dans des systèmes de diodes laser en cavité étendue par exemple [7].

## 2. Modélisation

Les CRIGFs sont des structures particulièrement difficiles à modéliser. En effet, il existe deux cas relativement simples pour la modélisation de structures photoniques : les structures isolées comprenant des modes bien confinés d'une part et les structures infiniment périodiques d'autre part. Pour les structures isolées (défauts ponctuels, cavités photoniques...), des méthodes de modélisation par différence finie dans le domaine temporel (FDTD Finite Difference in Time Domain) ou par éléments finis (FEM Finite Element Method) sont relativement efficaces, le nombre de nœuds de calcul étant limité par la taille de la structure. A l'opposé, pour les structures infinies périodiques (réseaux résonants...), les méthodes modales de Fourier (RCWA, Rigorously Coupled Waves Analysis) permettent de ne prendre en compte qu'une seule période pour modéliser l'ensemble de la structure.

Les CRIGFs ne relèvent malheureusement d'aucune de ces deux catégories : ils sont constitués de réseaux comprenant un grand nombre de périodes (notamment dans les réflecteurs DBRs), mais sont de taille finie. Ainsi, un premier modèle dédié à base de modes couplés a été développé par l'équipe de Shogo Ura [8], [9]. Ce modèle ne prend en compte que les deux modes propagatif et contrapropagatif qui sont présents dans le guide d'onde servant de base au CRIGF. Une approche perturbative permet de décrire chacun des différents réseaux constitutifs du CRIGF en termes de coefficients de couplage qui peuvent coupler ces deux modes, ou les découpler vers l'extérieur (terme de perte). Pour chaque élément du CRIGF, les équations couplées sont résolues analytiquement et les solutions sont raccordées aux interfaces.

Au sein de l'équipe Photonique du LAAS, un nouveau modèle a été développé dans le cadre de la thèse de Romain Laberdesque [10]. Ce modèle, fortement inspiré des travaux antérieurs de Shogo Ura, étend l'analyse en décrivant chaque sous partie du CRIGF en termes de matrice de transfert pour les deux modes propagatif et contrapropagatif [4]. Une avancée notable de ce modèle est la prise en compte du placement précis des différentes périodes des réseaux ainsi que la description complète des modes guidés (enveloppe lentement variable et porteuse) [4]. Ce modèle a permis de prévoir et de décrire l'existence de modes d'ordre supérieur au sein des CRIGFs de grande taille. Il a en particulier permis de déterminer l'origine et de prévoir les profils spatiaux de ces modes (Figure 3).



**Figure 3** : Image issue de [4]. CRIGF 2D de grande taille. **Haut** : observation expérimentale de plusieurs modes spectraux. **Bas** : modélisation 2D de ces modes et de leurs profils spectraux.

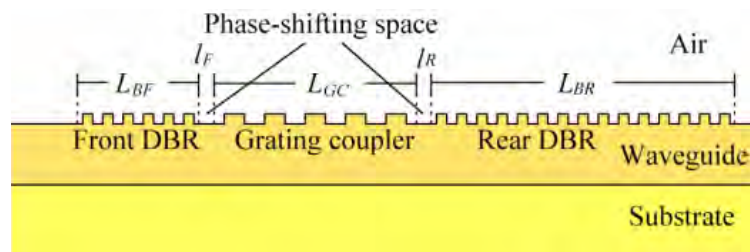
Il a aussi permis une avancée essentielle dans la compréhension des CRIGFs, à savoir qu'ils se comportent plus comme des cavités Fabry-Perot que comme des réseaux résonants. Des recherches au sein de l'Institut Fresnel de Marseille ont abouti à des conclusions similaires de façon



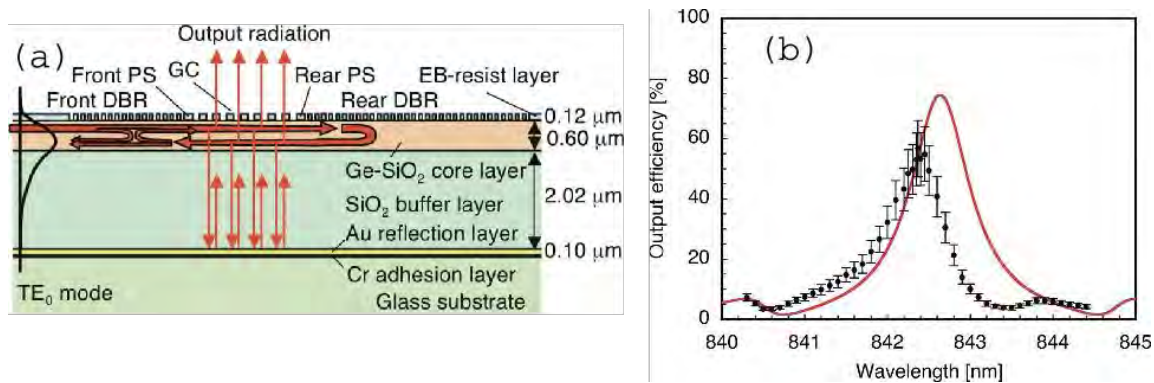
indépendante [11]. En particulier, le placement précis, à l'échelle d'une fraction de la longueur d'onde, entre le réseau de couplage central et les nœuds et ventres des modes propres stationnaires présents au sein du CRIGF est un point de design clef [10], [12]. Plus récemment, les difficultés de modélisation des structures CRIGFs ont été étudiées, en comparant notamment les performances de diverses méthodes couramment utilisées en photonique (RCWA, FDTD, FEM, DDA Discrete Dipole Approximation) lorsqu'on les utilise pour modéliser des CRIGFs [13].

### 3. Composants proposés ou réalisés

Les premières structures comprenant les mêmes éléments que les CRIGFs (guide d'onde surmonté d'un réseau de couplage central GC et de réflecteurs latéraux de type DBR, voir figure 4) ont été initialement conçues comme des coupleurs optiques ou CRIGICs (Cavity Resonator Integrated Grating Input/output Coupler). Proposés tout d'abord de manière théorique [8] puis démontré expérimentalement [9], les CRIGICs ont permis de réaliser des coupleurs/découpleurs à la fois extrêmement courts et relativement efficaces, en n'utilisant que des réseaux perturbatifs (Figure 5).



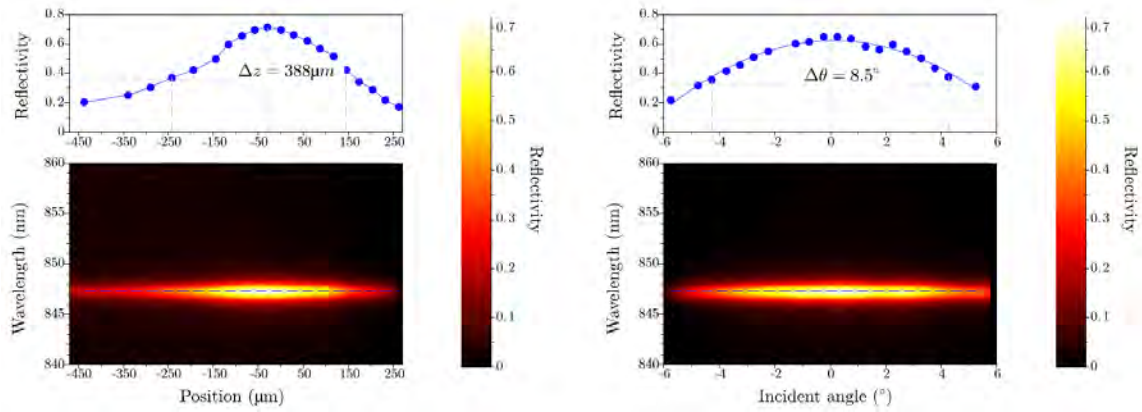
**Figure 4 :** Image issue de [8]. Première proposition théorique d'un coupleur optique comprenant les différents éléments caractéristiques d'un CRIGFs : guide d'onde, réseau couplage central, réflecteurs de Bragg latéraux.



**Figure 5 :** Images issues de [9]. Première démonstration expérimentale d'un CRIGIC : (a) schéma de principe de la structure réalisée ; (b) efficacité spectrale de découplage.

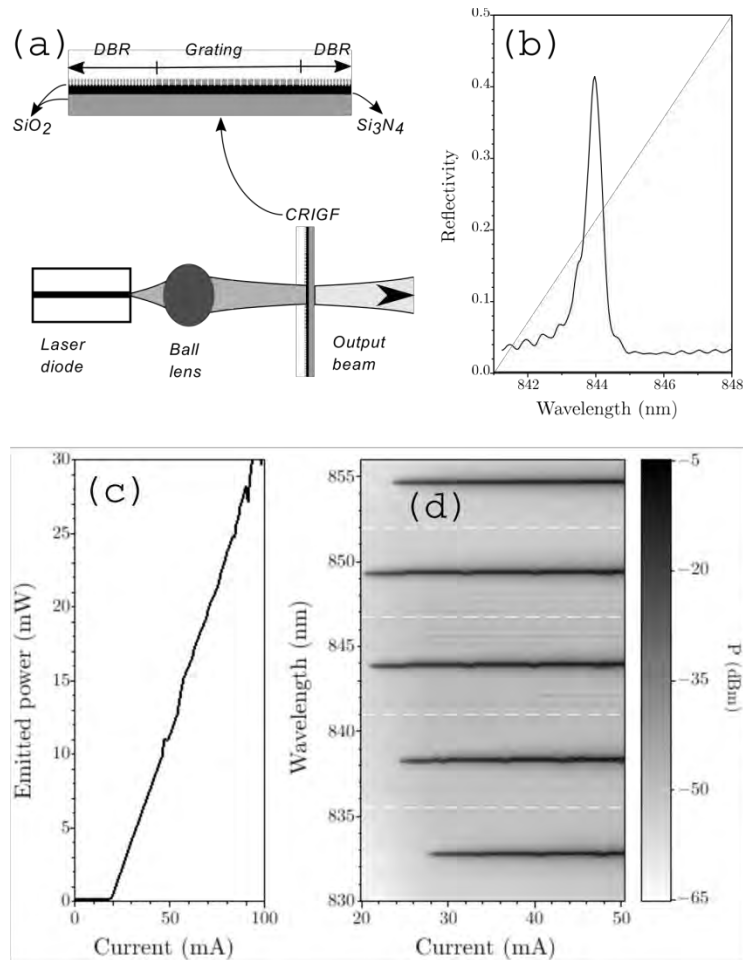
Ces structures ont aussi été modifiées pour permettre le multiplexage et le démultiplexage pour les inter-communications optiques [14], [15]. Au sein de l'équipe Photonique du LAAS, des CRIGFs ont été fabriqués sur des substrats de verre pour servir de filtres optiques [6]. Il a été démontré que les CRIGFs offrent les meilleures réflectivités lorsque le faisceau incident est focalisé sur le filtre avec une taille adaptée à celle du filtre [6]. L'étude de leurs tolérances d'alignement (défocalisation et angle d'incidence) a démontré des performances tout à fait remarquables (Figure 6).

## Composants proposés ou réalisés



**Figure 6 :** Images issues de [6]. Tolérance d’alignement des CRIGFs. **Gauche :** réflectivité spectrale en fonction de la défocalisation du filtre (le « waist » du faisceau incident se trouve à  $z = -50 \mu m$ ). **Droite :** Tolérance angulaire : réflectivité spectrale en fonction de l’angle d’incidence.

De plus, nous avons exploité cette très grande acceptation angulaire des CRIGFs pour réaliser des diodes laser en cavité étendue particulièrement compactes [7]. Dans ces cavités de type œil de chat, la facette de sortie de la diode laser est imagée sur le CRIGF qui sert à la fois de réflecteur de fin de cavité et de filtre spectral fin assurant la stabilisation spectrale de la diode (Figure 7).



**Figure 7 :** Images issues de [7]. **(a)** Diode laser en cavité étendue simple et compacte à base de CRIGF. **(b)** Réflectivité typique des CRIGFs utilisés. **(c)** Puissance émise en fonction du courant d’injection. **(d)** Spectres émis en fonction du courant de pompe pour cinq CRIGFs différents placés en fin de cavité.

Des CRIGFs ont aussi été utilisés pour former des réflecteurs de phase, semblables aux interféromètres de Gire-Tournois. Ceux-ci sont placés sur un espaceur optique, lui-même placé au-dessus d’un miroir métallique (Figure 8a) pour former des CRIGMs (Cavity Resonator Integrated Guided-mode Resonance Mirrors) [16]. Ces miroirs présentent la particularité d’offrir spectralement une réflectivité large bande quasi unitaire et une phase à la réflexion présentant un saut de phase de  $2\pi$  dont on peut contrôler la position et la forme (Figure 8b). Enfin, des CRIGFs bi-dimensionnels ont été réalisés [4], [10], [17]. Ils correspondent à deux CRIGFs 1D à la perpendiculaire et permettent, entre autre, une réponse spectrale indépendante de la polarisation de l’onde incidente (Figure 9).

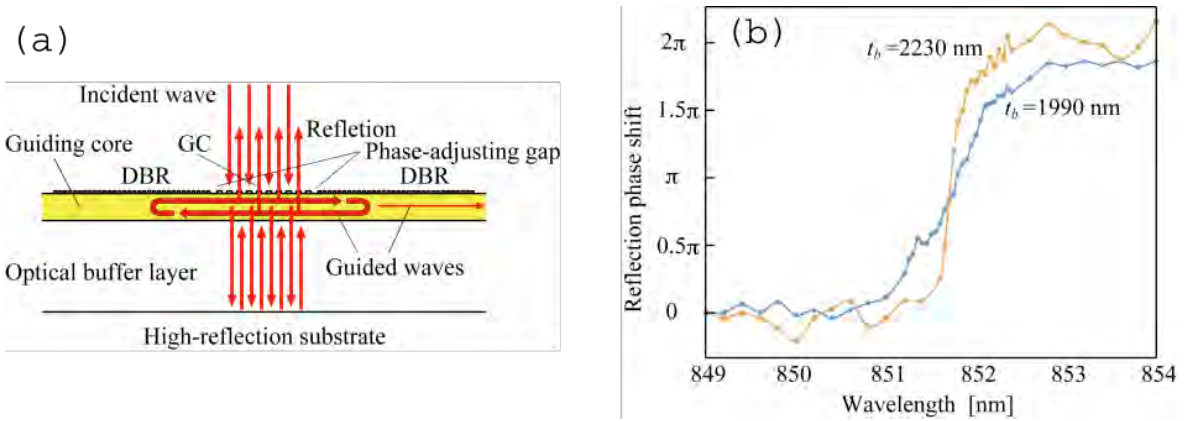


Figure 8 : Images issues de [16]. (a) Schéma de principe du CRIGM comprenant un CRIGF situé au-dessus d'un espaceur et d'un miroir métallique et (b) phase spectrale à la réflexion pour deux épaisseurs différentes d'espaceur.

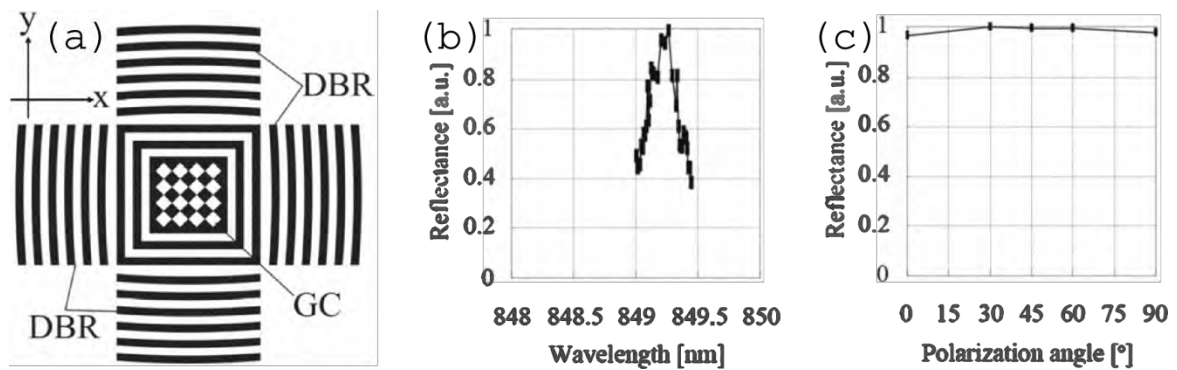


Figure 9 : Images issues de [17]. (a) Schéma de principe d'un CRIGF 2D constitué de deux CRIGFs 1D perpendiculaires. (b) Spectre de réflectivité. (c) Réflectivité pic en fonction de la polarisation.

En termes de modélisation, ces structures comprennent deux CRIGFs 1D reposant sur des modes parfaitement dégénérés et orthogonaux (car se propageant dans des directions perpendiculaires). Chacun de ces deux CRIGFs peut ainsi être étudié indépendamment et la réponse totale de la structure obtenue par simple superposition linéaire (Figure 3).

#### 4. Procédés de fabrication

Comme nous venons de le voir, les CRIGFs sont des composants nouveaux proposant des performances optiques intéressantes pour bon nombre d'applications. Leur modélisation complexe et souvent basée sur des modèles ad-hoc ou en limite de convergence (cas de la RCWA ou de la modélisation par éléments finis) rend nécessaire une exploration expérimentale de leurs propriétés. Pour cela, les équipes étudiant ces composants ont mis en place des procédés de fabrication basés sur l'exploitation de la lithographie électronique, à même de fournir la résolution nécessaire pour réaliser les réseaux, combinée à des techniques de gravure sèche. La figure 10 illustre ainsi le procédé mis en place au LAAS durant la thèse de Xavier Buet pour réaliser des CRIGFs dans la filière verre/nitride de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ).

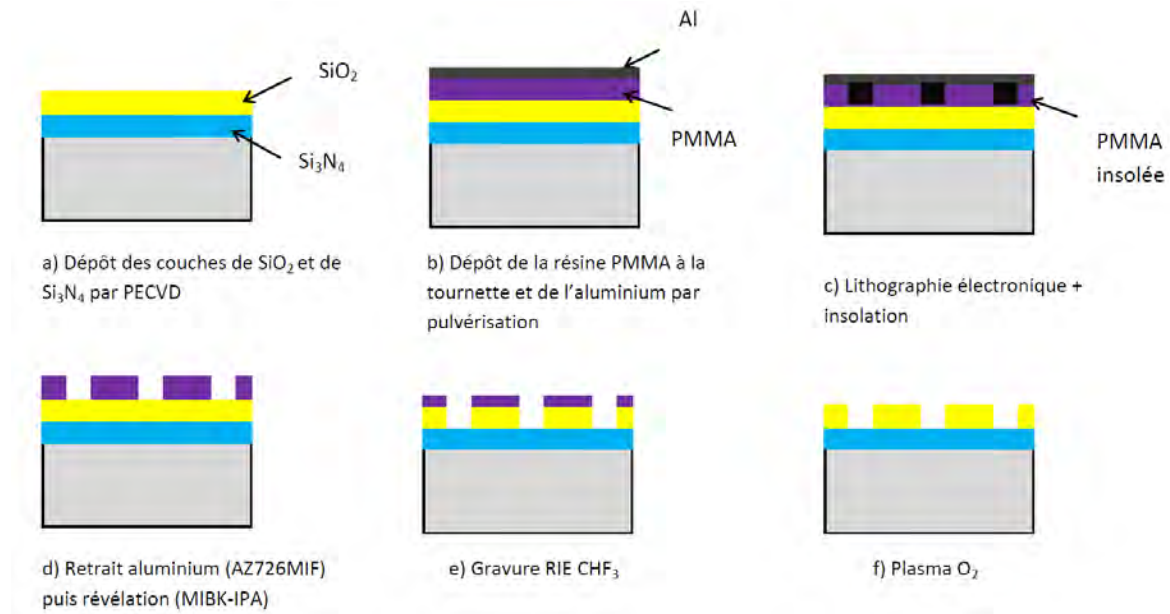


Figure 10 : Image issue de [5]. Principales étapes de fabrication de structures à réseau utilisant la lithographie électronique.

Ces filières technologiques de fabrication ont été particulièrement efficaces pour explorer les propriétés des filtres CRIGFs. Cependant, le caractère séquentiel de la lithographie électronique limite la quantité d'échantillons pouvant être réalisés. D'autre part, la nécessité d'utiliser des couches conductrices pour évacuer les charges durant l'étape de lithographie complexifie le procédé et limite, dans le cas de la thèse de X. Buet, la reproductibilité de la fabrication. Plus précisément, les travaux de thèse de X. Buet ont permis d'identifier plusieurs limitations clef de ce procédé :

- l'utilisation d'un film d'aluminium de 30 nm limite la reproductibilité du procédé de gravure. En effet, l'épaisseur et l'état d'oxydation du film ont une forte incidence sur l'absorption électronique du film, et donc sur la dose exacte reçue par la résine,
- ce manque de reproductibilité limite la capacité à découpler les étapes de lithographie et de gravure. En effet, il est difficile d'étudier de façon indépendante l'impact des tailles des motifs et des profondeurs de gravure puisque la lithographie n'est pas reproductible,
- enfin, le vieillissement et l'aspect critique de l'épaisseur du film d'aluminium font qu'il est nécessaire de fonctionner en « vagues » de fabrication : une série de composants doit être réalisée dans un temps court ( $\approx$  une semaine), ce qui limite la capacité à modifier le procédé ou les masques en fonction des résultats obtenus sur les premiers composants.

Ces constatations ont motivé la mise en place d'un procédé de lithographie reproductible et fiable permettant de réaliser des composants photoniques de grande surface, non totalement périodiques sur substrats isolants. La mise en place de ce procédé constitue le cœur de ce travail de thèse.



# Chapitre 2      Etat de l'art de la lithographie par nanoimpression

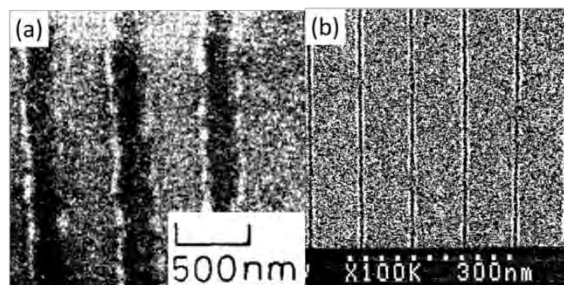
## 1. Historique

### 1.1 Origines

Au début des années 90, la miniaturisation des composants électroniques était un moteur fort du développement de la microélectronique. Le facteur limitant essentiel de cette miniaturisation résidait dans la résolution et la rapidité des étapes de lithographie.

La technique classique de photolithographie par contact est limitée à des résolutions de l'ordre du micromètre. Les techniques les plus résolues de photolithographie par projection sont limitées en résolution par la diffraction de la lumière, justifiant donc d'importants travaux portant sur la lithographie en immersion et la lithographie à très courte longueur d'onde (EUV, XUV...) à partir des années 2000. Cependant, au début des années 90, les techniques de photolithographie atteignent seulement 200 nm de résolution (Figure 11a) [18].

A cette époque, pour obtenir des motifs de dimension nanométrique, la seule technologie alternative un peu mature était la lithographie électronique. Celle-ci permettait d'atteindre des dimensions nanométriques de façon répétable sans la nécessité d'un masque (Figure 11b) [19]–[21]. Cependant, la machine et le procédé de lithographie électronique étaient très onéreux pour une vitesse d'écriture très faible. Le rendement est aussi le point faible de la lithographie à champ proche proposée en 1992 qui a permis dès le début de son développement d'atteindre des résolutions de 100 nm [22], [23].

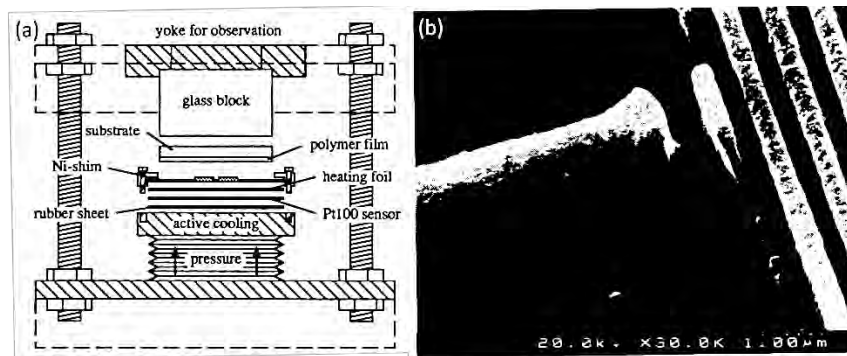


**Figure 11 :** (a) Image MEB illustrant des lignes de réseaux de 210 nm de large gravées dans une couche d'aluminium à la suite d'une lithographie par projection  $\lambda=404$  nm [18]. (b) Image MEB illustrant des lignes de réseaux de 7 nm de large gravées dans un substrat de silicium à la suite d'une lithographie électronique [20].

Stephen Chou et al. ont alors proposé la lithographie par nanoimpression (NIL) en 1995 [24]. L'idée principale était de concevoir une nouvelle technique de lithographie dans le but de reproduire des structures nanométriques par le biais d'une technologie à haute résolution simple et moins coûteuse que celles citées précédemment. Chou et al. se sont inspirés de deux techniques de fabrication pour concevoir la NIL : l'embossage thermique et la lithographie souple par microcontact.

### 1.1.a L'embossage thermique

L'embossage thermique (hot embossing) consiste à transférer un motif d'un moule à un matériau en rendant ce dernier plus mou en le portant à hautes températures. Cette technique très ancienne est utilisée dans de nombreux domaines tels que la forge ou la plasturgie. Mais cette dernière a été adaptée au début des années 1990 pour reproduire des éléments micrométriques et sub-micrométriques. Un substrat est recouvert d'un polymère thermoplastique (Exemple : le PMMA (poly(méthyl-méthacrylate))), il est ensuite placé dans une presse thermique (Figure 12a) où est installé un moule métallique (du nickel dans [25]) sur lequel ont été gravés les motifs à transférer. Ces moules métalliques sont réalisés par électrodéposition sur un moule en résine photosensible structuré par lithographie électronique. Lors de l'opération, les éléments sont chauffés à une température supérieure à celle de la transition vitreuse du polymère (au-dessus de 110°C pour le PMMA, par exemple). Ce dernier se ramollit et prend la forme du moule. Une forte pression entre 20 et 35 bars (290 et 508 PSI) est alors appliquée sur l'échantillon et le moule. L'opération dure une dizaine de minutes. Des structures optiques intégrées de 200 nm de large ont ainsi pu être fabriquées par embossage thermique dans des matériaux thermoplastiques [25], [26] (Figure 12b).



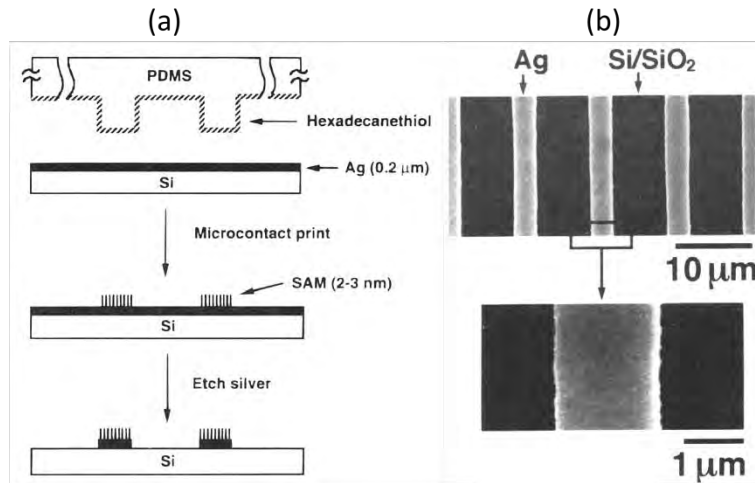
**Figure 12 :** Images issues de [25]. (a) Schéma représentant la presse thermique utilisée pour l'embossage thermique. (b) Image MEB d'un guide optique et d'un réseau de lignes coupleur sur polycarbonate obtenus par embossage thermique pour une période de 400 nm et une profondeur de 200 nm.

### 1.1.b La lithographie souple par microcontact

La lithographie souple par microcontact (microcontact printing ( $\mu$ CP) lithography) proposé par Kumar et Whitesides en 1993, consiste à déposer sur un substrat une couche de molécules via un timbre structuré [27]. Cette couche sert ensuite de masque pour graver le substrat subjacent (Figure 13a). Cette technique se différencie par ses conditions opératoires qui ne nécessitent ni hautes températures, ni fortes pressions, ni faisceaux énergétiques.

Le timbre est composé de PDMS (polydiméthylsiloxane) structuré par simple dépôt et recuit sur un moule. Les molécules utilisées comme masque de gravure sont principalement des monocouches de molécules auto-assemblées d'alcanethiols [27], d'alcanephosphoniques [28] ou d'alkylsiloxanes [29]. Lors de la lithographie par  $\mu$ CP, ces dernières s'auto-assemblent très rapidement sur les surfaces de certains métaux comme l'or [30], le cuivre [31], ou encore l'argent [32]. Les temps de contact ne durent ainsi que quelques secondes. Des réseaux de lignes de métal peuvent être ainsi fabriqués à la suite d'un « lift-off » avec une résolution aux alentours du micromètre (Figure 13b).

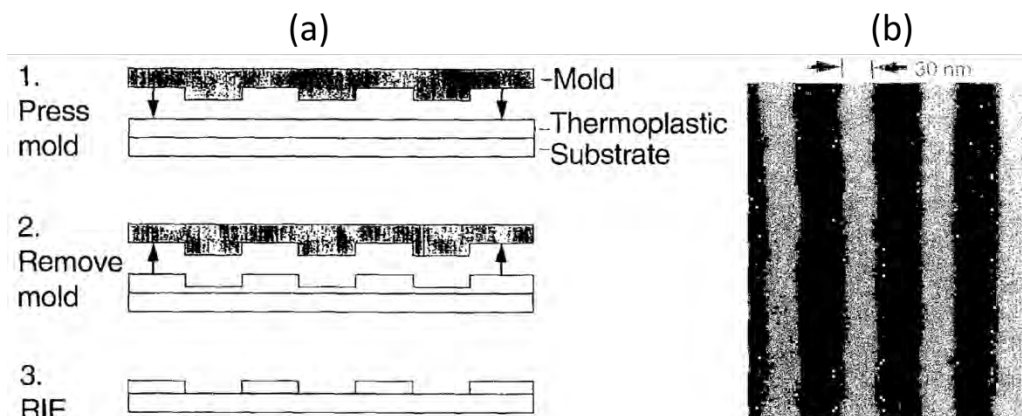




**Figure 13 :** Images issues de [32]. **(a)** Schéma de principe de la lithographie souple par microcontact. **(b)** Images au MEB de réseaux de particules d'argent d'une profondeur de 50 nm sur substrat silicium obtenus à la suite d'une lithographie  $\mu$ CP et d'un « lift-off ».

## 1.2 Les débuts

La technique proposée par Chou et al. en 1995, reprend le concept de l'embossage thermique. Les motifs du moule sont transférés négativement sur le polymère après refroidissement et démoulage. Cependant, ici, le polymère structuré est utilisé comme masque de gravure sur le substrat qui lui est subjacent comme dans la lithographie  $\mu$ CP (Figure 14a). Les premiers résultats obtenus par Chou démontrent une résolution aux alentours de 25 nm [24] (Figure 14b) bien meilleure que celles atteintes par l'embossage thermique et la lithographie  $\mu$ CP.



**Figure 14 :** Images issues de [24]. **(a)** Schéma de principe de la lithographie par nanoimpression (NIL). **(b)** Images MEB des réseaux de lignes d'or structurés sur un substrat silicium à la suite d'une NIL et d'un « lift-off » à travers un masque de PMMA.

Dès son apparition, la lithographie par nanoimpression se différencie des autres techniques de lithographie de haute résolution par sa simplicité de principe et d'opération et surtout par son faible coût. Son fonctionnement est mécanique et permet de s'affranchir des problématiques liées aux systèmes d'insolation électronique ou optique présents dans les lithographies à haute résolution classiques (lithographie électronique ou la lithographie par projection UV) mais nécessite néanmoins la fabrication d'un moule. Toutefois, ces résultats prometteurs ont incité le développement de nouvelles techniques, dérivées de la NIL afin de répondre à divers besoins technologiques et à contourner les inconvénients de la technique initiale.

### 1.3 Les techniques dérivées

Au fil des années, de nombreuses techniques sont apparues ayant pour base la technique NIL originale de S. Chou. Cette technique pionnière porte maintenant le nom de lithographie par nanoimpression thermique (TNIL) pour être différenciée des autres NILs (Figure 15a) puisqu'elle se caractérise par une forte montée en température lors de la nanoimpression.

#### 1.3.a La lithographie par nanoimpression assistée par rayons ultraviolets

Peu de temps après la proposition de la NIL, Haisma et al. développèrent en 1996, la lithographie par nanoimpression assistée par insolation de rayons ultraviolets (UVNIL) qui se différencie par l'utilisation d'un polymère photosensible [33]. Ici, un moule structuré est pressé sur un prépolymère dont la fluidité permet de faciliter le remplissage des cavités du moule. Le prépolymère prend ainsi la forme des motifs et se durcit lors de la polymérisation par une insolation UV de quelques dizaines de secondes (Figure 15b). Au final, après le démoulage, le polymère garde les motifs négatifs du moule. Le procédé UVNIL a pour intérêt de se dérouler dans des conditions bien moins contraignantes que la TNIL. L'opération s'effectue à température ambiante et les pressions mises en jeu sont bien inférieures à celles de la TNIL (de 0,06 à 15 PSI par exemple dans [34]). L'UVNIL nécessite néanmoins un moule ou un substrat transparent aux UVs.

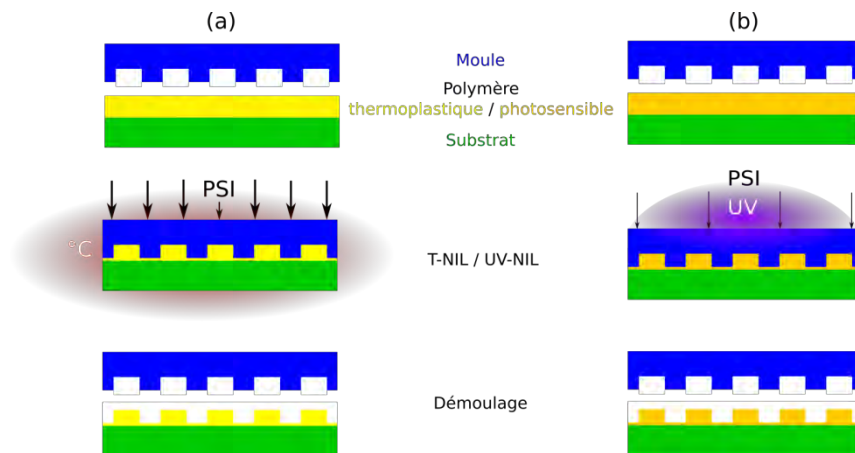


Figure 15 : (a) Schéma de principe de la lithographie par nanoimpression thermique (TNIL). (b) Schéma de principe de la lithographie par nanoimpression assistée par insolation de rayons ultraviolets (UVNIL).

#### 1.3.b Le Roll-to-Plate printing

En 1998, Tan et al. proposèrent une nouvelle technique NIL dans le but d'augmenter le rendement de la lithographie par nanoimpression [35]. Cette technique est de nos jours connue sous le nom de Roll-to-Plate (R2P) printing (Figure 16). Contrairement aux techniques NIL initiales, le moule est structuré sur un cylindre qui est ensuite pressé et déroulé sur la surface de l'échantillon à structurer. Les motifs du moule peuvent être ainsi répétés de manière périodique sur de grandes surfaces en une seule opération ce qui en fait une technique à fort rendement. C'est pourquoi cette technique NIL est la plus développée dans l'industrie [36]–[38].

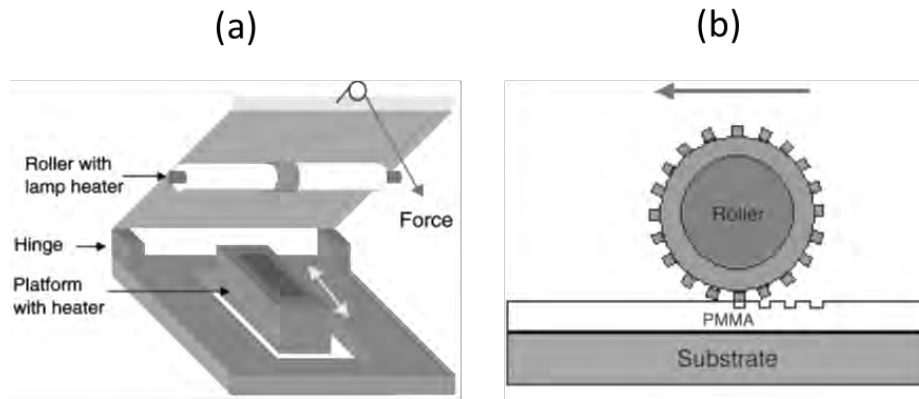


Figure 16 : Images issues de [35]. Schéma représentant (a) la machine et (b) le principe de la R2P printing.

### 1.3.c La nanoimpression par la technique de « step and repeat »

Dans le même but d'augmenter le rendement, la NIL peut être utilisée avec la technique dite de « step and repeat ». Cette technique, très courante en photolithographie, permet de retranscrire plusieurs fois le motif du moule sur la surface d'un même échantillon qui est placé, lui, sur une plateforme mobile (Figure 17a). Ainsi, des échantillons de grandes surfaces peuvent être structurés sans nécessairement devoir fabriquer un moule de même surface que l'échantillon (Figure 17b). Dès 1999, Bailey et al. élaborèrent des réseaux de lignes en silicium avec une résolution de 60 nm [39].

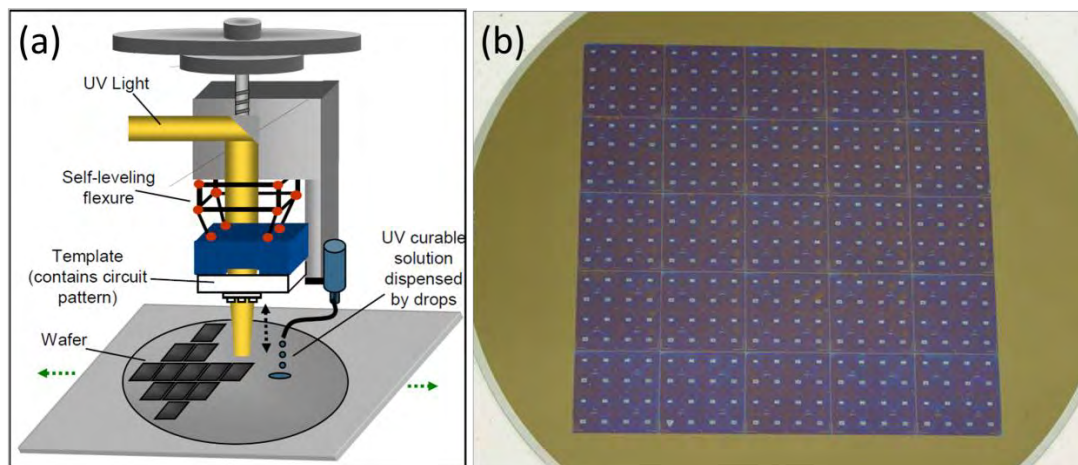
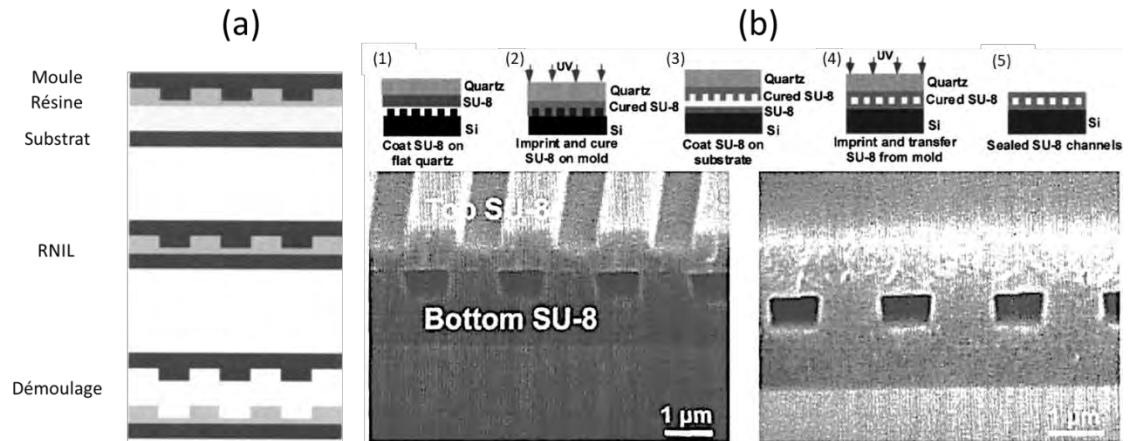


Figure 17 : Images issues de [40] (a) Schéma de principe de la technique de « step and repeat ». (b) Photographie d'un substrat où figure le même motif imprimé plusieurs fois.

### 1.3.d La lithographie par nanoimpression inversée

En 2002, Huang et al. proposèrent la lithographie par nanoimpression inversée (RNIL pour Reverse NanoImprint Lithography) [41]. Dans ce cas-là, une résine photosensible est déposée dans un premier temps sur un moule structuré (Figure 18a). Puis, lors de la nanoimpression, l'ensemble résine/polymère est pressé contre un substrat. La résine est alors insolée par UV pour se polymériser et se solidifier. Ensuite, lors du démoulage, le moule est détaché du polymère de sorte que celui-ci recouvre le substrat en gardant les motifs de moule. Cependant, ce type de technique nécessite une étude importante des énergies de surface mises en jeu entre les différents constituants de la RNIL (moule, polymère et substrat). Le principal intérêt de la RNIL réside dans le fait de pouvoir réaliser des structures en 3D comme des canaux enterrés [42] (Figure 18b) ou des réseaux multicouches 3D [43], [44].



**Figure 18** (a) Principe de la lithographie par nanoimpression inversée (b) Images tirées de [42]. Haut : Procédé de fabrication de nanocanaux enterrés impliquant la RNIL (étape 4). Bas : Image MEB de nanocanaux de résine photosensible SU-8 sur substrat de silicium fabriqué à partir du procédé décrit au-dessus. La période est de 2 µm.

Les différentes techniques décrites précédemment montrent la diversité des champs d'application de la NIL, allant de la simple lithographie de couches à la fabrication de structures 3D couvrant ainsi de nombreux domaines comme par exemple, l'électronique [45], [46], l'électromagnétisme [47] ou encore la biologie [48].

### 1.3.e Utilisation d'un moule intermédiaire

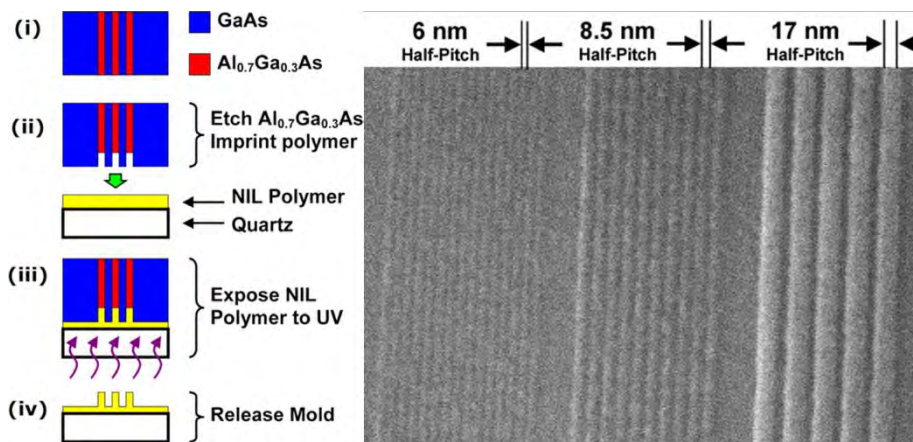
#### i Techniques de lithographie pour la fabrication du moule

La lithographie par nanoimpression permet de transférer des motifs qui peuvent atteindre l'échelle nanométrique à condition d'avoir un moule avec les motifs de même dimension (échelle 1:1). La résolution de la NIL dépend donc intrinsèquement de la résolution du moule. Ainsi, pour atteindre des résolutions nanométriques avec la NIL, il est nécessaire de se tourner vers d'autres technologies à haute résolution pour la fabrication du moule. La lithographie par faisceau électronique (EBL pour electron-beam lithography) est une technologie très mature et développée dans le domaine de l'industrie électronique. Le matériau le plus exploité avec l'EBL est le silicium grâce à ses très bonnes propriétés électroniques et mécaniques. De même, le silicium, par son abondance, est un matériau peu coûteux. C'est donc un très bon candidat car le moule, en plus d'être résolu, doit être rigide pour ne pas se déformer sous la pression lors de l'opération de nanoimpression. C'est pourquoi, dès 1995, Chou utilise des substrats de silicium pour la fabrication de ses moules pour la NIL. La résolution de l'EBL peut atteindre les 20 nm avec une grande répétabilité [49]–[51]. Le coût de la fabrication est élevé mais, une fois réalisé, le moule peut être utilisé pour de nombreuses opérations de lithographies par nanoimpression.

D'autres techniques de lithographie sont utilisées pour la fabrication de moule NIL car l'EBL a ses inconvénients. En effet, la lithographie électronique est longue et coûteuse et donc peu adaptée aux structures « pleine plaque » (moules sur des substrats 4 ou 6 pouces) ainsi qu'aux substrats isolants. Dans ce cas, la lithographie par projection UV est préférée, étant une lithographie collective et indépendante des caractéristiques électriques du substrat [52]. Mais la résolution de la lithographie UV ( $\approx 100$  nm) est moins bonne que celle de la lithographie électronique.

Toutefois, certaines équipes arrivent à obtenir une meilleure résolution (motifs de 25 nm) en créant un moule dur avec une technologie UV plus poussée et forcément plus onéreuse, l'EUV-IL (pour Extreme ultraviolet interference lithography) [53].

Pour des résolutions encore plus ultimes, des procédés exotiques mais peu applicables ont été mis en place. Par exemple, des moules ont pu être structurés par lithographie à sonde de balayage. Luo et al. obtiennent avec cette technique des lignes de 12 nm de largeur pour une profondeur de 30 nm dans un substrat en silicium [54]. Enfin, un moule dur avec des réseaux de période de 12 nm et un taux de remplissage de 50% a été obtenu sur substrat GaAs épitaxié, composé de multicouches GaAs/ $\text{Al}_{0,7}\text{Ga}_{0,3}\text{As}$  [55]. Le substrat est clivé et l' $\text{Al}_{0,7}\text{Ga}_{0,3}\text{As}$  est gravé par voie humide au niveau de la tranche du substrat permettant ainsi de former un réseau avec les couches de GaAs intactes (Figure 19).



**Figure 19 :** Images issues de [55]. **Gauche :** Schéma représentant le procédé de NIL impliquant un moule dur en filière GaAs fabriqué par gravure humide. **Droite :** Image au MEB d'un moule dur fabriqué par gravure humide avec différentes périodes de réseaux ( $\lambda=12, 17$  et  $34$  nm.  $\phi=0,5$ ).

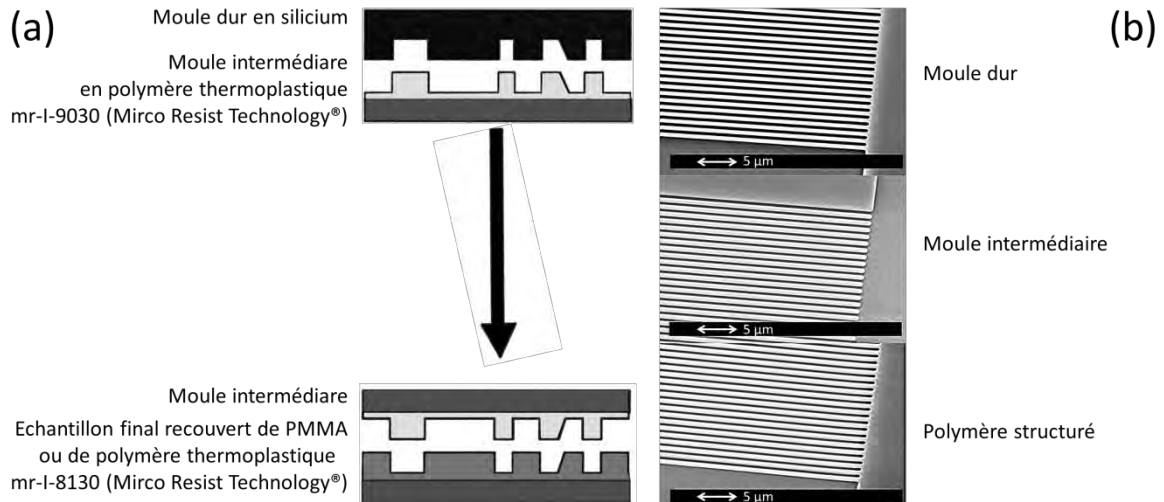
De toutes ces techniques de lithographie pour la fabrication du moule pour la NIL, la plus utilisée reste la lithographie électronique. Elle permet de réaliser des moules avec des motifs à dimensions nanométriques qui peuvent ensuite être transférés par diverses techniques de NIL [Voir la section 1.3 de ce chapitre].

Néanmoins, au fil des nanoimpressions, le moule s'abîme et se salit, ce qui détériore irrémédiablement la qualité des impressions. Un nouveau moule est donc nécessaire ce qui implique soit d'avoir les équipements requis pour la fabrication de ces moules, soit l'achat de plusieurs moules. Ces deux solutions sont onéreuses et contraires à l'objectif initial de la NIL qui était de développer une lithographie haute résolution à bas coût.

## ii Principe et intérêt d'un moule intermédiaire

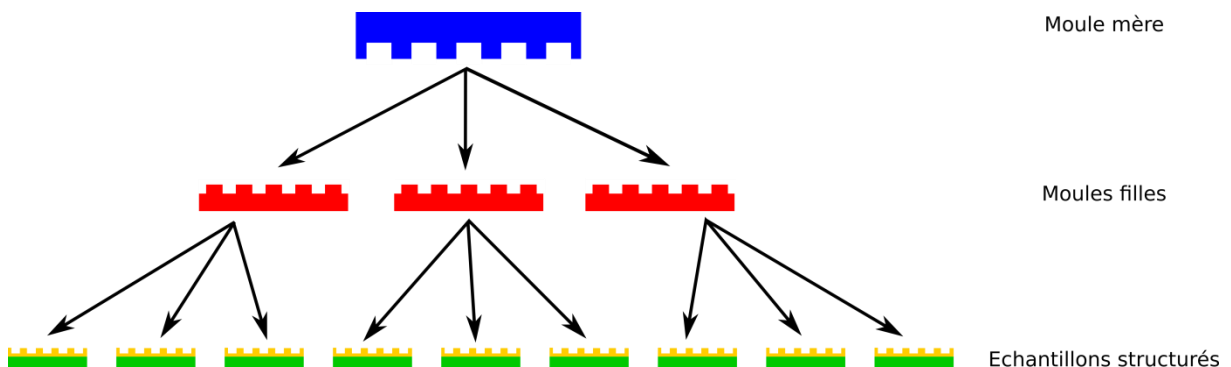
Pour contourner ce problème, Schulz et al proposèrent, en 2000, la fabrication d'un moule intermédiaire entre le moule initial, conçu par EBL, et l'échantillon à structurer [56]. Leur technique consistait à structurer un polymère thermoplastique à partir d'un moule dur en silicium pour en faire un moule intermédiaire. Ils utilisaient ensuite ce dernier pour transférer les motifs dans la couche de résine déposée sur l'échantillon à graver (Figure 20a). Ils arrivaient ainsi à transférer à l'identique un réseau de lignes de pas de  $1 \mu\text{m}$  pour une largeur de 500 nm sur une profondeur de 495 nm (facteur

de forme de 0,99/1) d'un moule dur en silicium à une couche de PMMA par l'intermédiaire d'un moule en polymère thermoplastique (Figure 20b).



**Figure 20 :** Images tirées de [56]. **(a)** Schéma de principe de lithographie par nanoimpression utilisant un moule intermédiaire. Le moule intermédiaire et l'échantillon sont structurés par TNIL. **(b)** Images MEB illustrant les trois éléments du procédé développé par Schulz et al. : le moule initial en silicium, le moule intermédiaire en polymère mr-I-9030 et l'échantillon structuré en polymère mr-I-8130. Caractéristiques du réseau :  $\Lambda = 1000$  nm,  $\phi = 0,50$  et  $e = 495$  nm.

L'intérêt du moule intermédiaire (aussi appelé moule « fille ») est double : il permet de préserver le moule initial (aussi appelé moule « mère ») des nanoimpressions qui le salissent et l'endommagent et d'augmenter ainsi le rendement de la technique puisqu'à partir d'un même moule mère, plusieurs moules filles peuvent être réalisés qui eux mêmes pourront structurer plusieurs échantillons (Figure 21). De plus, la fabrication des moules filles ne nécessite pas d'équipement supplémentaire puisque qu'ils sont produits par TNIL. Cette technique évite donc de remplacer régulièrement le moule mère et rend donc la lithographie par nanoimpression plus abordable économiquement tout en augmentant son rendement sans l'acquisition de nouvel équipement.



**Figure 21 :** Schéma illustrant l'utilité de la fabrication de plusieurs moules intermédiaires à partir d'un même moule initial dans un procédé de nanoimpression.

### iii Utilisation d'un moule intermédiaire souple

L'utilisation de moules durs peut compromettre l'uniformité de la nanoimpression sur l'échantillon structuré. En effet, la présence d'une poussière localisée sur l'échantillon peut dégrader la lithographie sur une grande surface de l'échantillon (Figure 22). Sous la pression, le moule n'est plus parallèle à l'échantillon ce qui entraîne une dérive de la profondeur de réseaux [57]. Une forte

pression est aussi concentrée au niveau de la poussière, causant potentiellement la casse du moule ou du substrat, surtout si les matériaux les constituant sont fragiles comme le GaAs par exemple.

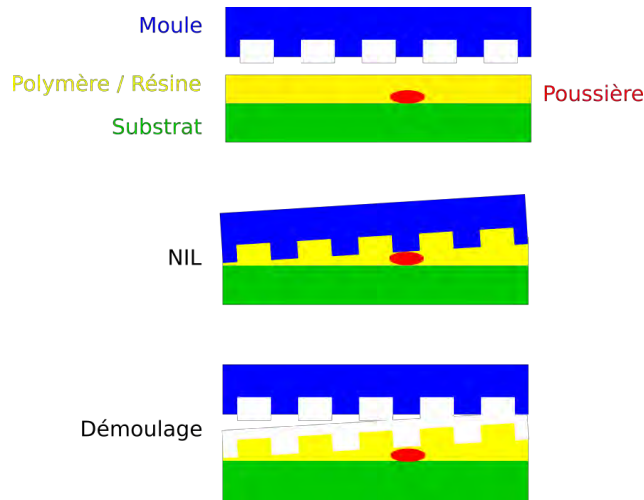


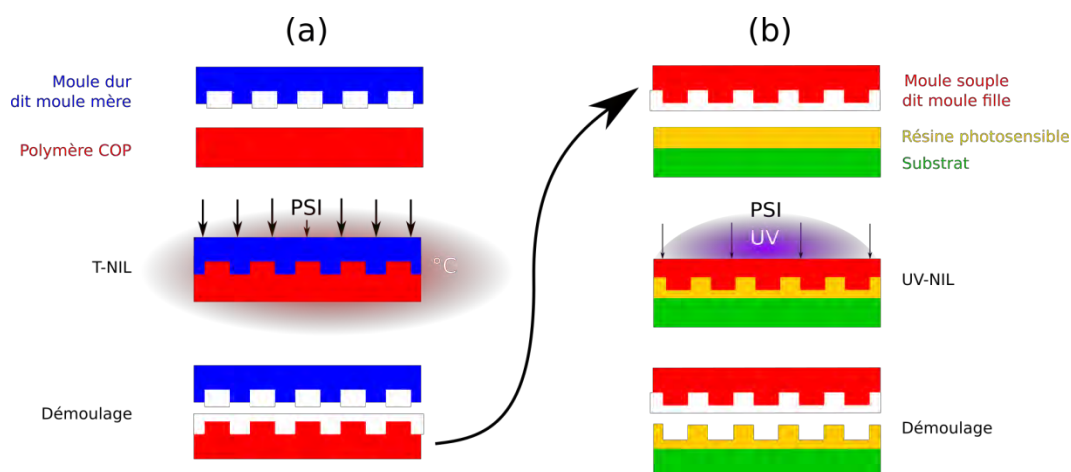
Figure 22 : Schéma illustrant une NIL avec la présence d'une poussière (en rouge).

Dans le but de réduire ces effets de non uniformité, des moules intermédiaires sont fabriqués dans des matériaux plus souples que les moules « durs » classiques qui sont généralement en silicium ou en silice. Ainsi, si une poussière est présente sur l'échantillon lors de la nanoimpression, elle est englobée par le moule souple et n'a pas d'influence sur le reste de la surface de la nanoimpression. Cette technique s'appelle la « Soft mold NIL » (SNIL, lithographie par nanoimpression via moule souple). Ce type de moule peut être utilisé pour des substrats non plats. Le moule souple épouse alors la forme du substrat [58].

Les polymères utilisés pour les moules souples sont des élastomères thermodurcissables structurés par TNIL et transparents aux UVs afin d'être compatibles avec l'UVNIL comme les polycarbonates (PCs) [59], le polyester perfluoré (PFPE) [60], l'éthylène tétrafluoroéthylène (EFTE) [61] ou encore le polydiméthylsiloxane (PDMS) [62]. Cependant, ces composants possèdent des modules d'Young peu élevés et limitent la résolution du transfert par NIL des motifs dans ces matériaux. Pour remédier à ce problème, l'élastomère peut être associé à d'autres matériaux de duretés différentes pour constituer au final des bicouches [60] ou des tri-couches [63] qui permettent une meilleure réplique des motifs. Mais ces moules multicouches sont complexes à confectionner et demandent des équipements conséquents. De plus, ces élastomères nécessitent un recuit long (jusqu'à plusieurs heures).

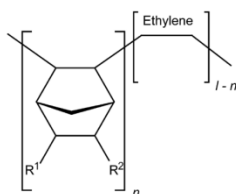
De nombreuses entités comme l'entreprise Obducat® qui a été pionnière dans ce domaine ont choisi d'utiliser des films de polymères d'oléfine cyclique (COP pour Cyclic Olefin Polymers) [64] pour la fabrication des moules souples. Ces derniers ne nécessitent qu'une étape de fabrication d'embossage thermique ou de TNIL pour être structurés à partir d'un moule mère dur (Figure 23). Ils n'ont pas besoin de recuit ni de traitement de surface [Voir la section 2.1 de ce chapitre] et leur rétraction au refroidissement est faible [Voir la section 2.2 de ce chapitre]. Leurs propriétés optiques sont compatibles avec l'UVNIL car ils présentent une forte transparence dans le domaine spectral UV (>90%).

## Points critiques



**Figure 23** : Schéma du procédé de lithographie par nanoimpression via moule souple (SNIL) (a) la structuration d'un polymère COP par embossage thermique ou T-NIL et (b) son utilisation comme moule souple pour une UVNIL.

Les COPs sont constitués d'éthylène et de monomères d'oléfine cyclique (Figure 24). Ces types de polymères sont connus et commercialisés sous des noms déposés comme les films TOPAS® de Topas Advanced Polymers [65], APPEL® de Mitsui Chemical America [66] ou encore ZEONEX® et ZEONORFILM® de la compagnie Zeon Chemical [67]. C'est d'ailleurs ce dernier qui sera utilisé tout le long de ma thèse pour fabriquer le moule souple.



**Figure 24** : Composition chimique d'un COP [64].

## 2. Points critiques

Les techniques NIL comportent de nombreux points critiques comme le choix du polymère, la conservation des dimensions initiales et les interactions entre le moule et le polymère. Ces derniers points requièrent une attention toute particulière dans le développement d'un procédé de fabrication NIL. Ils sont garants de la qualité de la lithographie.

### 2.1 Interaction moule/polymère

La maîtrise des interactions entre le moule et le polymère est primordiale. Un bon contact entre les deux composants est nécessaire pour permettre une bonne retranscription des motifs du moule dans le polymère sans endommager le moule. Cependant, l'adhérence doit être minimale pour faciliter le démoulage après la nanoimpression. Ces deux phénomènes sont régis par les énergies de surface et d'interface des deux matériaux. Par exemple, si de trop grandes énergies de surface sont mises en jeu, le polymère ou la résine s'arrachent de l'échantillon et des résidus de résine restent imbriqués dans le moule.

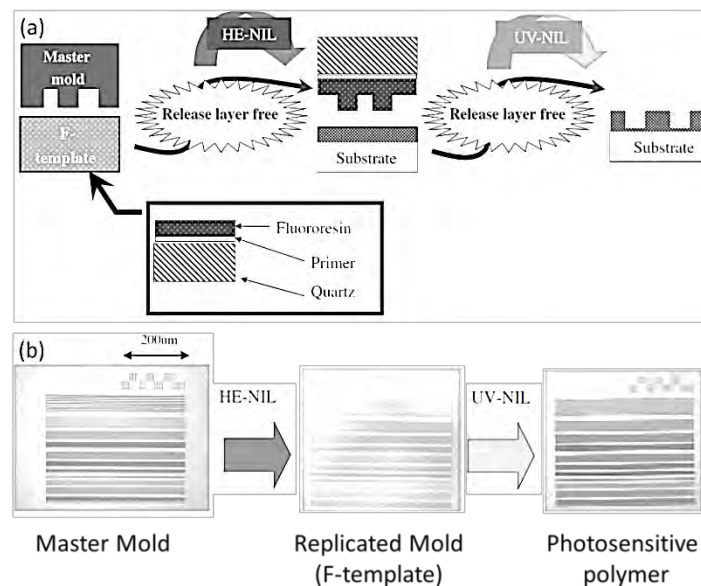
Pour pallier ces phénomènes, la surface du moule peut être traitée pour diminuer son énergie de surface. Depuis les années 2000, des traitements de surface par monocouches auto-assemblées (SAM pour Self-assembled monolayer) sont développées pour diminuer les énergies de surface du moule [68]. Ces SAMs sont généralement des molécules amphiphiles, c'est-à-dire qu'elles



sont composées de longues chaînes carbonées avec une extrémité hydrophile et l'autre hydrophobe. La partie hydrophile dite « tête polaire » se fixe sur le moule laissant la partie hydrophobe vers l'extérieur. Les parties hydrophobes sont généralement composées d'atomes fortement électronégatifs (fluor ou chlore) comme dans le 1H,1H,2H,2H-perfluorooctyl-trichlorosilane (F<sub>13</sub>-TCS) [68], le 1H,1H,2H,2H-perfluorooctyltriméthoxysilane (F<sub>13</sub>-TMS) [69], l'octadécyltrichlorosilane (OTS) [70] ou encore le 1H,1H,2H,2H-perfluorodécyltrichlorosilane (FDTS) [71]. Toute la surface du moule devient alors hydrophobe, les énergies de surface sont donc réduites ce qui facilite le démoulage du moule de la résine et permet d'obtenir des motifs avec de plus forts facteurs de forme dans le polymère.

Au début du développement de la NIL au sein du laboratoire, un traitement par voie humide à l'OTS était effectué sur le moule mère. Il a été remplacé depuis par un traitement par pulvérisation (SPD Sputtering deposition) au FDTS (Perfluorodécyltrichlorosilane) car la procédure est incontestablement plus pratique pour des résultats équivalents. Le dépôt est automatique, ce qui permet un traitement plus homogène et répétable contrairement au dépôt d'OTS qui était manuel ; la qualité du dépôt dépendant fortement de l'opérateur.

Dans un même but, des polymères hybrides contenant du fluor (F-Hybrimers) ont été développés afin d'être structurés et utilisés ensuite comme moule pour l'UVNIL [72]–[74]. Ici, il n'y a plus besoin de traiter le moule car il contient lui-même de chaînes fluorées diminuant ainsi son énergie de surface. Cependant, sa fabrication est complexe puisque le polymère fluoré nécessite d'être déposé sur un substrat avec un promoteur d'adhérence (Figure 25) avant d'être structuré par embossage thermique. D'autres laboratoires ont développé des résines UVNIL dans lesquelles a été ajouté un composant fluoré [73], [75].



**Figure 25 :** Images issues de [72] (a) Schéma du procédé UVNIL développé par Kawaguchi et al. incorporant un moule constitué d'une couche de polymère fluoré (F-Hybrimer) (b) Photographies des motifs au cours du procédé.

## 2.2 Conservation des dimensions

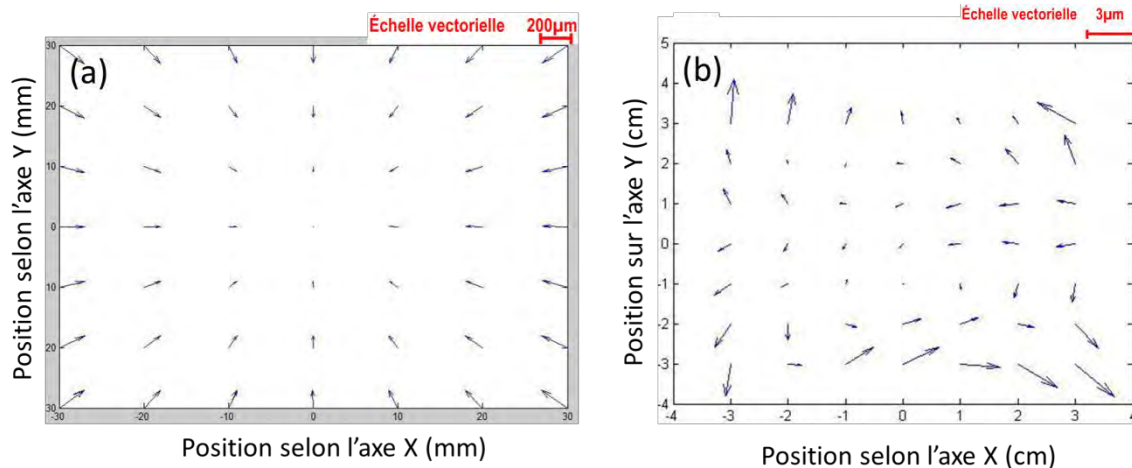
Le choix de la technique SNIL comme procédé de fabrication de composants nanométriques pose des problèmes de conservation des dimensions des différents réseaux des CRIGFs. La TNIL implique de fortes températures et entraîne des contraintes mécaniques dans les différents matériaux mis en jeu, en particulier le polymère dans lequel sont structurés les motifs du moule mère. Les motifs peuvent

subir une déformation et leurs dimensions et leur forme peuvent être modifiées. C'est pourquoi des polymères spéciaux comme les COPs ont été utilisés dans le but de minimiser ces phénomènes de distorsion lors d'une TNIL. Leur coefficient de dilatation et de rétrécissement sont faibles ( $7 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  et 0,5% par exemple selon le fabricant du Zeonorfilm®).

Les déformations induites peuvent être compensées uniquement si elles sont répétables. Or, des études antérieures à ma thèse démontrent un rétrécissement plus important que celui donné par le fabricant (0,62% [76]) et semble dépendre de nombreux paramètres (épaisseurs de la couche de polymère, pression et température de la TNIL...) ce qui le rend difficilement maîtrisable.

Ces modifications géométriques compromettent aussi toute opération d'alignement micrométrique post-NIL. En effet, pour aligner les motifs de deux masques différents il faut que leurs positions soient respectées pour éviter tout ajustement à chaque nouvelle déformation.

Les déformations du film COP Zeonorfilm® après refroidissement sont de l'ordre du micromètre [77] (résultats obtenus lors d'un stage au sein du laboratoire). Plusieurs mesures ont été effectuées afin de quantifier et d'analyser la déformation des motifs le long du procédé SNIL. Pour cela, des motifs ont été gravés sur un moule mère et retranscrit dans une résine via une SNIL. Les positions des motifs ont été mesurées à la fois sur le moule et sur la résine pour connaître les écarts de position. Au final, une déformation jusqu'à  $175 \mu\text{m}$  a pu être mesurée sur un échantillon de surface  $30 \times 30 \text{ mm}^2$  (Figure 26a). Cette déformation est constituée de deux composantes, l'une liée à la dilatation des matériaux et l'autre d'une origine inconnue. La dilatation thermique est isotrope et peut être facilement quantifiable et modélisable. Ainsi, après une régression linéaire, on a pu soustraire la composante de la dilatation pour mettre en exergue la seconde sur la figure 26b. On peut observer que celle-ci est anisotrope, elle ne pourra donc pas être compensée. Les plus gros écarts atteignent les  $5 \mu\text{m}$ . Autrement dit, nous ne serons pas capables de positionner une marque dans la résine plus précisément que  $5 \mu\text{m}$ .



**Figure 26** : Représentations vectorielles de l'écart de position des motifs entre le moule mère en silicium et ceux transférés dans la résine UVNIL sur un échantillon de surface 30x30 mm<sup>2</sup>. **(a)** Ecarts totaux. **(b)** Ecarts issus de la soustraction de la composante de la dilatation thermique des matériaux. Les motifs sont des croix de largeur 10 µm et de longueur 100 µm espacées de 10 mm.

## 2.3 UVNIL : ingénierie des résines

### 2.3.a Propriétés des résines UVNILs

La résolution de l'UVNIL dépend principalement de la résolution du moule. Cependant, la résine photosensible doit présenter des caractéristiques adéquates aux exigences de la NIL pour pouvoir former à sa surface les motifs du moule le plus fidèlement possible, c'est-à-dire :

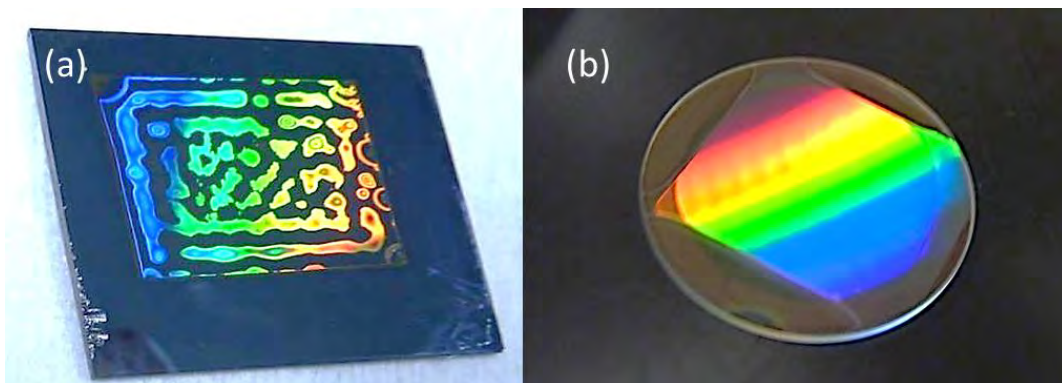
- une fluidité suffisante permettant à la résine lors de la nanoimpression de combler toutes les cavités et de s'évacuer facilement sous les motifs du moule, pour des pressions relativement faibles et des temps assez courts (quelques minutes pour 250 PSI max. ( $\approx 17$  bars)),
- une épaisseur répétable et reproductible par dépôt par enduction centrifuge,
- une transparence sur une large gamme d'UVs pour optimiser la réticulation de la résine,
- un temps de réticulation raisonnable,
- une bonne adhérence à l'échantillon pour éviter tout arrachement lors du démoulage,
- une faible énergie de surface pour éviter une trop forte adhérence entre la surface du moule et celle de la résine,
- une bonne résistance aux gaz présents dans les recettes de gravures ICP-RIE pour pouvoir être utilisée comme masque de gravure,
- et une dissolution facile dans un solvant pour supprimer les restes de résine après les procédés de gravure.

Ces résines photosensibles sont généralement composées :

- de monomères : ce sont des molécules constituées d'une longue chaîne carbonée. C'est l'élément central de la résine, sa proportion dans la résine permet de contrôler sa viscosité. Plus la proportion des monomères est grande, plus la résine est fluide et plus le temps de réticulation est grand.
- d'un amorceur (ou photo-initiateur) : c'est l'élément sensible aux UVs qui permet d'enclencher la polymérisation du monomère.

- d'un solvant, il permet d'optimiser l'épaisseur de la résine lors de son dépôt. Il n'a pas de rôle propre dans la réticulation de la résine. Il est évaporé lors du recuit juste après l'enduction de la résine pour éviter la formation de bulles lors de la polymérisation de la résine.
- d'additifs facultatifs permettant de contrôler les diverses propriétés de la résine (énergie de surface...).

De nombreuses résines photosensibles sont commercialisées et exclusivement dédiées à l'UVNIL [78], [79]. Cependant, les fabricants peuvent parfois en changer la formulation sans préavis. Ces changements peuvent entraîner des modifications des comportements d'adhérence ou de mouillage sur les substrats autres que le silicium pour lequel ces résines ont été principalement conçues et rendre ainsi inopérant un procédé développé. Ce fut malheureusement le cas dans le cadre d'une thèse précédente au laboratoire [76] où des problèmes d'adhérence de la résine sont apparus après modification de la composition par le fabricant (Figure 27a). Il est donc particulièrement avantageux de maîtriser localement cette formulation. En effet, maîtriser l'ingénierie de la résine permet d'adapter sa composition afin de répondre au mieux aux besoins des développements technologiques du laboratoire et d'explorer de nouvelles voies inaccessibles avec les résines commerciales. Les coûts de ces dernières sont par ailleurs très élevés, alors que leur durée de vie est souvent courte (quelques mois). Pourtant, les composants chimiques des résines UV sont peu onéreux. Développer sa propre résine permet donc de faire des économies non négligeables rendant la NIL encore plus abordable économiquement par rapport aux autres lithographies à haute résolution. Pour finir, tout le procédé mis en place n'est plus dépendant du fabricant de la résine qui peut modifier sa recette ou ne plus la produire. Au laboratoire, le choix a été fait de développer en interne une résine, nommée NILUV.



**Figure 27 :** Images issues de [52]. Photographies montrant : **(a)** un échantillon recouvert de résine photosensible commerciale réticulée après UVNIL et **(b)** un échantillon recouvert de résine photosensible réticulée faite maison (NILUV).

La résine NILUV est basée sur la réticulation de monomères méthacrylates d'alkyle fonctionnels. Ceux-ci sont mis en solution dans un solvant, le 2-méthylprop-2-énoate de benzyle, avec un amorceur radicalaire sensible aux ultra-violets, le 2,2-Diméthoxy-1,2-diphényléthane-1-one. Lors de l'irradiation de la résine, les molécules de l'amorceur radicalaire réagissent aux UVs et forment plusieurs radicaux dont le benzoyl. Ce dernier est capable d'amorcer une réaction de polymérisation en chaîne des fonctions méthacrylates afin d'obtenir au final un solide réticulé.

### **2.3.b** *Couche de résine résiduelle*

La couche de résine résiduelle est la couche de résine qui sépare le moule du substrat lors de la nanoimpression (Figure 28). Elle peut être nécessaire car elle représente une forte résistance à

l'arrachement qui assure la cohésion du film polymère lors du démoulage de structures à haut facteur de forme par exemple. Cependant, cette couche doit être supprimée entièrement pour atteindre la surface de l'échantillon et pouvoir ainsi le graver proprement. C'est pourquoi l'épaisseur de la couche de résine résiduelle doit être homogène et répétable pour réaliser un procédé propre et fiable.

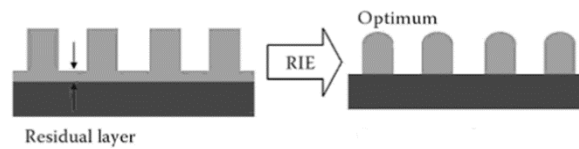


Figure 28 : Schéma illustrant le résultat optimal de la gravure de la couche de résine résiduelle [80].

### i Uniformité

Si des écarts d'épaisseurs existent au niveau de la couche résiduelle, le profil des motifs gravés risque de ne plus être fidèle au profil des motifs imprimés (Figure 29). Dans notre procédé, l'épaisseur de la couche de fond de résine dépendra des taux de remplissage des réseaux. En effet, de faibles taux impliquent un surplus de résine important puisque les cavités à combler sont petites. Une partie de la résine arrive à s'évacuer lors de la nanoimpression à l'extérieur des motifs mais l'autre reste et forme une forte épaisseur de couche résiduelle. Pour de forts taux de remplissage, une grande quantité de résine est nécessaire pour combler les cavités ne laissant qu'une fine couche résiduelle de résine. Il arrive même que le volume de résine ne soit pas suffisant et ne comble pas totalement les cavités du moule (Figure 30a). Il y a alors démouillage partiel de la résine avec création de ponts capillaires (Figure 30b).

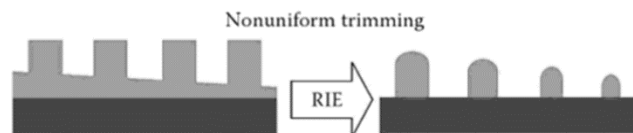


Figure 29 : Schéma illustrant les effets d'une épaisseur non uniforme de la couche résiduelle sur la gravure de cette dernière [80].

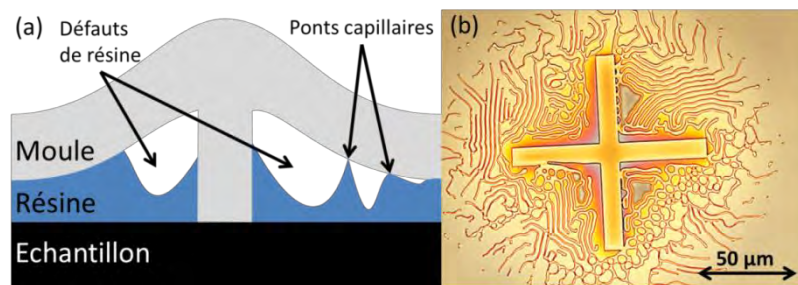


Figure 30 : Images issues de [77]. (a) Schéma illustrant la formation de ponts capillaires due au manque de résine. (b) Image de nombreux ponts capillaires autour d'un motif structuré dans la résine.

Ces écarts d'épaisseur de couche résiduelle peuvent être accentués par la différence de profondeur des réseaux du moule mère. En effet, des effets ARDE (Aspect Ratio Dependent Etch [81]) peuvent survenir lors de la gravure rendant la vitesse de gravure du moule dur inégale sur l'échantillon. Les réseaux avec un rapport d'ouverture (rapport entre la largeur de la tranchée et sa profondeur) plus grand sont plus gravés que ceux avec des rapports faibles [Voir détails chapitre 1

section 2.2.b]. Ces différences de profondeur sont reportées jusque dans la résine après l'UVNIL (Figure 34).

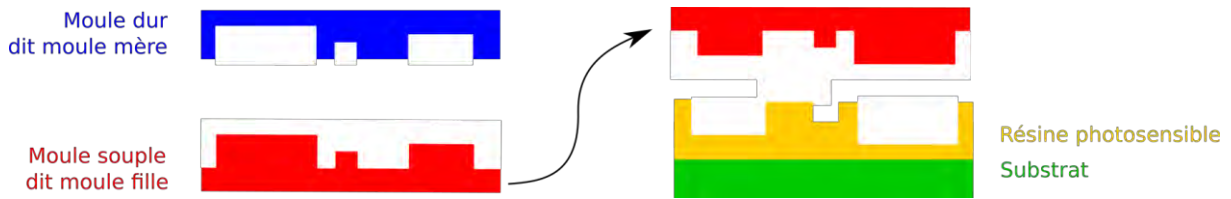


Figure 31 : Conséquences des effets ARDE de la gravure du moule mère sur l'épaisseur de la couche résiduelle de résine.

Les zones avec les plus faibles taux de remplissage seront les parties limitantes de notre procédé. La couche résiduelle doit être supprimée complètement, le temps de gravure sera donc fixé en fonction de l'épaisseur de résine la plus importante.

### ii Epaisseur et gravures

Comme indiquée dans la partie précédente, la couche de résine résiduelle doit être gravée entièrement pour pouvoir procéder à la gravure du substrat lui-même. En effet, si la couche résiduelle n'est pas entièrement gravée, le masque de résine risque de ne pas être ouvert sur le substrat (Figure 32 cas ①) et le substrat ne sera pas gravé comme initialement prévu. Dans le cas contraire, si la gravure de la couche est trop longue, des phénomènes liés à la surgravure (modification du rapport de forme...) peuvent survenir et ainsi modifier le profil initial du masque de gravure (Figure 32 cas ②).

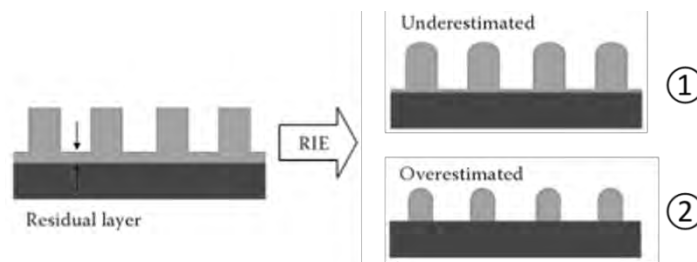


Figure 32 : Schéma représentant les conséquences d'une mauvaise estimation de l'épaisseur de la couche de résine résiduelle : cas ① épaisseur sous-estimée, cas ② épaisseur surestimée [80].

Pour estimer l'épaisseur, il est possible de calculer le volume de résine déplacé lors de la nanoimpression [82]. Avec le volume initial de la couche de résine, on peut calculer et retrouver l'épaisseur de la couche résiduelle. Hirai et al. [83] par le biais de nombreuses simulations numériques ont pu modéliser le déplacement du PMMA pendant la nanoimpression. L'application de leurs simulations leur a permis de structurer des réseaux de lignes avec un fort facteur de forme de 8,6:1 (Figure 33). Cependant, l'estimation de la couche résiduelle devient complexe pour des moules avec des motifs de dimensions et de géométries variables. Le volume de résine déplacé doit être calculé pour chaque géométrie de motif différent [84], [85] rendant la modélisation quasiment impossible pour certains composants.

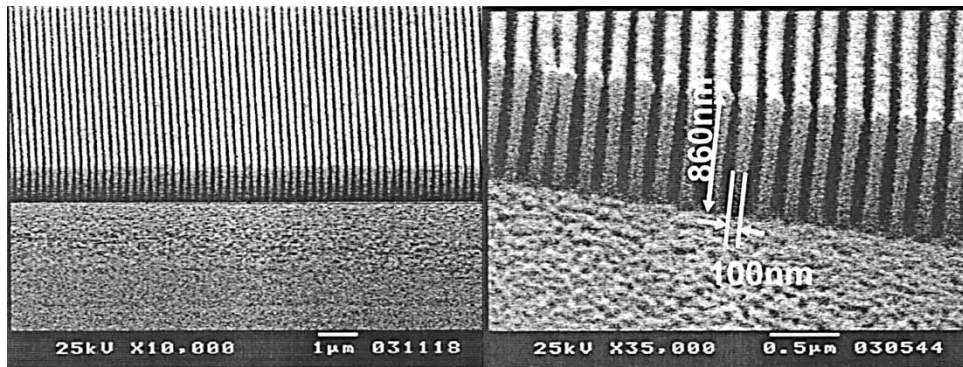


Figure 33 : Images issues de [83]. Images MEB d'un réseau de lignes à fort facteur de forme (8,6:1) réalisé à l'aide de simulations numériques sur le remplissage des cavités du PMMA.

### 3. Les machines pour la lithographie par nanoimpression

#### 3.1 Presses mécaniques

Les premières machines utilisées pour la NIL ressemblaient peu ou prou au système de presse mécanique utilisée pour l'embossage thermique. Lors de la nanoimpression, l'échantillon et le moule sont placés entre deux plateaux parallèles et rigides dont l'un d'eux est lié à un piston. La rigidité des plateaux permet d'appliquer de très fortes pressions. Ces très fortes pressions peuvent permettre d'accéder à de très forts facteurs de forme (jusqu'à 11:1 avec une pression de 14 000 PSI sur la figure 34 [86]). Toutefois, avec de telles pressions, le moule et l'échantillon sont beaucoup plus sensibles aux défauts présents sur les plateaux, l'échantillon, le moule ou entre ces deux derniers (Figure 35 cas ① et ②). Lors de la pression, ces défauts concentrent une très forte contrainte qui peut entraîner une déformation sur les structures transférées, voire casser l'échantillon ou le moule.

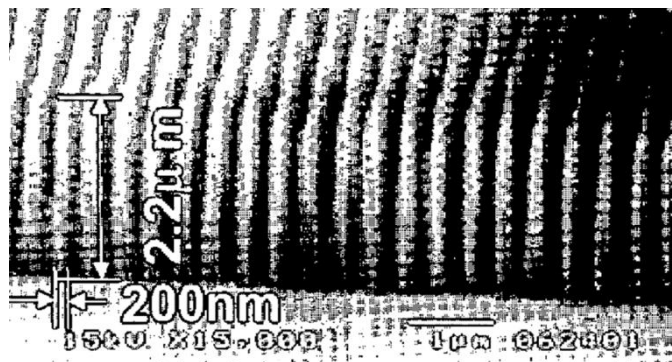
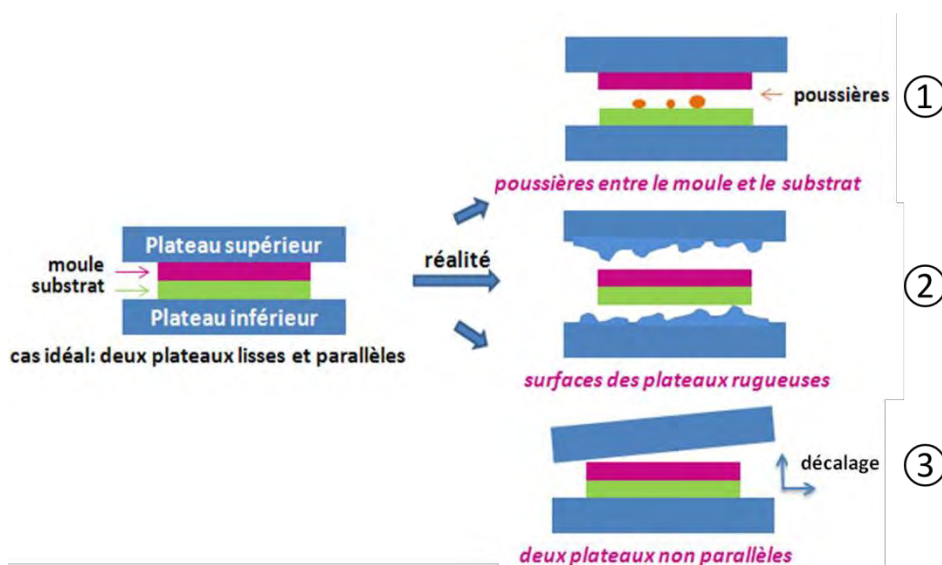


Figure 34 : Image MEB de réseaux de PMMA à forts facteur de forme obtenus par TNIL [86].

De même, un des plateaux peut être désaxé à cause de fortes pressions causées par une protubérance située sur le moule ou l'autre plateau. Les plateaux n'étant plus parallèles, la pression n'est plus uniforme sur toute la surface de l'échantillon ce qui entraîne des défauts d'épaisseurs dans les transferts de motifs (Figure 35 cas ③).

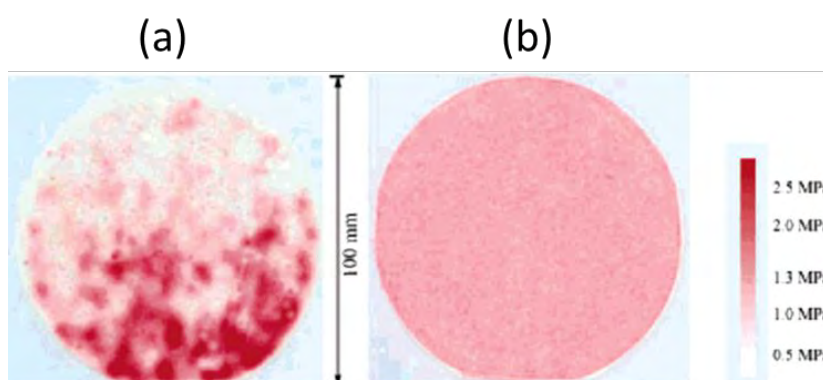


**Figure 35 :** Schéma récapitulant les différentes causes de non uniformité de l'épaisseur de résine lors d'une nanoimpression. La première cause est due à la présence d'une poussière entre le moule (fuchsia) et le substrat recouvert de résine (vert). Les deux autres causes sont liées à l'état des plateaux (bleus) [76].

### 3.2 Presses à membranes souples

Pour contourner ces problèmes, des machines de nanoimpression ont été développées avec un système de pressage constitué d'une ou de deux membranes souples (système simple ou double membrane). La souplesse des membranes permet d'épouser la forme de l'échantillon lors de l'impression et d'homogénéiser la pression sur toute la surface de l'échantillon.

Par exemple, plusieurs études comparatives entre un système classique à plateaux rigides et un système double membrane ont été réalisées par Gao et al. [87]. Lors d'une nanoimpression utilisant le système double membrane, la pression sur l'échantillon respecte la valeur nominale et est distribuée de manière homogène sur toute la surface de l'échantillon contrairement à une nanoimpression avec un système de presse classique (Figure 36).

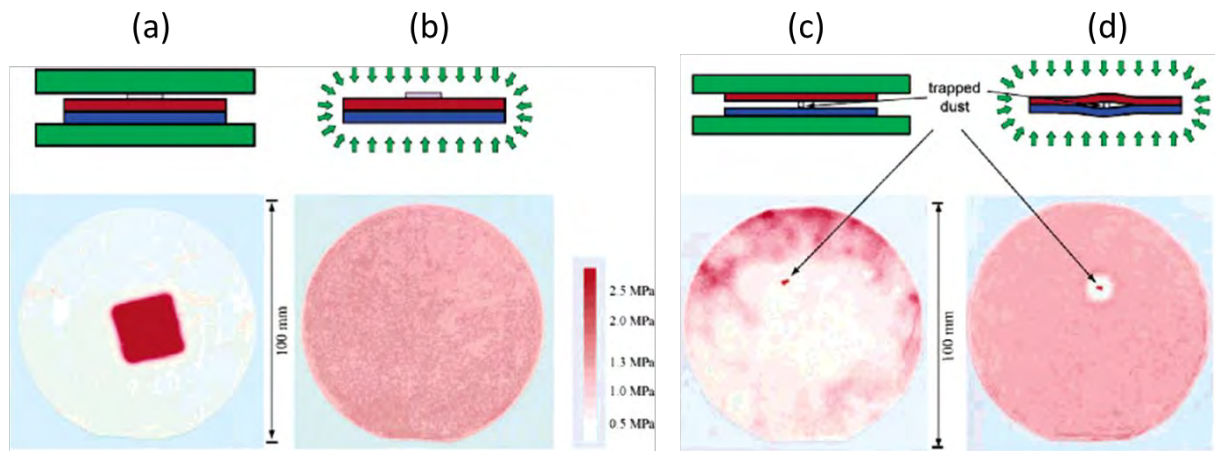


**Figure 36 :** Images issues de [87]. Photographies des distributions de la pression (200 PSI = 1,38 MPa) sur un substrat de silicium de 100 mm de diamètre lors d'une nanoimpression utilisant (a) une presse classique et (b) un système de double membrane.

Des tests ont été aussi effectués dans les cas où une poussière est située sur le moule ou piégée entre le moule et l'échantillon. Dans le premier cas, la poussière n'a pas d'influence sur la nanoimpression avec le système double membrane, contrairement à la presse classique où la



pression est concentrée sur toute la surface de la poussière (Figure 37a et b). Dans le deuxième cas, les membranes englobent la poussière piégée et l'homogénéité de la pression est préservée sur le reste de l'échantillon (Figure 37c et d).



**Figure 37** : Images issues de [87]. Schémas et photographies illustrant les études comparatives entre (a et c) un système de presse classique avec plateaux rigides (rectangles verts) et (b et d) un système double membrane (flèches vertes) effectuées par Gao et al. sur la distribution de la pression (200 PSI = 1,38 MPa) sur un substrat de silicium de 100 mm de diamètre lorsqu'un corps étranger est (a et b) localisé sur le moule (rouge) ou (c et d) piégé entre le moule et l'échantillon (bleu).

L'utilisation de membranes permet ainsi d'uniformiser l'épaisseur de la résine à la surface de l'échantillon et de minimiser les irrégularités dues à une particule extrinsèque. Cependant, un système double membrane a l'avantage d'être compatible avec des matériaux fragiles par rapport à un système simple membrane où le pressage est effectué sur un plateau rigide.



# Chapitre 3 Fabrication et caractérisation des CRIGFs NIR par SNIL

Les caractéristiques géométriques des filtres ont été tout d'abord reprises des CRIGFs réalisés dans la thèse de Xavier Buet [5] afin d'évaluer l'impact du procédé de fabrication (NIL ou EBL). Ainsi les valeurs types des paramètres sont récapitulées sur la figure 38 :

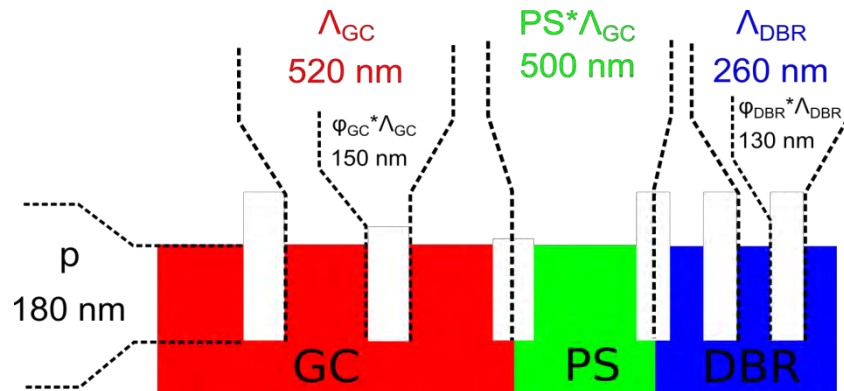


Figure 38 : Schéma récapitulatif des valeurs typiques des caractéristiques des trois constituants du CRIGF : le réseau central (GC), la zone d'adaptation de phase (PS) et le réflecteur de Bragg (DBR).

Le réseau central est composé de 21 périodes et les réflecteurs de Bragg de 300 périodes chacun. La surface totale du composant avoisine donc  $7000 \mu\text{m}^2$  (Figure 39).

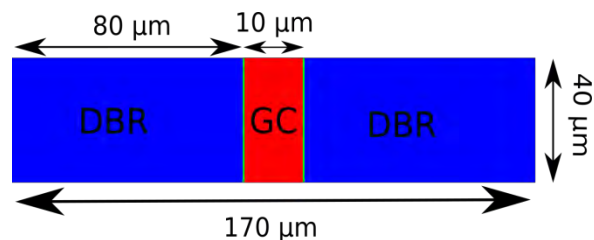


Figure 39 : Schéma récapitulatif des dimensions typiques du composant CRIGF.

## 1. Outils et méthodes pour la caractérisation des échantillons en salle blanche

Pour le développement des procédés de fabrication des différents CRIGFs, il a été nécessaire de mettre en place plusieurs protocoles de mesure permettant d'assurer une quantification répétable et fiable des caractéristiques mises en jeu.

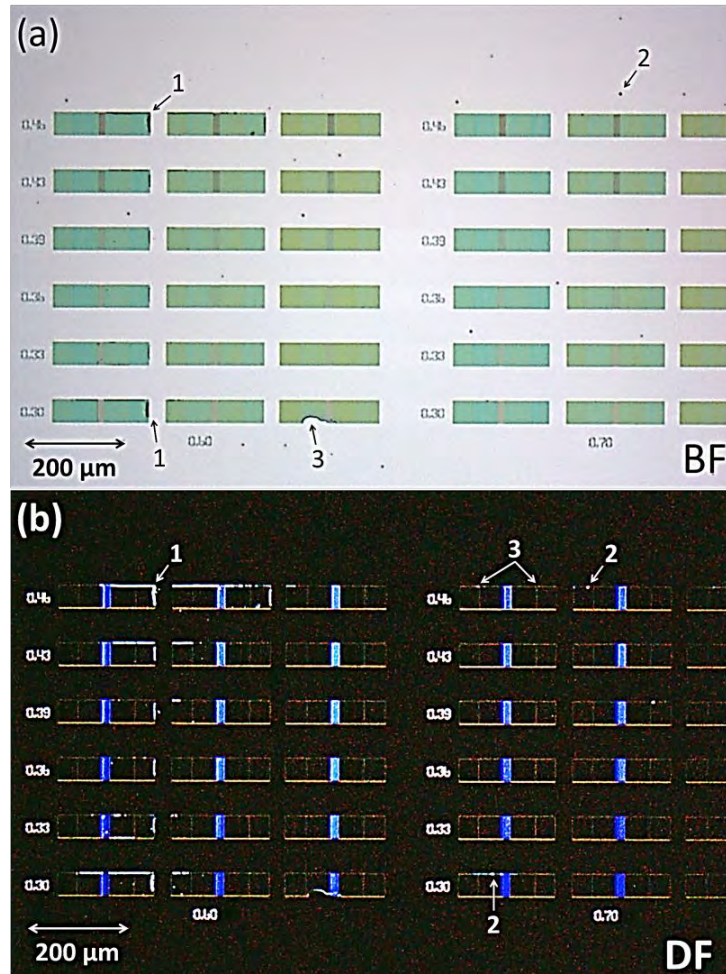
### 1.1 Observation des échantillons

#### 1.1.a Microscopie optique

Le microscope optique (MO) permet de repérer les différents composants fabriqués et de vérifier leur état (Figure 40). Il permet d'évaluer l'état général de l'échantillon de repérer les composants fonctionnels et de cataloguer les défauts typiques du procédé comme des parties manquantes du

dessin initial, des réseaux arrachés, des particules polluantes, des rayures... (1,2 et 3 dans la figure 40a).

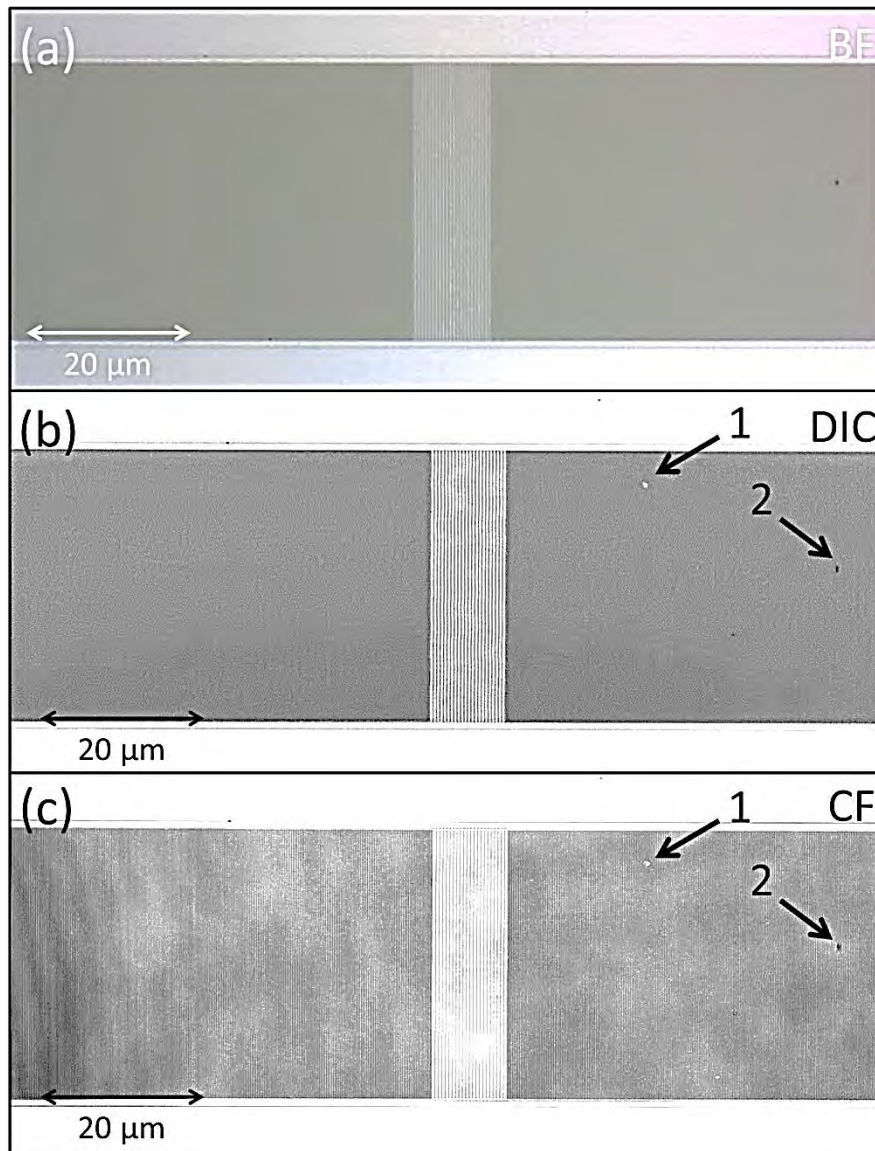
Les microscopes optiques possèdent en général un mode « champ sombre » (DF pour « Dark Field »). Dans ce mode, l'échantillon analysé est éclairé par une lumière rasante, de sorte que le détecteur ne capte que la lumière diffusée par l'échantillon. Le relief et les aspérités de l'échantillon sont mis en exergue grâce à ce mode. Dans notre cas, ce mode s'avère être très efficace pour repérer les particules polluantes et les résidus de moule souple imbriqués dans les réseaux (1 et 2 dans la figure 40b).



**Figure 40 :** Exemples d'images au MO d'un moule mère. **(a)** Le mode « champ clair » (BF pour « Bright Field ») permet de repérer (1) des résidus de moule souple imbriqués dans les réseaux des CRIGFs, (2) des particules polluantes et (3) des parties de filtres manquantes. **(b)** Le mode « champ sombre » (DF pour « Dark Field ») permet de mettre en avant le relief et les aspérités présentes sur l'échantillon. (1) Les résidus de moule souple sont beaucoup plus visibles ainsi que les (2) particules. Le DF permet aussi de mettre en évidence (3) les raccords de champs de la lithographie électronique.

En complément des microscopes optiques classiques, la salle blanche possède un microscope confocal à balayage laser (MCBL) OLS LEXT 3100 de la marque OLYMPUS. Ce dernier comporte trois modes : un mode classique « champ clair » (BF (a)), un mode à contraste différentiel (DIC pour Differential Interference Contrast (b)) et un mode confocal (CF (c)) qui permet d'obtenir une représentation tridimensionnelle de l'échantillon grâce à une succession d'images réalisées à partir d'un laser balayant l'échantillon. Ce dernier mode permet d'avoir une observation plus précise des

réseaux et de repérer des défauts peu visibles en mode optique classique (arrachements, trous, présences de particules...).



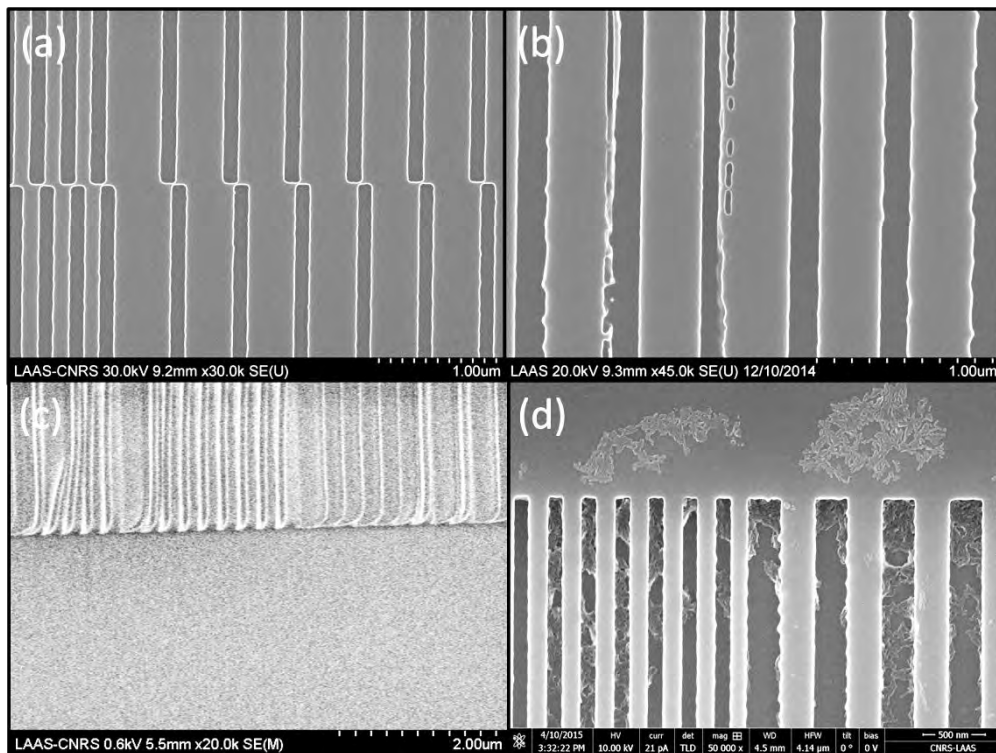
**Figure 41** : Images d'un CRIGF au MCBL en mode (a) champ clair (BF) (b) contraste différentiel (DIC) et (c) confocal (CF). Les deux derniers modes permettent de repérer des trous (1) ou des particules (2) invisibles avec une image prise au MO classique (a).

### 1.1.b Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir des images beaucoup plus résolues des échantillons. Le modèle utilisé est un MEB S4800 de la marque HITACHI. Les paramètres du microscope sont fixés en fonction du matériau constituant l'échantillon observé. Pour des matériaux conducteurs comme le silicium ou l'arséniure de gallium, de fortes tensions et de fortes intensités sont conseillées (par exemple, 20 kV et 10  $\mu$ A respectivement). Grâce à la bonne conductivité du matériau, les électrons émis sont facilement évacués par l'échantillon et atteignent en grande quantité les détecteurs du MEB. Dans ces conditions, de fortes tensions sont possibles et permettent aux électrons de sonder plus en profondeur l'échantillon observé et de donner des informations sur la composition et l'homogénéité de sa surface. De fortes intensités augmentent, quant à elles, la

quantité d'électrons émis et améliore ainsi la résolution de l'image. Par contre, pour les matériaux isolants comme le verre ou les polymères, de très faibles tensions et de plus faibles intensités sont recommandées (par exemple, 0,6 kV et 7  $\mu$ A). L'échantillon isolant peine à évacuer les électrons, on applique plutôt de faibles tensions pour que les électrons interagissent uniquement avec la surface de l'échantillon et ne pénètre pas en profondeur le matériau. L'intensité doit être réglée avec un bon compromis entre la résolution de l'image et les effets de charges, c'est-à-dire l'accumulation des électrons à la surface de l'échantillon qui sature le détecteur, rend l'observation difficile et réduit la qualité de l'image.

Le MEB permet de mieux qualifier les défauts repérés dans un premier temps au MO comme par exemple de mauvais raccords de champ (a), des réseaux mal définis (b) ou inclinés (c) ou des résidus des résine (d)...



**Figure 42 :** Images MEB illustrant certains défauts mis en évidence grâce à sa haute résolution. **(a)** Mauvais raccords de champ. **(b)** Réseaux mal définis. **(c)** Réseaux inclinés. **(d)** Résidus de résine.

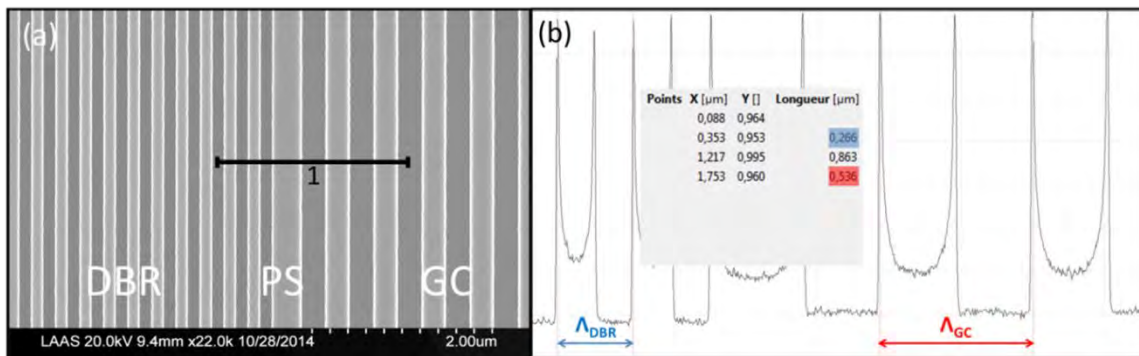
Toutefois, le MEB utilisé lors de ma thèse n'est pas calibré pour réaliser une mesure quantitative fiable des caractéristiques géométriques des échantillons. Les images MEB sont donc utiles dans un premier temps pour donner une approche globale des états des composants fabriqués. Mais certaines caractéristiques comme la période et la profondeur des réseaux sont primordiales et doivent être quantifiées et analysées de manière précise afin de connaître les origines des éventuels défauts du CRIGF. Pour ce faire, plusieurs protocoles de mesures ont été établis combinant mesures et analyses d'images effectuées à l'aide de plusieurs instruments de mesure et de différents logiciels de traitement d'image.

## 1.2 Mesure de la période et du taux de remplissage

Les périodes et les taux de remplissage des réseaux (DBR et GC) sont des caractéristiques fondamentales dans le fonctionnement des CRIGFs. En effet, la période du GC fixe la longueur d'onde

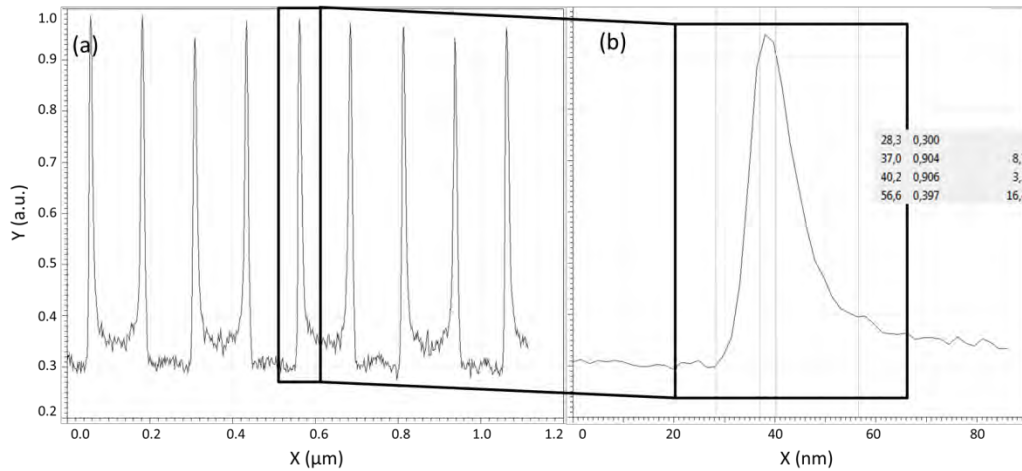
de résonance du filtre. Le taux de remplissage des DBRs doit être égal à 0,5 quel que soit les caractéristiques du CRIGF pour un meilleur confinement du mode au niveau du réseau central. Le taux de remplissage du GC, quant à lui, influe sur le coefficient de couplage. Il doit donc respecter une certaine valeur, prédéfinie par les simulations, pour une performance optimale du CRIGF. Les dérives et les décotes de ces grandeurs au cours des différentes étapes du procédé sont susceptibles d'altérer les performances du filtre et doivent donc être connues et quantifiées pour être ensuite corrigées lors des procédés ultérieurs.

Cependant, nous n'avons pas de technique pour mesurer de manière fiable les périodes des réseaux. Un montage de type Littrow peut être utilisé pour évaluer la période des réseaux mais n'est pas adapté pour nos réseaux de petites dimensions (21 périodes de 520 nm environ pour les GCs). Ce système de mesure a par exemple été employé pour la mesure de réseaux GMRF « pleine plaque » lors de la thèse de Ksenia Sharshavina [52]. De plus, le microscope électronique à balayage du laboratoire (MEB) n'étant pas calibré, nous pouvons juste obtenir une estimation des périodes en analysant les images MEB (Figure 43a). Pour cela, les profils sont extraits à partir d'une coupe (1) puis les périodes peuvent être mesurées (b). Par contre, le taux de remplissage qui est un rapport (entre la largeur de la tranchée et la période totale) ne dépend pas de la calibration de l'instrument et peut être mesuré avec précision avec cette même méthode.



**Figure 43 :** Exemple de mesure MEB et des analyses sur le logiciel Gwyddion. (a) Image MEB des différents réseaux d'un CRIGF (DBR, PS et GC). Une coupe (1) est effectuée pour extraire (b) les profils des réseaux.

Lorsque la coupe de l'image a été effectuée, il faut déterminer les positionnements des différents points de mesures. En effet, les frontières entre les tranchées et les dents du réseau ne sont pas strictement définies. Elles apparaissent sur les coupes comme des pics plus ou moins larges de forte amplitude (Figure 44a). Ces caractéristiques sont typiques des changements brusques de hauteur observés sur les images MEB. Les largeurs de ces pics peuvent atteindre approximativement les 30 nm. Les points de mesure sont effectués aux sommets des pics (Figure 43) qui correspondent à la mi-hauteur des flancs des réseaux. Ils assurent une certaine répétabilité des mesures car on peut facilement les distinguer et les pointer. Cette technique permet des mesures avec une précision de  $\pm 2$  nm (Figure 44b). Lorsque plusieurs images sont analysées pour un même échantillon avec le même paramètre géométrique, les écarts types observés ne dépassent pas les 2% pour la période et le 1% pour les taux de remplissage.



**Figure 44 :** (a) Profils de quatre périodes de réseaux obtenus par coupe d'une image MEB (b) Profil d'un flanc de réseau, largeur totale du pic 27 nm, résolution 1,7 nm.

Malgré ces défauts, ce protocole de caractérisation permet de quantifier les décotes de la période et des taux de remplissage des réseaux à la suite des différentes étapes de fabrication des CRIGFs (lithographies, gravures). Ces informations sont précieuses et permettent d'ajuster les paramètres géométriques des CRIGFs dès la modélisation pour compenser ces décotes.

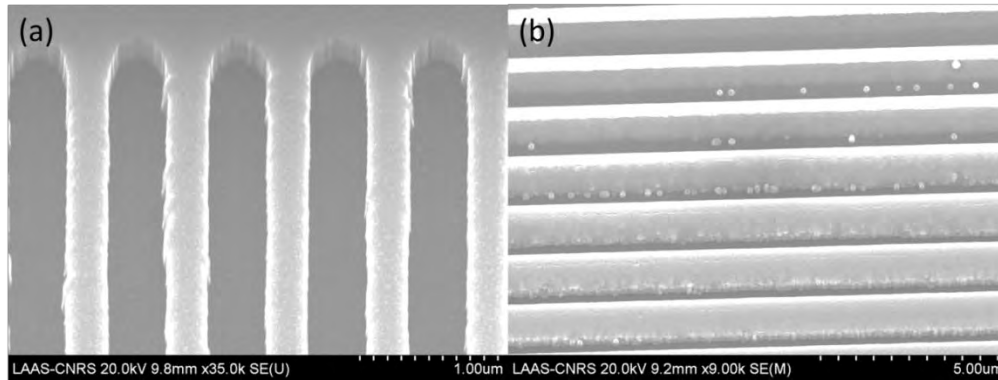
### 1.3 Mesures des profils

Les CRIGFs sont conçus avec des réseaux rectangulaires pour des raisons technologiques, bien qu'ils puissent fonctionner avec différents types de profils. Le profil exact des réseaux a un impact sur la valeur exacte du coefficient de couplage du mode localisé dans le CRIGF

Les différentes étapes de lithographie et de gravure peuvent altérer ce profil et compromettre la verticalité des flancs. C'est pourquoi nous devons contrôler cette caractéristique tout au long du procédé de fabrication des CRIGFs.

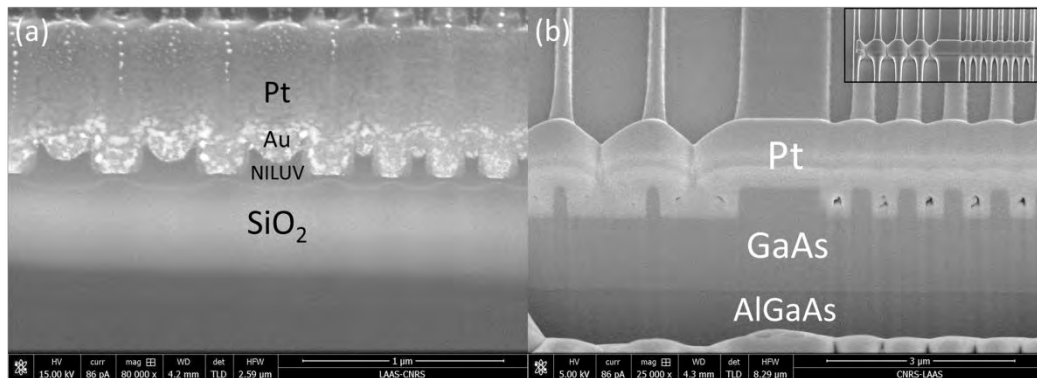
Les profils des réseaux peuvent être visualisés sur des images MEB. En effet, on peut incliner la plateforme tenant l'échantillon pour apercevoir l'état des flancs ou l'état des fonds des réseaux (Figure 45). Cependant, les images obtenues ne donnent qu'une première approche des paramètres géométriques obtenus. Il est nécessaire de trouver une technique plus résolue pour pouvoir les quantifier.





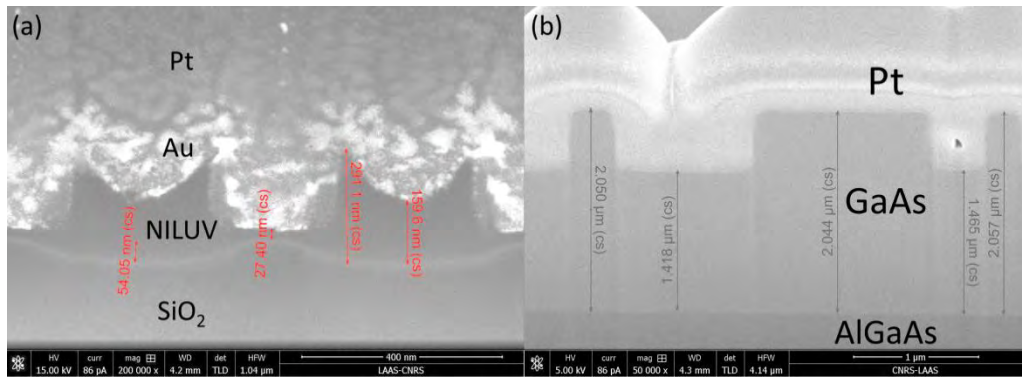
**Figure 45 :** Exemples d'images MEB d'échantillons placés sur une plateforme inclinée le long des lignes pour observer le profil des réseaux. **(a)** Echantillon incliné de 30° pour observer des flancs verticaux des réseaux et des fonds de réseaux lisses. **(b)** Echantillon incliné de 16° à la perpendiculaire des lignes des réseaux pour observer des flancs irréguliers et des fonds de réseaux ici parsemés de particules.

Il est possible aussi d'utiliser une sonde ionique focalisée ou FIB (Focused Ion Beam). Le principe de cet instrument est le même que celui du MEB sauf qu'il utilise un faisceau d'ions focalisés, généralement du gallium, à l'instar du MEB qui lui utilise un faisceau d'électrons focalisés. Le FIB présent en salle blanche est un Helios 600i de la marque FEI qui a la particularité d'ajouter les fonctions MEB et FIB puisqu'il comporte deux faisceaux, l'un électronique et l'autre ionique. L'intérêt d'un tel instrument est qu'il peut graver localement l'échantillon afin de pouvoir visualiser les profils de ces motifs. Une fine couche locale de matériau conducteur comme le platine peut même être déposée sur l'échantillon pour avoir un meilleur contraste sur les images capturées. Contrairement au clivage, l'échantillon n'est pas découpé entièrement seule une petite partie de l'échantillon est condamnée. L'échantillon ainsi gravé est alors incliné ce qui permet de connaître le profil de ces couches mais aussi celui de ces flancs (Figure 46).



**Figure 46 :** Exemple d'images FIB d'échantillons recouverts de platine et gravés localement pour observer l'état des couches et des profils des réseaux. **(a)** On observe que les réseaux formés par la résine sur cet échantillon ne sont pas rectangulaires. L'échantillon a été préalablement recouvert d'une fine couche d'or pour éviter une accumulation de charges sur la couche isolante de résine NILUV. **(b)** On peut constater la verticalité des flancs.

Les images peuvent être ensuite analysées (Figure 47). Cependant, seuls quelques points de mesures peuvent être effectués par cette technique localement destructive et lente.



**Figure 47 :** Exemples de mesures de profondeurs par le biais du logiciel du FIB **(a)** Réseaux de résine NILUV sur substrat de SiO<sub>2</sub> et **(b)** Réseaux gravés sur une couche de GaAs, elle-même déposée sur une couche d'AlGaAs.

#### 1.4 Mesure de la profondeur

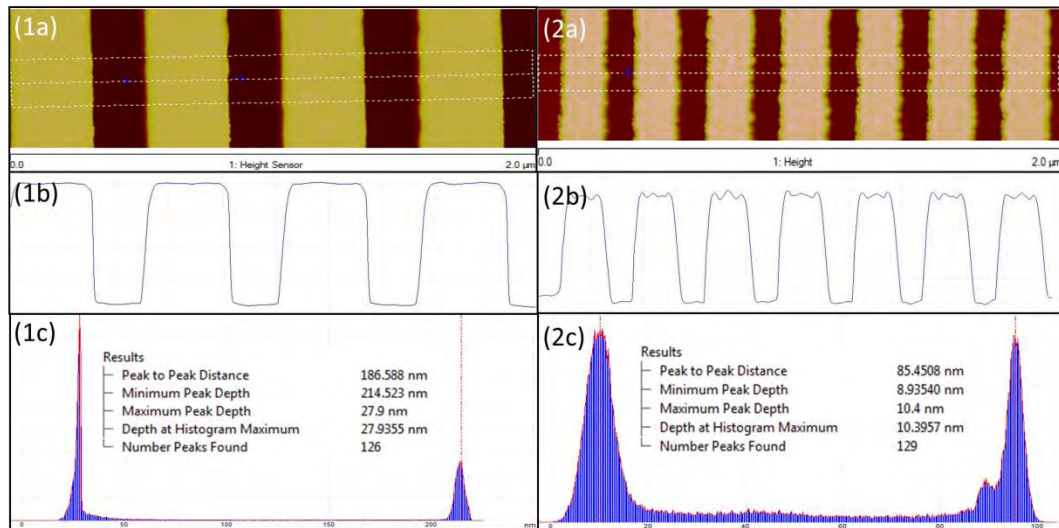
Pour obtenir une valeur quantifiée de la profondeur des réseaux, des images au microscope à force atomique (AFM pour Atomic Force Microscope) sont effectuées. L'AFM est un microscope permettant l'analyse dimensionnelle nanométrique à l'aide d'une pointe balayant la surface de l'échantillon. Cette technique non destructive peut être appliquée quel que soit le matériau de l'échantillon. Un large panel de pointes existe afin de pouvoir effectuer différents types de mesures comme la rugosité ou la topologie de structures nanométriques.

Le laboratoire possède deux AFMs dans sa salle blanche : l'AFM DIMENSION de la compagnie VEECO et l'AFM ICON de la compagnie BRUCKER. Il est possible au sein du laboratoire d'utiliser deux types de pointes provenant de la compagnie NanoWorld®: l'Arrow NC et l'AR5T-NCHR pour des structures avec des dimensions critiques fines.

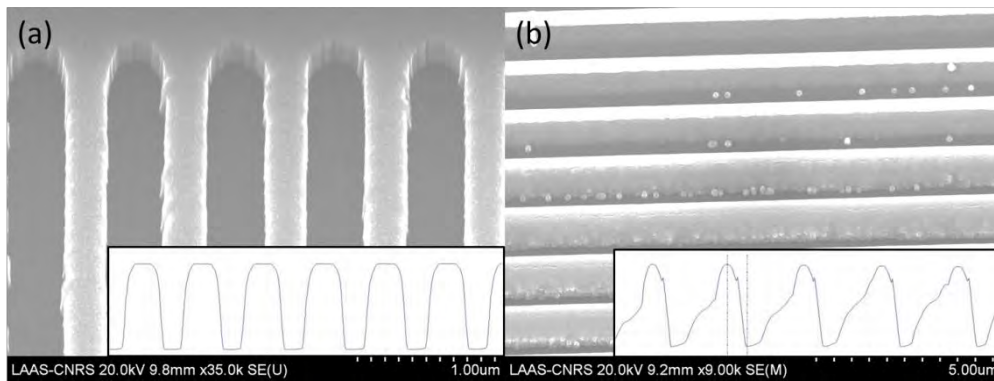
Dans le cadre de ma thèse, j'ai choisi d'utiliser des pointes AR5T-NCHR car elles possèdent un rayon de courbure de 15 nm et sont plus adaptées aux dimensions nanométriques et aux facteurs de forme des réseaux étudiés ici.

Les pointes sont utilisées en mode « tapping ». Ce mode consiste à faire osciller le levier de la pointe à sa fréquence propre de résonance avec une certaine amplitude. Lorsque la pointe se rapproche de la surface de l'échantillon, des interactions se font entre les atomes de la pointe et ceux de la surface de l'échantillon entraînant une modification de la fréquence de résonance du levier. L'amplitude est aussi altérée et permet par rétroaction de remonter à la topologie de l'échantillon.

Les images obtenues par l'AFM sont ensuite analysées par le biais d'un logiciel gratuit et libre d'accès (Nanoscope Analysis) (Figure 48(1a et 2a)). Le profil des réseaux est obtenu en faisant une coupe parallèle à l'axe de périodicité du réseau. Cette coupe peut être élargie afin de moyenniser les valeurs de hauteur. Le graphe obtenu permet d'établir les profils des réseaux (1b et 2b) et de les comparer avec ceux obtenus par les méthodes précédemment évoquées (MEB sur la Figure 49). Cette comparaison est nécessaire car la mesure à l'AFM dépend énormément des réglages préalables de l'opérateur et surtout de l'état de la pointe utilisée qui peut être polluée par une poussière. Le profil dessiné est en effet la convolution entre le profil du réseau et la forme de la pointe. Les techniques d'observation sont donc complémentaires.



**Figure 48** : Exemples de mesures AFM et des analyses par logiciel (Nanoscope Analysis). **(1a et 2a)** Images AFM de réseaux avec la coupe parallèle à l'axe de périodicité permettant de faire une moyenne **(1b et 2b)** sur les profils des réseaux. **(1c et 2c)** Histogramme des hauteurs des mesures effectuées sur la coupe.



**Figure 49** : Exemples d'images MEB d'échantillons placés sur une plateforme inclinée pour avoir un premier avis sur le profil des réseaux et le fond des réseaux. La première observation est confirmée par les résultats obtenus par AFM (encadrés)

Pour avoir une valeur plus précise de la profondeur des réseaux, les valeurs de la topologie de l'image AFM sont recensées pour dresser un histogramme des hauteurs (Figure 48(1c et 2c)). Il permet d'accéder automatiquement à la profondeur des réseaux grâce à une fonction du logiciel mais permet aussi d'estimer l'incertitude des valeurs obtenues. Ainsi, nous trouvons une incertitude autour de 2 nm pour les histogrammes qui arborent les pics les plus fins. Par exemple, l'incertitude est égale à 2,06 nm pour une profondeur de 186 nm sur la figure 48(1c), c'est-à-dire que l'incertitude ne représente que 1,2% par rapport à la valeur de la mesure. D'autre part, nous trouvons des incertitudes autour de 3 nm pour les pics les plus larges. Par exemple, nous avons calculé une incertitude égale à 2,81 nm sur la figure 48(2c) pour une profondeur de 85 nm, soit 3,3% d'incertitude sur la mesure. Ces incertitudes peuvent être dues à la forte rugosité des réseaux, ce qui est le cas pour la partie supérieure des réseaux dans (2c). De plus, les valeurs de l'histogramme entre les deux pics permettent d'évaluer la verticalité des profils. En effet, des faibles valeurs entre les pics indiquent des flancs verticaux (1c) alors des valeurs plus élevées correspondent à des flancs non verticaux (2c).

L'AFM devient donc indispensable à la caractérisation des CRIGFs car il apporte à lui seul bon nombre d'informations sur l'état des filtres et sur la quantification des paramètres fondamentaux du CRIGF.

## **1.5 Mesures des épaisseurs des couches**

La première caractéristique à quantifier est l'épaisseur des différentes couches constituant le substrat. En effet, les CRIGFs sont structurés sur un substrat multicouche que ce soit les CRIGFs NIR ou les CRIGFs MIR. Ces couches déterminent deux éléments clefs du CRIGFs : le guide d'onde et le système antireflet. De ce fait, les performances du CRIGF dépendent directement de ces épaisseurs. Ces dernières doivent être donc quantifiées. Cependant, les matériaux constituant ces couches ne sont pas les mêmes selon le domaine spectral visé. Les CRIGFs NIR sont à base de silice et de nitrure de silicium ( $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ ) alors que les CRIGFs MIR sont à base d'alliage d'arséniure de gallium (GaAs). Deux protocoles de caractérisations des couches ont été donc indépendamment développés.

### **1.5.a Epaisseurs des couches CRIGFs NIR**

Le substrat des CRIGFs NIR est composé d'un substrat de verre et de deux bicouches de silice ( $\text{SiO}_2$ ) et de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). L'un forme le système antireflet déposé sur la face inférieure du substrat de verre, et l'autre le guide d'onde déposé sur la face supérieure. Ces couches sont caractérisées par ellipsométrie. Cette technique non destructive consiste à analyser la polarisation de la lumière réfléchiée par la surface plane du substrat en fonction de la longueur d'onde, de l'angle d'incidence et de l'état de la polarisation de la lumière incidente. Cette technique permet d'accéder à l'épaisseur des couches minces (avec une précision de quelques nanomètres) ainsi qu'à leur indice optique (à 0,05 près). L'ellipsomètre Uvisel d'HORIBA du laboratoire permet aussi de réaliser des cartographies sur tout l'échantillon. L'utilisation de cette technique a donc une double utilité dans notre cas : confirmer ou infirmer la conformité et l'uniformité des épaisseurs des couches déposées par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) et vérifier les indices optiques des matériaux.

### **1.5.b Epaisseurs des couches CRIGFs MIR**

Pour les CRIGFs MIR, le substrat est en arséniure de gallium, un matériau peu exploité à l'ellipsomètre dans notre laboratoire par manque de modèle paramétrique de l'indice. La diffractométrie par rayon X (DRX) est une technique répandue pour mesurer les épaisseurs des couches dans les semi-conducteurs. Cependant, cette technique est adaptée aux empilements de couches de faibles épaisseurs comme des puits quantiques composés d'une succession de couches épaisses d'une dizaine de nanomètres. Or, notre guide d'onde MIR est constitué d'une couche séparatrice d'AlGaAs de  $5,70 \mu\text{m}$  et d'une couche de GaAs de  $2,15 \mu\text{m}$  [Voir la section 4.2.b de ce chapitre]. On doit donc se tourner vers une autre technique.

Pour connaître les épaisseurs des couches constituant un substrat, on peut de manière plus radicale le cliver et observer la tranche de celui-ci au MEB (Figure 50). Les épaisseurs peuvent ainsi être mesurées sur plusieurs points avec une précision de  $0,05 \mu\text{m}$  sur toute la longueur de la tranche. Les images peuvent ensuite être analysées par un logiciel de traitement d'images (Gwyddion).

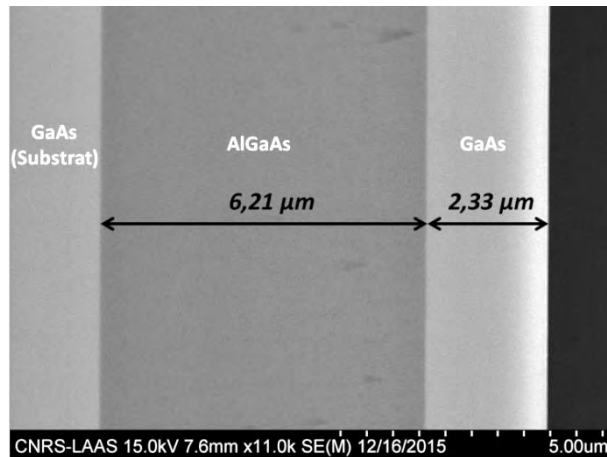


Figure 50 : Exemple d'image MEB d'un échantillon multicouche clivé et fixé à 90° sur le porte-échantillon.

## 1.6 Conclusion

Au final, plusieurs protocoles de caractérisation ont été mis en place pour quantifier de manière fiable et répétable les paramètres essentiels des CRIGFs le long de leur procédé de fabrication (Tableau 1).

Observation générale		Période	Taux de remplissage	Profil			Profondeur		Epaisseur	
									NIR	MIR
MO	MEB		MEB	AFM	FIB	MEB	AFM	FIB	Ellipsomètre	MEB

Tableau 1 : Récapitulatif des instruments de mesure utilisés pour l'observation et la quantification des caractéristiques des CRIGFs lors de leur conception.

Seule la période est difficile à quantifier de manière précise. Nous n'avons pas exploité la possibilité d'utiliser le masqueur RAITH 150 qui est calibré pour des mesures dimensionnelles.

Ces protocoles permettent de s'assurer la conservation des valeurs géométriques des réseaux après chaque étape de fabrication qui peuvent entraîner des dérives sur ces valeurs. Dans ces cas-là, des modifications doivent être apportées dès la modélisation des différents designs des filtres pour anticiper et compenser ces futures dérives et atteindre les caractéristiques souhaitées sur le composant finalisé.

## 2. Fabrication des CRIGFs NIR par SNIL

### 2.1 Introduction à la fabrication

Un des buts de cette thèse est de concevoir un procédé de fabrication stable et générique pour les CRIGFs. Ce procédé doit requérir une certaine flexibilité puisqu'il est prévu de transférer ce procédé des CRIGFs NIR sur SiO<sub>2</sub> ( $\lambda_r=850$  nm) vers les CRIGFs MIR sur substrat GaAs ( $\lambda_r=4600$  nm). Ceux-ci sont constitués des mêmes éléments que les CRIGFs NIR (GC, DBR et PS) mais à une échelle micrométrique.

Les expériences effectuées lors de cette thèse ont eu pour base les travaux menés précédemment au sein du laboratoire sur les réseaux structurés par SNIL. Dans ces travaux, plusieurs procédés de fabrication ont été mis en place pour l'élaboration de divers réseaux (GMRFs, réseaux pour puits quantiques...). Le premier objectif de la thèse a été de reprendre ces procédures pour tester leur compatibilité avec les résolutions de nos composants, puis de les adapter pour qu'elles puissent répondre aux mieux aux exigences spécifiques des CRIGFs. Les travaux de thèse d'Hajer

Makhloufi ont été particulièrement utiles puisqu'elle a réussi à transférer plusieurs réseaux de lignes de petites dimensions (largeur = 80 nm sur un pas de 200 nm) sur de petites surfaces locales ( $600 \times 500 \mu\text{m}^2$ ) sur un échantillon de surface  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  [76].

Pour rappel, le procédé de fabrication choisi pour nos CRIGFs est basé sur la technique de lithographie souple par nanoimpression (SNIL), qui est composée de quatre grandes étapes :

- la fabrication du moule dur par lithographie électronique (EBL),
- la fabrication du moule souple en Zeonorfilm® par lithographie par nanoimpression thermique (TNIL),
- le transfert des motifs dans la résine NILUV par lithographie par nanoimpression assistée par insolation UV (UVNIL),
- le transfert des motifs de la résine à l'échantillon par gravure par ions réactifs assistée par plasma (ICP-RIE).

Pour distinguer les différents échantillons conçus au cours de ma thèse. J'ai établi une notation bien précise :

- les moules durs seront notés  $M_i$  (exemple :  $M_3$  pour le troisième moule dur fabriqué),
- les moules souple  $M_i\_Z_j$  (exemple :  $M_3\_Z_4$  pour le quatrième moule souple dupliqué à partir du troisième moule mère),
- les échantillons structurés dans le substrat  $M_i\_Z_j\_E_k$  (exemple :  $M_3\_Z_4\_E_1$  pour le premier échantillon structuré par le biais du quatrième moule fille dupliqué à partir du troisième moule mère)

## 2.2 Fabrication du moule mère

La fabrication du moule mère est la première étape de notre procédé. Le moule mère détermine les différents motifs qui seront transférés ensuite dans le moule souple puis dans l'échantillon final. Les CRIGFs NIR demandent une technologie de fabrication à haute résolution, c'est pourquoi, au sein du laboratoire, les moules mères sont fabriqués par lithographie électronique sur substrat silicium (Figure 51). Des lignes de 50 nm au pas de 130 nm ont déjà été obtenues de manière répétable au sein de l'équipe avec le masqueur [76]. Le plus petit motif de nos CRIGFs correspond à la largeur de la ligne (125 nm) au sein des DBRs de période de 250 nm environ, la lithographie électronique nous garantit donc une résolution suffisante pour nos composants. Le procédé utilisé par Hajer Makhloufi ont été donc repris pour l'élaboration de nos moules durs.

### 2.2.a Procédé de fabrication

Le masqueur présent dans la salle blanche est un RAITH 150. Une résine à base de PMMA (37 g/L) est utilisée comme masque de gravure sur un substrat de silicium. Elle est déposée sur un substrat de silicium (surface de  $2 \times 2,5 \text{ cm}^2$ ) par enduction centrifuge avec une vitesse de 3000 tr/min et une accélération 5000 (tr/min)/s pendant 30 secondes. Un recuit est ensuite effectué à  $170^\circ\text{C}$  pendant 5 minutes. On obtient ainsi une épaisseur de résine de 150 nm (étape ② sur la figure 51). L'échantillon est ensuite positionné dans le masqueur pour y être insolé selon les motifs des masques représentant les différents CRIGFs. Différents tests de dose ont permis d'établir que les meilleurs résultats (bonne définition des réseaux et décotes minimales des taux de remplissage et des périodes) sont obtenus pour une dose de  $222 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ . La tension de la colonne est fixée à 20kV et la distance de travail est de 7,5 mm. Pour les résolutions mises en jeu, un pas d'insolation de 10 nm est nécessaire. Pour atteindre une telle valeur un diaphragme de  $20 \mu\text{m}$  est utilisé. L'insolation de

l'échantillon complet dure plusieurs heures. Après insolation, la résine est développée dans le mélange MIBK:IPA 1:3 (méthylisobutylcétone et isopropanol) pendant 45 secondes puis rincée à l'IPA pendant 45 secondes et séchée sous flux d'azote. Avant la gravure, l'échantillon est collé sur un substrat de silicium 6 pouces vierge avec de la pâte thermique car le bâti de gravure utilisé (Alcatel AMS4200) n'est compatible qu'avec des substrats 6 pouces. L'échantillon est ensuite gravé par RIE (Reactive Ion Etching) à travers le masque de résine PMMA dans le bâti (étapes ③ à ⑤ sur la figure 51) suivant les paramètres décrits dans le tableau 2. Le reste de PMMA est supprimé à l'aide d'un mélange dit « piranha » ( $H_2O_2/H_2SO_4$  1:1) et d'une gravure plasma au dioxygène (temps 5 min et puissance 800 W).

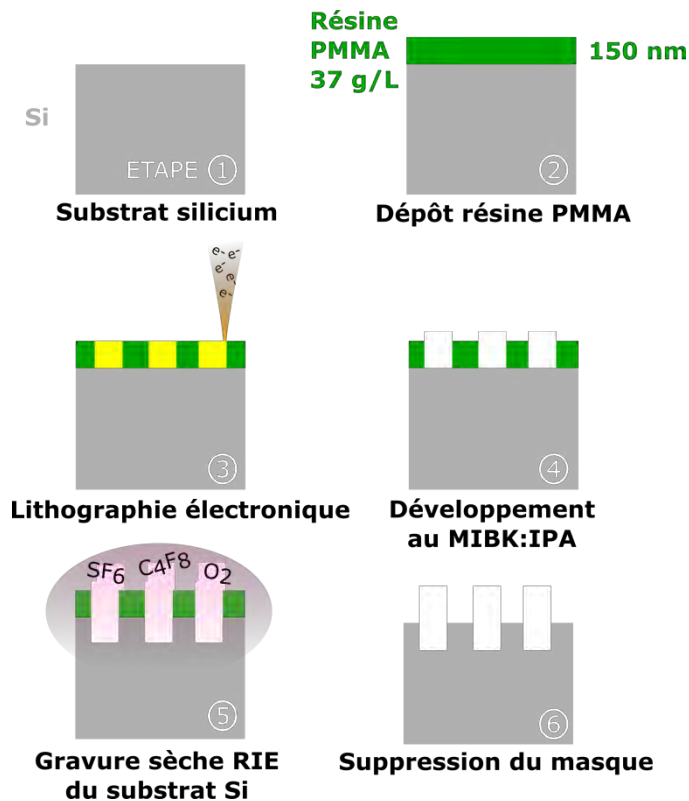


Figure 51 : Schéma de la fabrication des moules durs CRIGFs par lithographie électronique

Type de gravure	RIE		
Gaz	$SF_6$	$C_4F_8$	$O_2$
Débit (sccm)	30	45	3
Pression (mTorr)	6		
Température (°C)	20		
Puissance (W)	Plasma (RF)	Polarisation substrat (LF)	
	450	30	
Matériau	Substrat	Masque	
	Si	PMMA	
Vitesse de gravure (nm/min)	160	80	
Sélectivité du masque	2:1		

Tableau 2 : Récapitulatif des différents paramètres de la gravure RIE du moule mère.

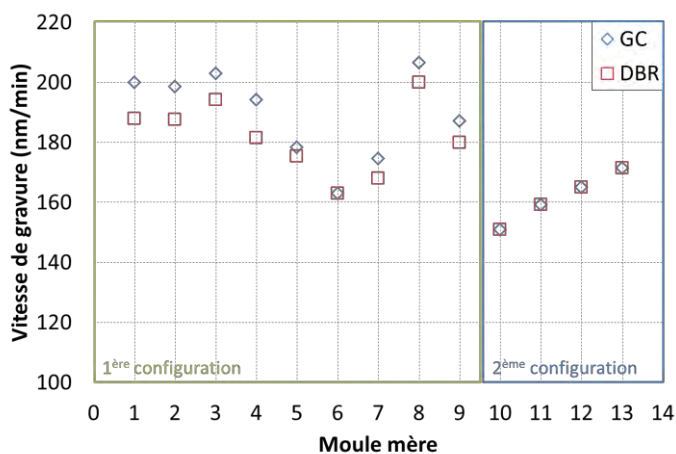
### 2.2.b Profondeurs des moules durs

Les performances des CRIGFs dépendent étroitement de la profondeur finale des réseaux. Mais c'est également un paramètre limitant pour la réalisation de la lithographie par nanoimpression comme

nous le verrons plus tard. C'est pourquoi il est important de maîtriser ce paramètre dès la gravure du moule dur qui est le point de départ du procédé. C'est pourquoi un contrôle a posteriori de la profondeur est systématiquement effectué pour chaque nouveau moule.

Plusieurs moules mères ont été gravés répondant au besoin des deux configurations de CRIGFs développées durant ma thèse. La première configuration est celle décrite dans l'introduction du chapitre 1 et requiert des moules plus profonds par rapport à la seconde qui a été conçue a posteriori des premiers résultats des CRIGFs de la première configuration et sera exposée à partir du 0.

La figure 52 représente la vitesse de gravure du silicium pour les différents moules mères fabriqués. Nous pouvons observer que les réseaux GCs sont la plupart du temps plus profonds que les réseaux DBRs ( $e_{GC} > e_{DBR}$ ). Cette différence est due aux effets d'ARDE (Aspect Ratio Dependent Etching) [81]. En effet, comme évoquée précédemment, la vitesse de la gravure dépend du rapport d'ouverture des réseaux, c'est-à-dire le rapport entre la largeur de la tranchée du réseau et sa profondeur. Ainsi, plus ce rapport est grand plus les ions accèdent facilement au fond de la tranchée et gravent rapidement le matériau. D'autre part, la vitesse de gravure diminue au fil de la gravure puisque les tranchées sont de plus en plus profondes, augmentant le rapport d'ouverture. (Pour plus de détails, voir l'étude de la vitesse de gravure en fonction du rapport d'ouverture [88]). Dans notre cas, c'est le GC où le rapport d'ouverture est le plus grand puisque sa période est par définition deux fois plus grande que celle du DBR ( $\Lambda_{GC} = 2x\Lambda_{DBR}$ ). Il est donc normal que ce soit le réseau le plus gravé. Ainsi, pour la seconde configuration, nous ne distinguons pas de différence de profondeur entre les GCs et les DBRs, les facteurs de forme mis en jeu n'étant pas suffisants pour que des effets ARDE apparaissent.



Nom du moule dur	$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)	Etat
M1	250	235	OK
M2	182	172	NOK
M3	186	178	OK
M4	123	115	OK
M5	116	114	OK
M6	106	106	NOK
M7	131	126	OK
M8	186	180	OK
M9	156	150	NOK
M10	83	83	OK
M11	77	77	NOK
M12	55	55	NOK
M13	60	60	OK
1 <sup>ère</sup> configuration			
2 <sup>ème</sup> configuration			

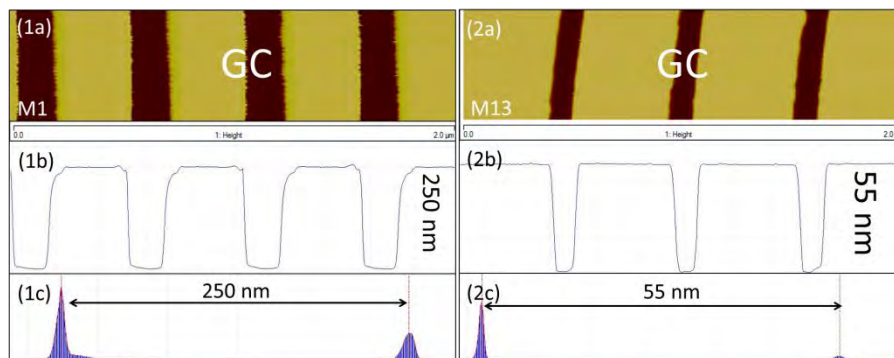
Figure 52 : Gauche : Graphe représentant la vitesse de la gravure RIE des moules durs pour les différents moules mères créés. Droite : Récapitulatif des moules durs, de leur profondeur de gravure pour les GCs ( $e_{GC}$ ) et les DBRs ( $e_{DBR}$ ) et de leur état.

De plus, nous observons des différences de vitesse de gravure entre chaque moule mère fabriqué. Ces différences proviennent de deux principales causes. La première vient du fait que les masques des moules mères ont évolué au cours du temps à cause des améliorations apportées sur le procédé et sur les CRIGFs. Par conséquent, la surface à graver diffère selon les échantillons et a une certaine incidence sur la vitesse de la gravure. Deuxièmement, le bâti de gravure peut être sujet à des dérives au cours du temps qui modifie les caractéristiques des gravures comme leur vitesse. Dans



ce contexte, il nous a été difficile de maîtriser cette vitesse avec des motifs changeant d'un masque à un autre. Ainsi, durant ma thèse, la vitesse de gravure du moule dur a oscillé entre 150 et 210 nm/min impliquant une incertitude sur la profondeur finale des moules mères. La suite du procédé devra prendre en compte cet écart pour pouvoir le corriger.

De plus, certains moules ont des défauts dus à des vibrations intempestives survenues lors de la lithographie électronique, d'autres n'ont pas été structurés entièrement et présentent des parties manquantes du masque initial. Ces moules ont donc été mis de côté pour la suite du procédé (NOK sur le tableau de la figure 52). Néanmoins, on a réussi à obtenir des réseaux propres sur plusieurs moules avec peu de rugosité, des flancs verticaux et différentes profondeurs de gravure variant entre 55 et 250 nm (Figure 53).



**Figure 53** : Exemples de mesures à l'AFM de réseaux GC définis par lithographie électronique dans le moule dur en silicium **(1a)** M1 ( $\Lambda_{GC}=524$  nm,  $\phi_{GC}=0,33$ ) et **(2a)** M12 ( $\Lambda_{GC}=522$  nm,  $\phi_{GC}=0,20$ ). **(1b)** et **(2b)** Profil de la mesure. **(1c)** et **(2c)** Histogramme de la mesure.

### 2.2.c Taux de remplissage

Le taux de remplissage est un paramètre fondamental pour le fonctionnement d'un CRIGF. Il est donc nécessaire de le maîtriser dès la fabrication du moule, le but étant de pouvoir fabriquer des CRIGFs avec différents taux de remplissage répétables pour les réseaux centraux ( $\phi_{GC}$ ) et reproduire des DBRs avec un taux de remplissage fixé à 50% ( $\phi_{DBR}=0,5$ ). Une certaine flexibilité est requise pour les  $\phi_{GC}$  dont les valeurs optimales changent selon la composition du substrat (matériaux et épaisseurs des couches) et la large spectrale visée pour le CRIGF.

Sur les premiers moules mères, nous avons donc décidé de structurer plusieurs CRIGFs avec différentes valeurs pour les  $\phi_{GC} = [0,3 ; 0,33 ; 0,36 ; 0,39 ; 0,43 ; 0,46]$ . Ces valeurs sont celles que nous avons codées sur le masque pour la lithographie électronique ( $\phi_{GC}$  codés). Une fois les moules fabriqués, les taux de remplissage sont mesurés sur les CRIGFs obtenus ( $\phi_{GC}$  obtenus) dans le but de pouvoir les comparer avec ceux codés. Ainsi, la figure 54 représente les différents taux de remplissage des GCs obtenus sur les moules durs en silicium en fonction des taux de remplissage codés pour l'insolation des CRIGFs par EBL. Cette étude permet de connaître les décotes de l'EBL et de la gravure sur les designs initiaux des CRIGFs et de pouvoir établir des abaques pour les codages des futurs moules durs.

Les différents taux de remplissage des moules mères M1, M3, M4 et M5 ont été étudiés. Par expérience, nous savons qu'une décote positive répétable apparaîtrait lors de l'EBL. C'est-à-dire que les taux obtenus sont plus grands que ceux initialement codés sur le dessin. C'est ce que nous confirment les résultats obtenus sur les moules précédemment cités. En effet, la droite sur la figure

54 représente le cas idéal, c'est-à-dire lorsque les taux codés sont exactement retranscrits sur le moule dur après EBL et la gravure. Si les points sont en dessous de cette ligne, il y a une décote négative. A l'inverse, et c'est le cas ici, si les points sont au-dessus de la ligne, il y a une décote positive.

Les décotes les plus importantes sont observées sur le moule le plus gravé (M1). Ce phénomène peut être expliqué par le fait que plus le temps de gravure est long, plus la gravure a tendance à attaquer les flancs des réseaux et donc à accroître la largeur des tranchées.

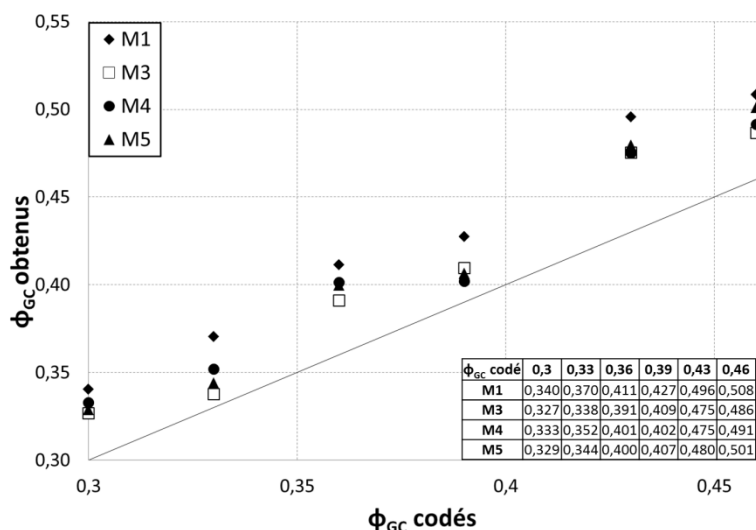


Figure 54 : Courbe représentant les taux de remplissage des GCs ( $\phi_{GC}$ ) des CRIGFs obtenus en fonction des taux de remplissage codés sur plusieurs moules mères en silicium structurés par EBL (M1, M3, M4 et M5). La droite représente le cas idéal  $\phi_{GC}$  codé =  $\phi_{GC}$  obtenu. Ecart type pour chaque point de mesure <0,01.

La décote n'excède jamais 12% par rapport aux taux codés et est en moyenne égale à 0,04. Cependant, ces valeurs suffisent à avoir une incidence sur les performances du CRIGFs, sans compter que ces décotes risquent de s'accroître avec la suite du procédé comportant les différentes NILs et les différentes gravures. Toutefois, les écarts constatés entre les différents moules sont faibles (écarts maximum de 3%). Ce qui nous permet donc d'établir des abaques fiables pour le codage des taux afin de pouvoir compenser cette dérive.

La décote du taux de remplissage des DBRs ( $\phi_{DBR}$ ) a pu être quantifiée (0,11 en moyenne) grâce à des tests de dose effectués juste avant le début de ma thèse. Par conséquent, nous avons pu la compenser dès la fabrication des premiers moules mères. Les DBRs ont donc été codés avec une valeur de 0,39 afin d'obtenir des  $\phi_{DBR}$  autour de 0,50 sur le moule. Le tableau 3 indique que nos estimations étaient bonnes puisque sur les quatre moules observés, deux moules (M3 et M4) ont une différence inférieure à 0,01 soit 2% par rapport au taux de remplissage souhaité. Cet exemple permet de constater que l'on peut facilement corriger les décotes liées à une technologie de fabrication par de simples ajustements sur le codage du masque.

	$\phi_{\text{DBR}}$ codé	$\phi_{\text{DBR}}$ obtenu	$\phi_{\text{DBR}}$ souhaité
<b>M1</b>	0,39	0,483	0,50
<b>M3</b>		0,501	
<b>M4</b>		0,509	
<b>M5</b>		0,529	

**Tableau 3** : Taux de remplissage des DBRs ( $\phi_{\text{DBR}}$ ) obtenus sur les différents moules mères (M1, M3, M4 et M5). Ecart type pour chaque mesure <0,01.

Néanmoins, ces taux obtenus sur le moule mère risquent d'être encore modifiés par les différentes étapes du procédé SNIL. Or, nous n'avons aucune idée des décotes induites par ce procédé de lithographie. C'est pourquoi des études des taux de remplissage seront de nouveau effectuées afin de les quantifier et créer ainsi de nouveaux abaques pour pouvoir les anticiper.

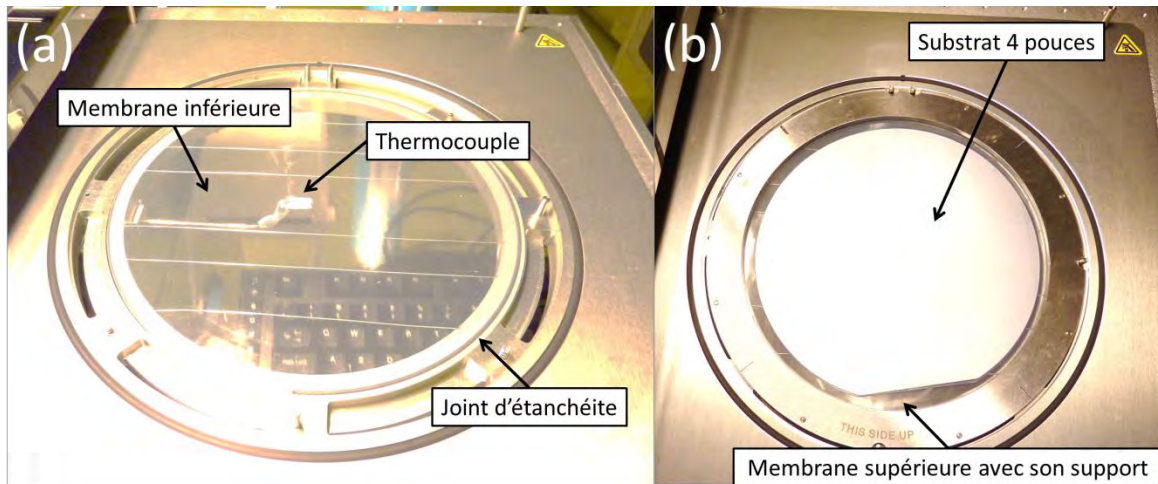
### 2.3 Fabrication du moule intermédiaire

La deuxième étape du procédé, la lithographie par nanoimpression thermique ou TNIL, a pour but de structurer le moule intermédiaire par le biais du moule dur en silicium décrit précédemment. Tout d'abord, la machine de nanoimpression sera présentée ainsi que le polymère utilisé comme moule souple (le Zeonorfilm®). Le procédé de lithographie par nanoimpression thermique sera ensuite développé puis les résultats expérimentaux sur la duplication des CRIGFs par la TNIL seront exposés.

#### 2.3.a Nanonex® NX2500

La Nanonex® présente dans la salle blanche du LAAS permet d'effectuer des lithographies TNIL ainsi que des UVNIL. Elle est constituée d'une chambre où sont situées les lampes infrarouges afin de réguler la température durant les nanoimpressions. Cette température est contrôlée par un thermocouple. Une fibre optique, reliée à une lampe à rayons ultraviolets, dirige ces derniers vers la chambre pour insoler les résines photosensibles lors d'UVNILs. La Nanonex® peut accueillir des échantillons de toute taille jusqu'à six pouces de diamètre. L'échantillon est inséré dans un système à double membrane qui assure une meilleure uniformité lors de la nanoimpression (Figure 55).

Lors d'une nanoimpression, le support est inséré dans la chambre qui est ensuite mise sous vide pour éviter la formation de bulles entre le moule et le polymère. Une fois le vide stabilisé, la pression est exercée de façon homogène sur les composants par un flux d'azote autour des membranes.



**Figure 55 :** Photo illustrant le système de double membrane de la machine Nanonex NX2500. **(a)** Sans la membrane supérieure. **(b)** Avec la membrane supérieure attachée à son support. Un substrat 4 pouces est inséré entre les deux membranes.

Cette machine permettra dans un premier temps de fabriquer le moule souple avec une TNIL et dans un second temps de structurer la résine déposée sur l'échantillon par UVNIL avec le moule souple fabriqué précédemment. Il est possible de programmer ses propres « recettes » de procédés. Plusieurs paramètres sont modifiables :

- le temps de mise sous vide de la chambre ( $t_{chb}$ ),
- la température et la pression de la pré-imp (  $P_{préimp}$  et  $T_{préimp}$  ), qui fait office de palier dans l'établissement des conditions de la nanoimpression proprement dite,
- la pression exercée lors de la nanoimpression ( $P_{imp} \leq 450$  PSI),
- la température lors de la nanoimpression ( $T_{imp}$ ),
- le temps de la nanoimpression ( $t_{imp}$ ),
- le temps d'insolation UV ( $t_{UV} \leq 3$  min) pour les procédés UVNIL.
- La température de ventilation ( $T_{CV}$ ),  $P_{imp}$  est relâchée uniquement quand cette température est atteinte ce qui permet de réguler plus ou moins le refroidissement.

La température et la pression peuvent être suivies en temps réel lors de l'opération et les données décrites précédemment peuvent être ensuite récupérées pour être analysées.

### 2.3.b Zeonorfilm®

Le laboratoire a choisi d'utiliser un film souple comme moule intermédiaire. Pour rappel, la souplesse du film permet de minimiser les effets néfastes dus aux particules piégées lors des NILs comme indiqués dans la section 1.3.e de ce chapitre. Le film est structuré par TNIL sur un moule dur inversant ainsi la polarité des motifs. Ce film peut être utilisé ensuite pour les transférer dans une résine. Le laboratoire a choisi le Zeonorfilm® produit par l'entreprise Zeon® [67] car :

- sa température de transition vitreuse ( $T_v = 136^\circ\text{C}$ ) est accessible par la machine de nanoimpression NX2500,
- il est par nature hydrophobe (figure 56). Il peut ainsi être utilisé comme moule souple sur la résine sans nécessiter de traitement de surface,
- il est peu coûteux et provient d'un fournisseur fiable,
- il est stable dans le temps,

- l'épaisseur du film est compatible avec les applications développées au laboratoire (tests effectués avant ma thèse),
- ses propriétés optiques sont compatibles avec le procédé UVNIL (Figure 57).

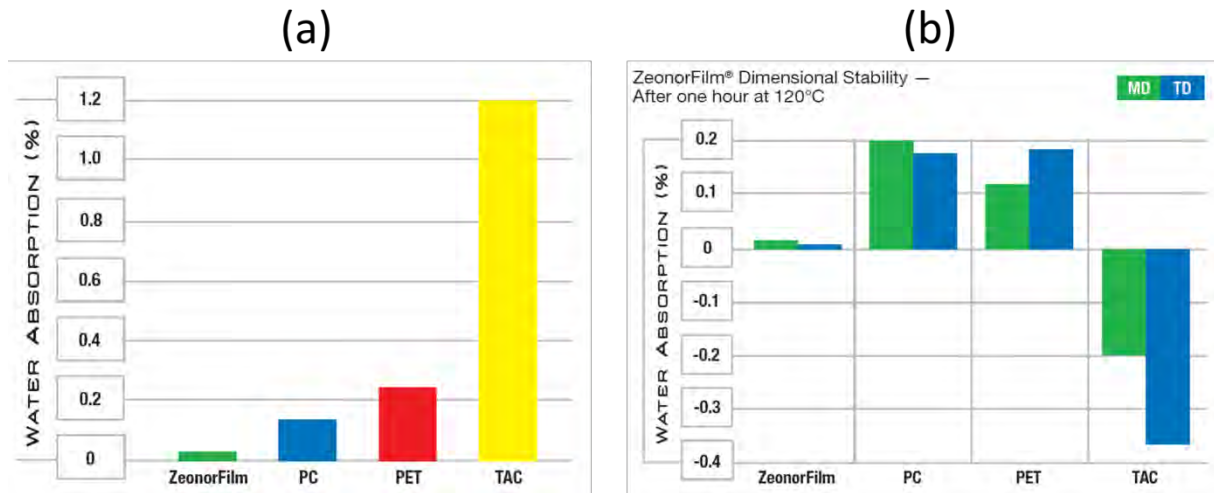


Figure 56 : Données issues du fabricant [67]. Absorption de l'eau pour le COP Zeonorfilm® et pour d'autres polymères comme le PC, le PMMA, et le TAC (triacétate de cellulose) à (a) température ambiante et (b) après une période d'une heure à 120°C (MD = machine direction, TD = transversal direction).

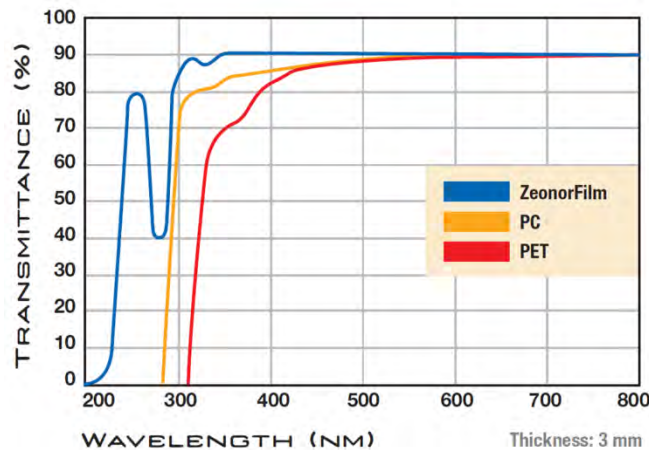


Figure 57 : Image issue de [67]. Graphe illustrant la transmittance en fonction de la longueur d'onde pour des films de trois millimètres de Zeonorfilm®, de PC et de PET.

### 2.3.c Défi technologique

Le Zeonorfilm® a déjà été utilisé comme moule intermédiaire dans le cadre de plusieurs projets dans le laboratoire. Sa facilité d'utilisation et sa rapidité de mise en forme ont toujours été mises en avant. Par exemple, des réseaux de lignes de 80 nm de large pour un taux de remplissage de 0,6 ont pu être ainsi formés sur une profondeur de 95 nm  $\pm$  4 nm (facteur de forme : 0,75/1) [76]. Les profils des réseaux dans le Zeonorfilm® respectent bien ceux du moule mère avec peu de rugosité et des flancs bien verticaux (Figure 58).

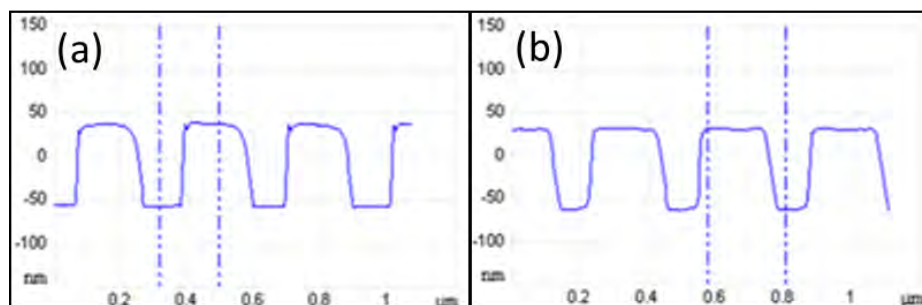


Figure 58 : Image AFM tirées de [76]. (a) Profil du moule mère. (b) Profil du moule souple.

Cependant, nos moules souples nécessitent une profondeur plus grande pour répondre aux besoins des CRIGFs puisque les gravures qui suivent ont de faibles sélectivités (1:1). La TNIL n'a pas été testée pour des profondeurs plus importantes ni pour de plus forts facteurs de forme par rapport aux travaux antérieurs. De plus, les motifs formés précédemment étaient uniformes, il s'agissait de réseaux de ligne réguliers sans changement de période. Les CRIGFs, quant à eux, sont des composants disposant de trois éléments distincts, le réseau central, les réseaux de Bragg et les deux zones d'adaptation de phase. Ces trois parties se différencient par leurs caractéristiques géométriques. L'un des défis de ma thèse est donc de réaliser par les techniques de nanoimpression des composants constitués de plusieurs motifs ayant chacun des dimensions propres avec une profondeur encore jamais atteinte au sein du laboratoire lors d'un procédé de fabrication par NIL.

#### 2.3.d Procédé de fabrication du moule souple

Le procédé de duplication des motifs dans le moule souple développé au laboratoire a été repris dans un premier temps puisque de bons résultats ont été obtenus avec celui-ci (Figure 59). Ce procédé comprend un dépôt antiadhésif sur le moule mère, la nanoimpression proprement dite et le démoulage du moule fille.

Avant d'effectuer la TNIL, le moule dur en silicium doit être traité « antiadhésif » pour rendre sa surface hydrophobe et ainsi minimiser l'énergie de surface lors du démoulage [Voir la section 2.1 du 0]. La surface est d'abord nettoyée par un plasma au dioxygène à 800 watts pendant 5 minutes. Puis le moule est introduit dans la machine SPD (Sputtering Deposition / Dépôt par pulvérisation) pour être exposé aux vapeurs de FDTs (1H,1H,2H,2H-perfluorodecyltrichlorosilane) pendant 5 minutes. Pour contrôler l'efficacité du traitement, une goutte d'eau est déposée sur l'échantillon. Son angle de contact doit dépasser les  $110^\circ$  pour valider le dépôt.

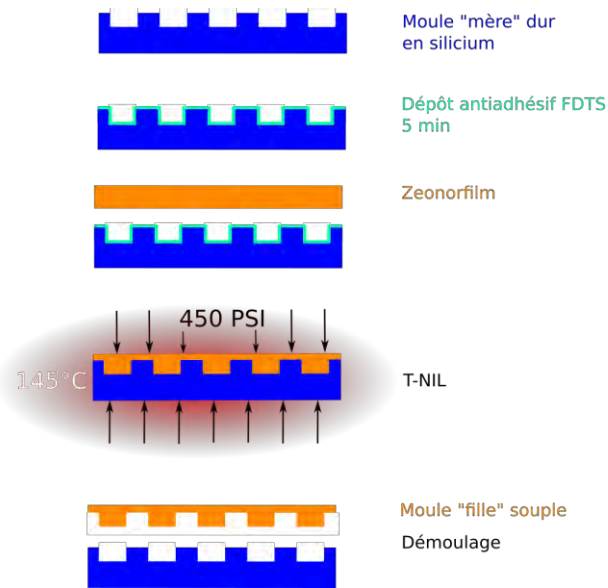


Figure 59 : Schéma de notre procédé TNIL pour la fabrication d'un moule souple à partir d'un moule dur en silicium.

Le moule dur ainsi traité est alors placé dans la machine Nanonex NX2500 sur le support au centre de la membrane inférieure et au niveau du thermocouple qui permet de réguler la température au cours de la nanoimpression. Un morceau de film Zeonorfilm® vierge est ensuite posé sur le moule dur. Afin de faciliter le démoulage, nous utilisons une surface de film supérieure à celle du moule dur et une languette est découpée sur un côté du film (Figure 60).



Figure 60 : Photographie montrant un moule souple après TNIL avec la languette pour faciliter le démoulage. On peut remarquer que le moule souple a épousé les contours du moule dur.

La membrane supérieure est ensuite posée sur l'ensemble moule dur/film Zeonorfilm® et le support est inséré dans la chambre de la Nanonex où sont situées les lampes infrarouges pour le contrôle de la température. Dans un premier temps, la chambre est refermée afin d'isoler le support et les échantillons de l'air ambiant. Pour cela, une pression est exercée sur l'enceinte de la chambre ( $P_{chb} = 240$  PSI, étape ① sur la figure 61). Un vide est alors effectué durant  $t_{chb}$  au sein de la chambre y compris entre les deux membranes pour éviter toute formation de bulles lors de la nanoimpression. Lorsque le vide primaire est atteint dans la chambre, la pré-impresion peut être enclenchée. Une première montée en pression est effectuée dans la chambre par flux d'azote jusqu'à atteindre une valeur de 120 PSI (étape ②). La température s'élève grâce aux lampes IR jusqu'à la valeur assignée pour  $T_{préimp}$  qui, dans notre procédé, est égale à la valeur de la température de la nanoimpression  $T_{préimp} = T_{imp} = 145^\circ\text{C}$  (étape ③). Une fois cette température atteinte, une seconde montée en pression est exercée par un flux plus important d'azote pour arriver à la valeur spécifiée

pour la nanoimpression, à savoir,  $P_{imp} = 450 \text{ PSI}$  (étape ④). Les conditions nécessaires étant réunies, la nanoimpression proprement dite peut commencer pour une durée totale de  $t_{imp} = 3 \text{ min}$  (étape ⑤). A la fin du temps imparti, les lampes IR s'éteignent, la température des échantillons diminue lentement jusqu'à parvenir à la température de ventilation  $T_{cv} = 30^\circ\text{C}$  (étape ⑥) qui enclenche l'évacuation de l'azote de la chambre (étape ⑦). Une fois l'azote totalement évacué, l'ouverture de la chambre peut s'effectuer (étape ⑧).

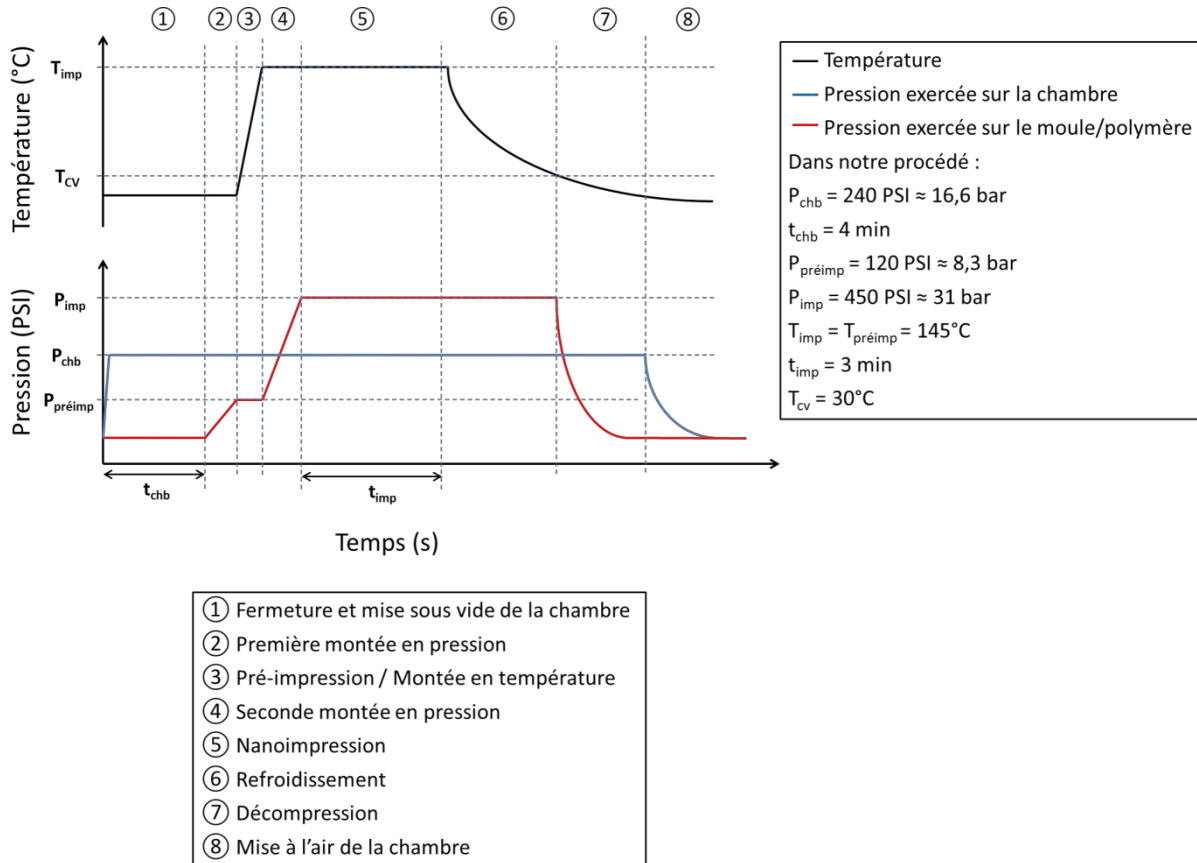
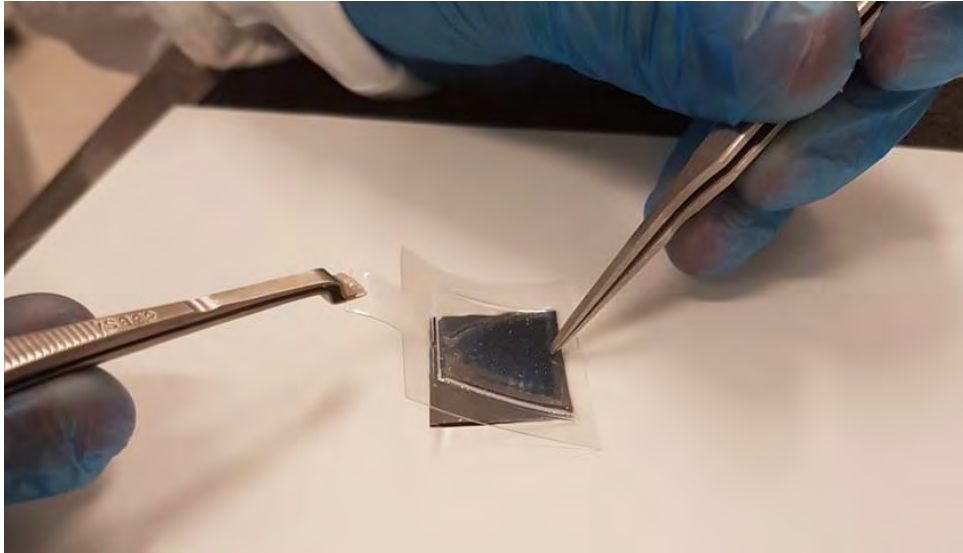


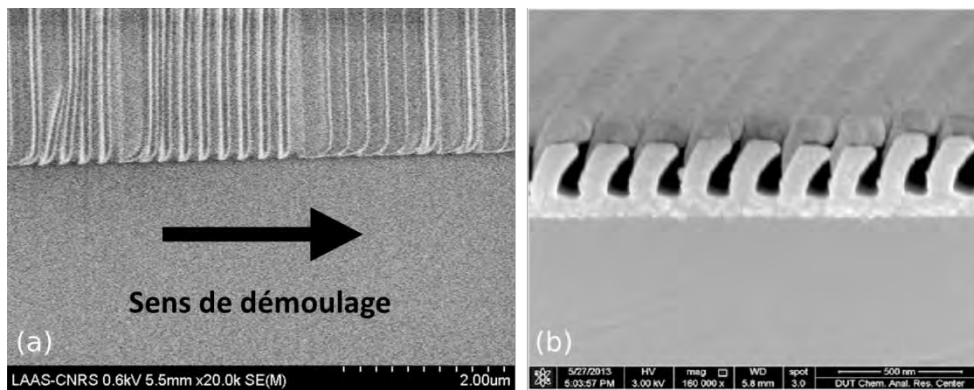
Figure 61 : Courbes de l'évolution de la température et de la pression pour chaque étape de la TNIL.

Le démoulage du film s'effectue manuellement à l'aide de deux pinces en tirant sur la languette découpée et dans le sens des lignes des réseaux (Figure 62). En effet, si le film est démoulé perpendiculairement aux lignes des réseaux, les créneaux du réseau se retrouvent inclinés (Figure 63a). Le mouvement du démoulage perpendiculaire aux lignes entraîne la distorsion des réseaux dans le sens du démoulage et le moule souple devient inutilisable. Astucieusement, Wang et al. ont exploité ce phénomène pour la création de nanotunnels en recouvrant les réseaux inclinés par une couche d'aluminium ou de silice (Figure 63b) [89].





**Figure 62** : Photographie du démoulage employé avec deux pincettes. L'une tient le moule souple alors que l'autre amorce le démoulage par la languette du moule souple.



**Figure 63** : (a) Image au MEB montrant le réseau d'un CRIGF sur un moule souple après un démoulage perpendiculaire aux lignes du réseau. (b) Image au MEB des nanotunnels créés à partir de réseaux inclinés par démoulage après une nanoimpression [89].

### 2.3.e Résultats expérimentaux

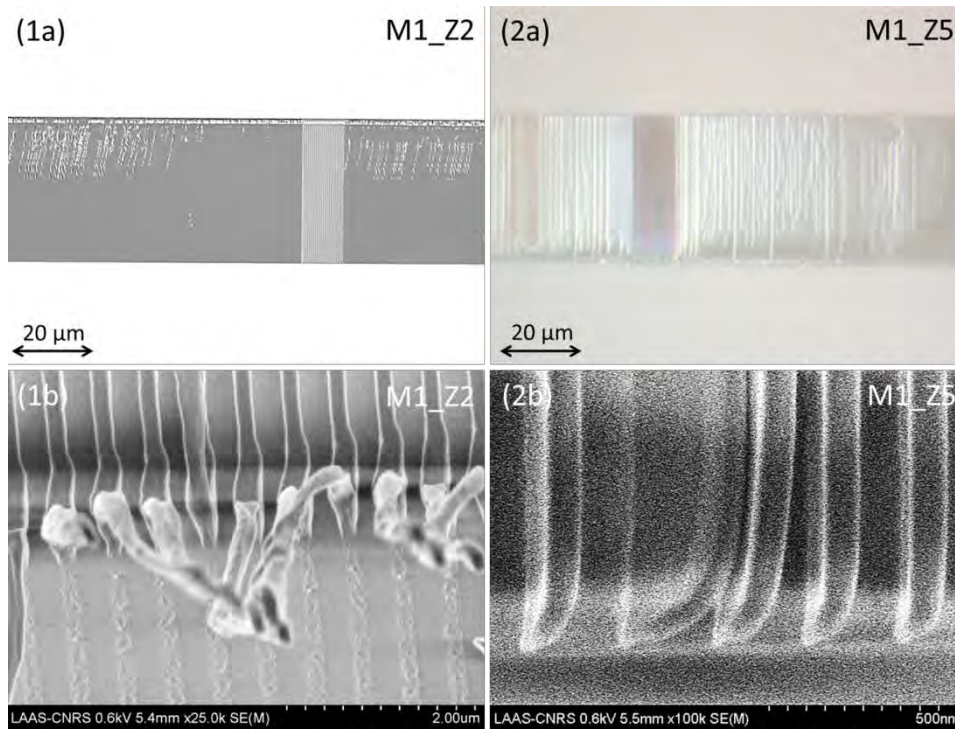
Avec les différents moules durs réalisés au cours de ma thèse [Voir la section 2.2.b de ce chapitre], les limites de la TNIL ont pu être estimées pour la réalisation de moule souple avec les différents motifs des CRIGFs. Le plus critique d'entre eux se situe au niveau du DBR (ligne de 130 nm de large).

#### i Premiers tests

Les premiers moules souples structurés ont été réalisés par TNIL à partir du moule mère M1 ( $e_{GC} = 250$  nm).

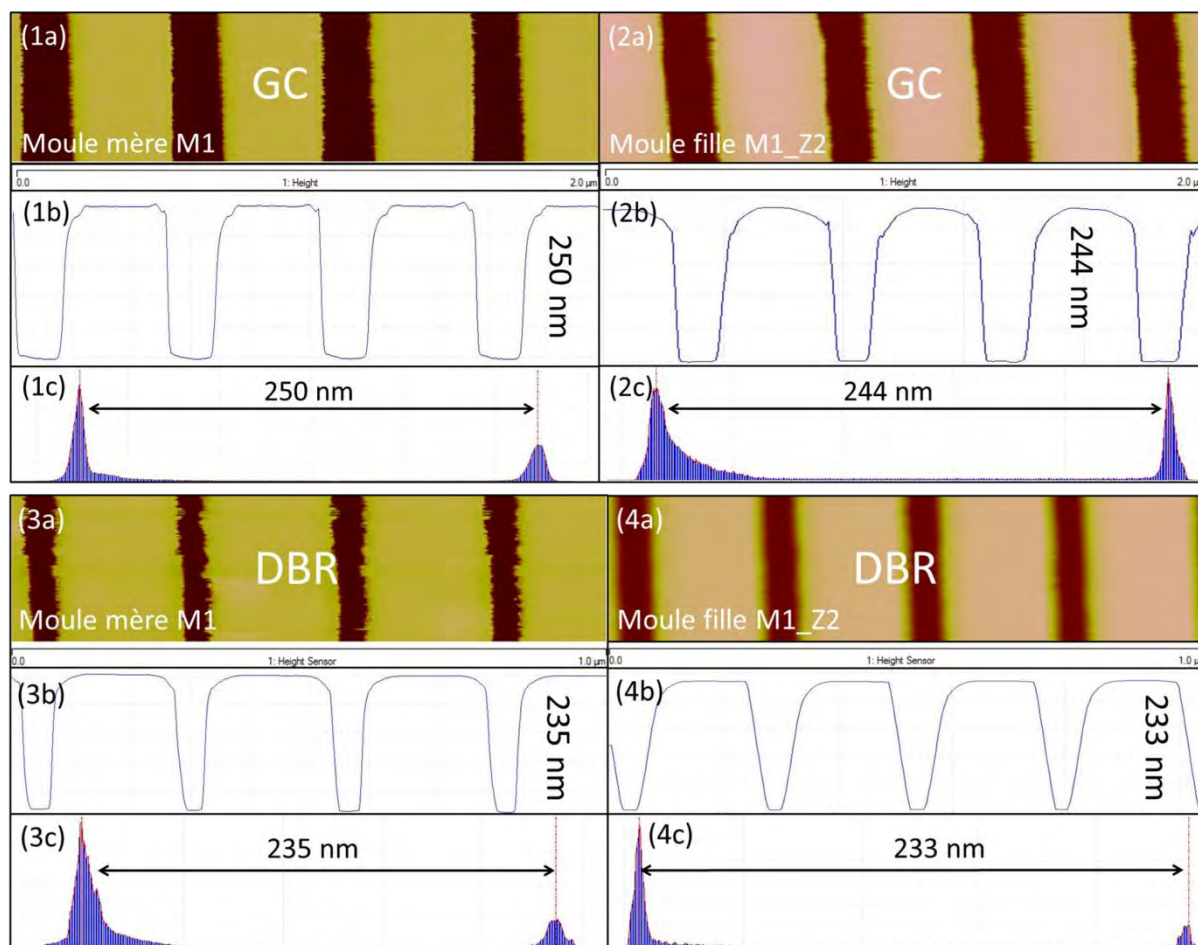
##### ▪ Moule mère M1

Sept moules souples ont été fabriqués via le moule M1. Une simple observation par microscopie optique permet de s'apercevoir qu'aucun des moules souples ne présente de CRIGFs retranscrits proprement (Exemple sur la figure 64 (1a et 2a)). Les observations par microscope électronique permettent de dégager deux types de défauts. Les réseaux du moule souple peuvent s'arracher du reste du film (1b) ou se pencher et rester inclinés après démoulage (2b).



**Figure 64 :** Images (1a et 2a) au microscope optique et (1b et 2b) au MEB de CRIGFs structurés dans le moule souple (M1\_Z2 et M1\_Z5).  $\Lambda_{\text{DBR}}=262 \text{ nm}$   $\Phi_{\text{DBR}}=0,50$ . Pour une profondeur de moule mère de 250 nm (M1), les réseaux sont arrachés (1a et 1b) ou inclinés (2a et 2b).

Cependant, des mesures de profondeur de réseau ont pu être réalisées sur les parties intactes de certains CRIGFs. Dans ces zones correctement retranscrites, les profondeurs et le profil du moule mère semblent bien être transférés lors de la TNIL que ce soit pour le réseau central (Figure 65 (1 et 2)) ou pour les réflecteurs de Bragg DBR (Figure 65 (3 et 4)). Les différences de profondeur entre le moule original et sa réplique ne dépassent pas les  $6 \text{ nm} \pm 3 \text{ nm}$ . Ces résultats encourageants nous poussent donc à chercher les causes des dégradations observées sur certaines parties des CRIGFs. L'étape critique de notre procédé TNIL est le démoulage car c'est la partie la moins maîtrisée puisqu'elle dépend totalement de l'opérateur. Son côté manuel rend cette opération très peu reproductible et peut être à l'origine des arrachements. De nouvelles méthodes ont été donc mises en œuvre pour essayer d'améliorer la qualité du démoulage.



**Figure 65 :** Exemples de mesures à l'AFM de réseaux **(1a)** GC et **(3a)** DBR définis dans le moule dur en silicium M1 puis **(2a et 4a)** répliqués dans le Zeonorfilm® par TNIL.  $\Lambda_{GC}=524$  nm,  $\Lambda_{DBR}=262$  nm,  $\phi_{GC}=0,39$ ,  $\phi_{DBR}=0,50$ . **(1b, 2b, 3b et 4b)** Profils des mesures. **(1c, 2c, 3c et 4c)** Histogrammes des mesures. Les taux de remplissage ne semblent pas respectés, c'est à cause de la pointe utilisée pour la mesure qui n'est pas assez fine.

Ainsi, des tests ont été menés et consistaient à plonger l'ensemble moule mère/moule souple dans un liquide juste après la TNIL afin de faciliter le démoulage. L'idée était que le liquide s'infiltrait petit à petit entre le film et le moule dur pour décoller lentement les réseaux du moule en silicium. Plusieurs liquides compatibles avec le Zeonorfilm® ont été sélectionnés selon leur tension superficielle et leur coefficient de mouillage : l'IPA (isopropanol), le méthanol, l'éthanol ou encore le HFE (méthoxynonafluorobutane). Cependant, les résultats n'ont pas été satisfaisants. Quel que soit le liquide, le film ne se décollait pas du moule. Il était nécessaire de terminer le démoulage manuellement. Ainsi, le démoulage continue encore d'être effectué manuellement à l'air libre et à l'aide de deux pinces dans le sens des lignes des réseaux.

Des tests ont également été faits sur les paramètres de la TNIL afin d'améliorer la qualité du moule souple. Par exemple, la température d'impression ( $T_{imp}$ ) a été augmentée afin de fluidifier un peu plus le Zeonorfilm® pour qu'il puisse plus facilement s'infiltrer entre les lignes des réseaux du moule mère. Le temps d'impression ( $t_{imp}$ ) a aussi été rallongé pour que le film polymère ait le temps de remplir totalement les cavités du moule. Mais ces modifications n'ont eu que peu d'influence sur le résultat final, d'autant plus que la machine NIL a eu des problèmes de stabilisations de température avec un thermocouple défaillant. Il était donc difficile de connaître la véritable

température appliquée sur les échantillons. Par conséquent, les procédés initiaux TNIL ont été conservés.

Au final, nous ne sommes pas parvenus à répliquer les motifs du moule mère M1 de manière homogène sur tout l'échantillon. Pratiquement tous les CRIGFs arborent des réseaux arrachés ou inclinés. La raison vient peut-être du démoulage qui est peu précis ou alors des énergies de surface mises en jeu qui sont trop importantes à cause des forts facteurs de forme mis en jeu (jusqu'à 1,8/1). La qualité des moules souples n'est donc pas suffisante pour continuer le procédé. C'est pourquoi de nouveaux moules mères avec des caractéristiques moins critiques (profondeurs plus faibles) ont été réalisés par la suite pour tenter d'obtenir cette fois-ci des CRIGFs opérationnels pour la suite du procédé.

- *Résultat corollaire : nettoyage des moules mères*

Avec l'arrachement de réseaux, il arrive que des résidus de moule souple restent imbriqués dans le moule mère après le démoulage (Figure 66a). Or, ces résidus peuvent former des défauts à la surface du moule mère qui sont ensuite retranscrits à l'identique sur le moule souple suivant par TNIL (Figure 67). Il est donc nécessaire de nettoyer le moule mère pour le préserver et pour garantir la qualité des prochaines nanoimpressions.

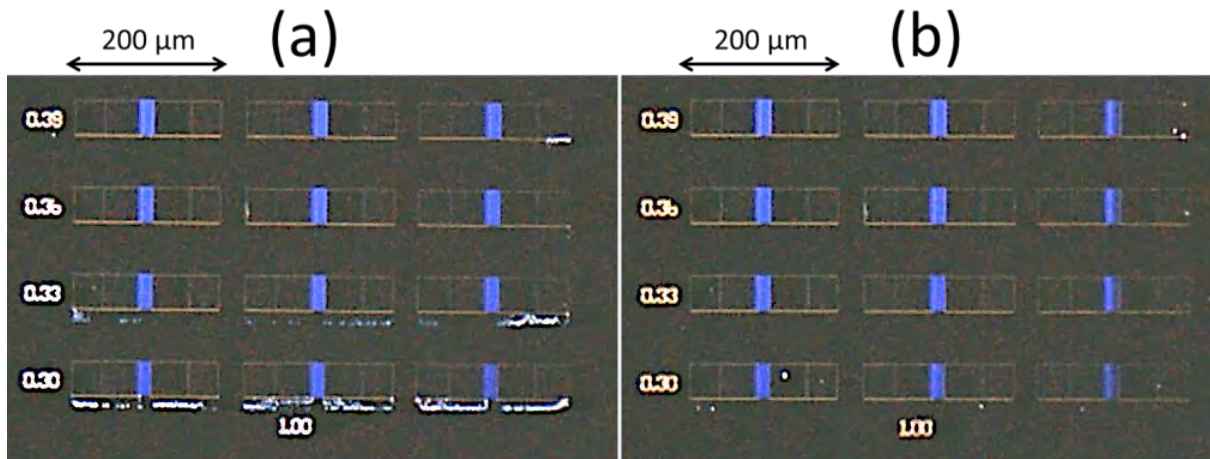


Figure 66 : Image en mode champ sombre d'un moule dur (a) présentant des résidus de moule souple après une TNIL, (b) puis nettoyé dans un bain de xylène.

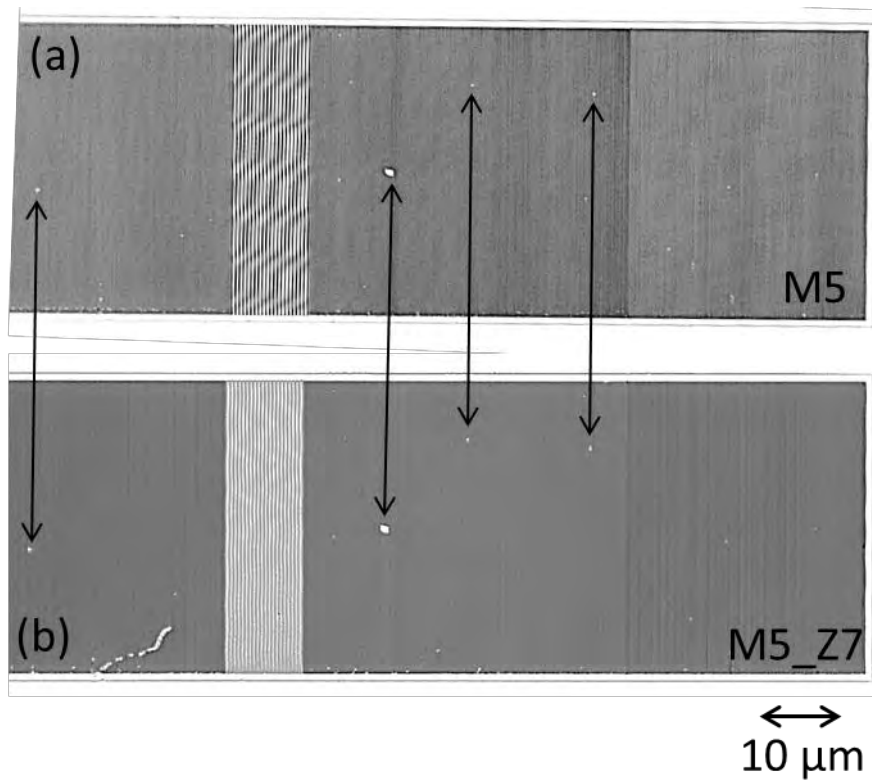


Figure 67 : Images d'un CRIGF sur (a) le moule mère M5 et sur (b) son moule fille M5\_Z7. L'image du moule M5 a été prise juste avec la nanoimpression pour fabriquer le moule M5\_Z7. Les défauts observés sur le moule initial sont identiquement répétés sur le moule souple.

Plusieurs tests de nettoyage ont été réalisés (Acétone, IPA, mélange « Piranha », bain d'acide nitrique fumant, plasma O<sub>2</sub>...) mais la solution la plus efficace pour dissoudre proprement le Zeonorfilm® reste le xylène. Le moule mère sale est plongé dans un bain pour une durée à déterminer selon l'état de saleté du moule. Les résidus se dissolvent dans le xylène puis l'échantillon est rincé à l'eau désionisée puis séché par flux d'azote. Le moule peut être ainsi de nouveau utilisé pour structurer un moule souple supplémentaire sans avoir à retraiter la surface du moule (Figure 66b).

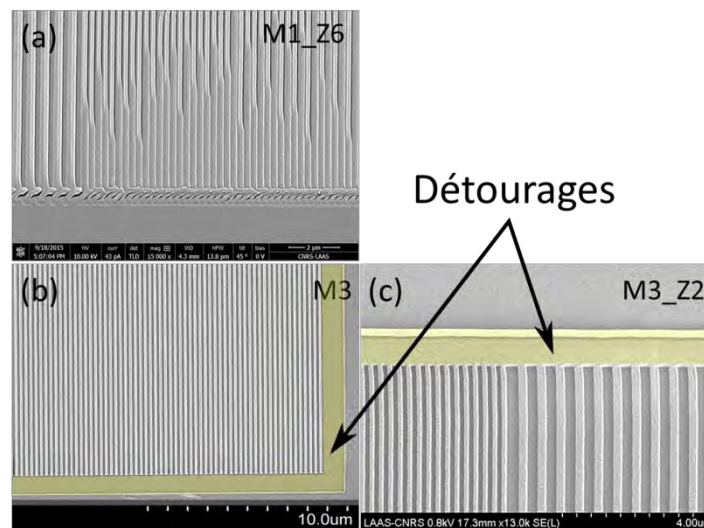
De même, une TNIL avec du Zeonorfilm® peut être effectuée sur le moule mère pour le nettoyer efficacement. En effet, sous l'effet de la chaleur, les résidus présents sur le moule mère fondent et sont absorbés par le film et ne réapparaissent pas sur le moule dur après le démoulage. Cette technique est aussi très efficace pour supprimer les poussières présentes sur le moule dur. Ces dernières sont englobées et prises au piège par le Zeonorfilm® ductile. Ainsi, lors du refroidissement la poussière reste encastrée dans le moule fille, laissant le moule mère propre.

## ii Corrections apportées

Après les premiers résultats obtenus avec le moule M1, une série de moule mère (M2 à M9) a été fabriquée avec différentes profondeurs inférieures à celles du M1 [Voir le tableau 2 dans la section 2.2.b de ce chapitre].

### ▪ Ajout de détourages

Les défauts rencontrés avec le moule M1 semblaient provenir du démoulage des réseaux. Les observations microscopiques nous montrent que les arrachements se situent sur un seul côté des filtres, plus précisément le côté où est amorcé le démoulage (Figure 68a). Les contraintes mises en jeu doivent être trop importantes sur les bords des CRIGFs pour que les lignes des réseaux puissent tenir sur le reste du film au moment du démoulage. C'est pourquoi, pour consolider les bords du filtre, des détourages ont été ajoutés sur le design des CRIGFs (Figure 68b). Ils se caractérisent par des tranchées de 1 µm de largeur situées tout autour des CRIGFs. Les détourages sont de même profondeur que les CRIGFs. Lors du démoulage du moule souple, ils apparaissent comme des murs tout autour des CRIGFs sur le film Zeonorfilm® permettant de soutenir les lignes des réseaux et de faciliter l'amorçage du démoulage (Figure 68c).



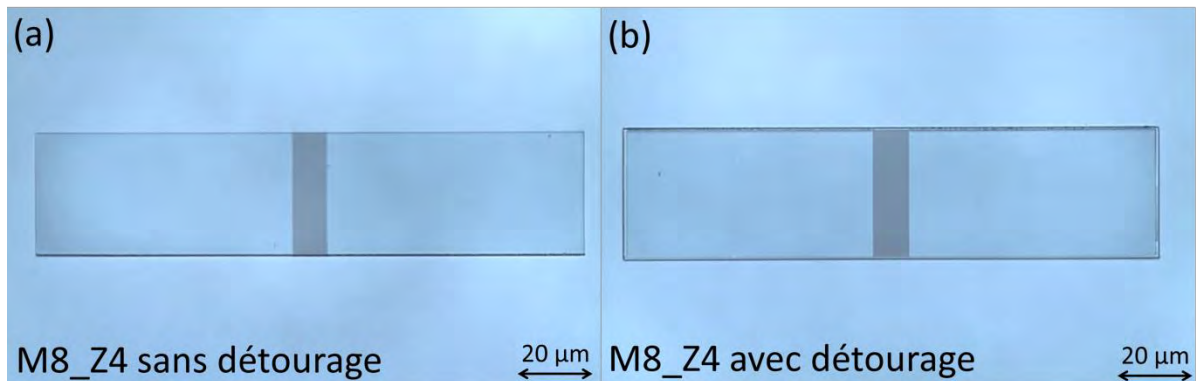
**Figure 68 :** Images MEB du (a) moule souple (M1\_Z6) sans détourage, les réseaux sont étirés et inclinés, du (b) moule dur (M3) avec détourages (en jaune) autour des réseaux et de son (c) moule fille (M3\_Z2), les réseaux sont parfaitement retranscrits.

Des CRIGFs avec détourages ont été ainsi structurés sur plusieurs moules mères pour pouvoir les comparer à ceux sans détourages.

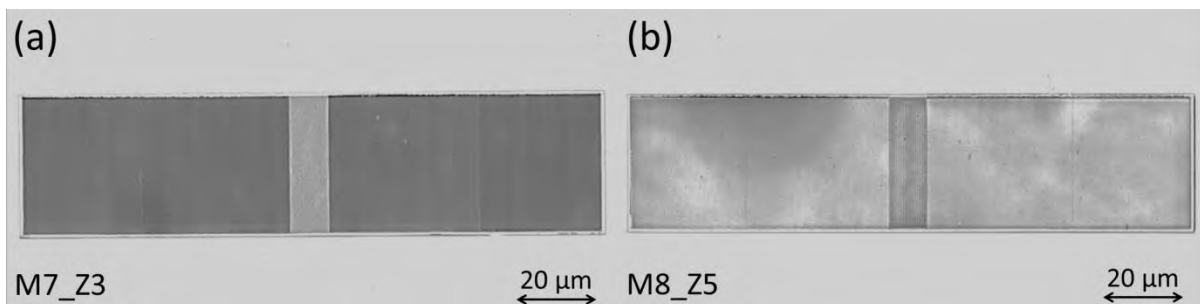
### ▪ Etude comparative avec/sans détourages

Les premières observations microscopiques des nouveaux moules souples montrent des CRIGFs homogènes sur toute leur surface, que ça soit avec ou sans détourages (Figure 69) et ce pour

différentes profondeurs du moule mère (Figure 70). Ce n'est pas étonnant car les facteurs de forme mis en jeu avec cette nouvelle gamme de moule sont moins forts (1,36/1 au maximum) que ceux du moule M1 (1,8/1), ce qui facilite le démoulage.

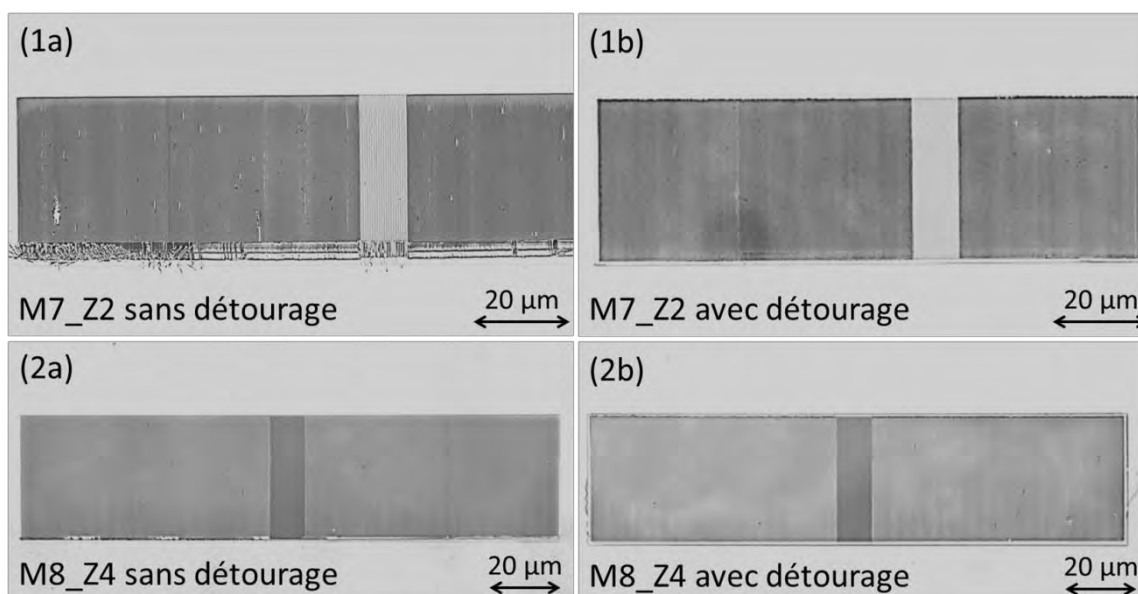


**Figure 69** : Images comparatives de CRIGFs structurés dans le moule fille M8\_Z4 (a) sans détourages et (b) avec détourages. Profondeur du moule mère M8 :  $e_{GC} = 186$  nm.



**Figure 70** : Images de CRIGFs avec détourage structurés (a) dans le moule fille M7\_Z3, profondeur du moule mère M7 :  $e_{GC} = 131$  nm et (b) dans le moule fille M8\_Z5, profondeur du moule mère M7 :  $e_{GC} = 186$  nm.

Cependant, des déformations situées sur le côté où est amorcé le démoulage sont toujours fréquentes sur les CRIGFs sans détourage (Figure 71 1a et 2a). Il semble donc que leur ajout prévienne ces déformations en optimisant le démoulage (Figure 71 2a et 2b). C'est pourquoi, pour la suite des travaux, nous nous concentrerons sur les CRIGFs avec détourage.



**Figure 71** : Images comparatives de CRIGFs sans et avec détourage structurés dans les moules filles **(1a et 1b)** M7\_Z2 et **(2a et 2b)** M8\_Z4. Les CRIGFs sans détourages présentent des défauts sur le côté où le démoulage est amorcé (ici le bas).

### iii Bilan des avancées TNIL

Le procédé TNIL a connu au cours du temps de nombreuses avancées afin d'accroître la qualité des réplifications dans le moule fille (résolutions, facteur de forme et rendement). Ces améliorations sont le fruit des différents travaux menés au sein du laboratoire sur la nanoimpression (thèses, post-doc...). Nous pouvons citer :

- l'ajout d'une languette lors de la découpe du Zeonorfilm® pour faciliter le démoulage manuel du moule fille,
- le démoulage dans la direction des lignes des motifs pour minimiser les effets d'inclinaison,
- l'ajout de détourages autour des motifs avec une résolution critique augmentant ainsi le rendement de la TNIL,
- la surface du moule fille plus grande que celle du moule mère afin de faciliter le démoulage.

Ces améliorations ainsi que l'utilisation de moules mères moins profonds ont permis de répliquer de façon fiable et efficace des CRIGFs dans les moules souples.

Cependant, malgré les améliorations, le démoulage demeure peu répétable et peu reproductible puisqu'il reste manuel. Un démoulage mécanique pourrait être envisagé avec une platine constitué de deux bras exerçant des pressions réglables ( $\vec{F}_1$  et  $\vec{F}_2$ ) sur deux axes précis (Figure 72) :

- l'un de bas en haut au niveau de la languette pour amorcer le démoulage ( $\vec{F}_1$ ),
- l'autre de haut en bas à l'opposé du moule fille pour le retenir sur le moule ( $\vec{F}_2$ ) et ainsi créer un effet de levier avec l'autre bras pour que le démoulage s'effectue proprement.

Le moule mère serait maintenu sur la platine grâce à une mise sous vide située sous celui-ci au centre de la platine.



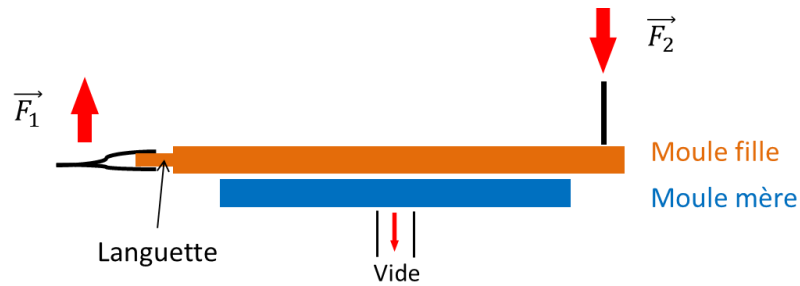


Figure 72 : Schéma illustrant le principe du démoulage mécanique

Un montage tel que celui-ci permettrait de mettre en place une étude sur les forces mises en jeu lors du démoulage afin d'évaluer leur influence et de les optimiser pour nos échantillons, ce qui n'est bien évidemment pas possible lors du démoulage manuel.

#### iv Conservation de la profondeur des réseaux

- *Respect de la valeur initiale*

Les premières études consistaient à mesurer l'homogénéité des CRIGFs produits avec les nouveaux moules mères. Il est nécessaire de voir maintenant si les caractéristiques nanométriques des filtres ont été respectées lors du transfert des motifs par TNIL dans le moule souple. Le tableau 4 présente les profondeurs des réseaux des moules mères durs (M3, M4 et M5) et des moules filles correspondants. Les mesures ont été effectuées à l'AFM selon le protocole décrit dans la section 1.4 de ce chapitre. On peut y voir que les valeurs des profondeurs sont conservées lors de la TNIL (Figure 73), les écarts entre les deux moules (dur et souple) ne dépassent pas les 4 nm quel que soit la profondeur initiale du moule mère. La profondeur maximale a été atteinte avec le moule M3 et vaut 185 nm pour les GCs et 177 nm pour les DBRs ce qui correspond respectivement à des facteurs de forme de 1,18/1 et de 1,35/1.

	M3		M4		M5	
	$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)	$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)	$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)
<b>Moule dur</b>	186	178	123	115	120	114
<b>Moule souple</b>	185	177	119	115	119	113

Tableau 4 : Profondeurs des GCs et des DBRs des moules souples pour différentes profondeurs de moules durs.

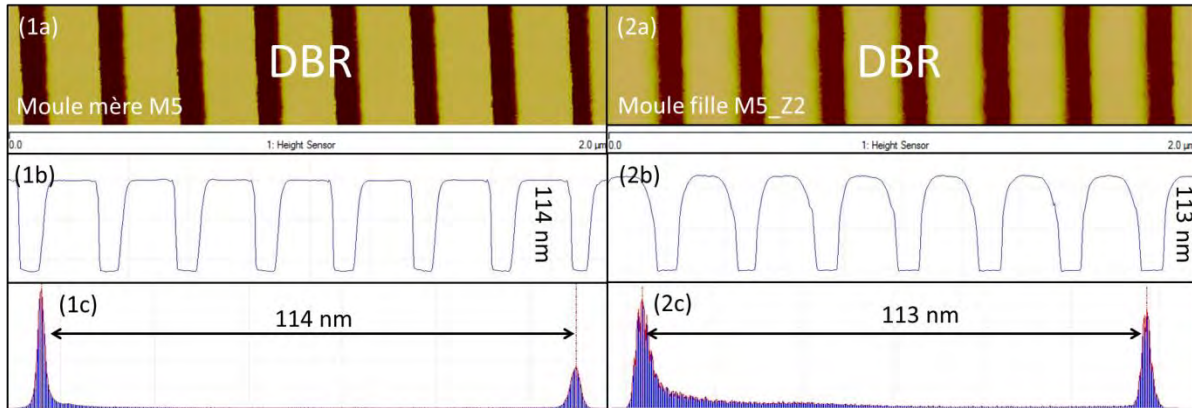


Figure 73 : Exemples de mesures à l'AFM de (1a) réseaux DBR définis dans le moule dur en silicium M5 puis (1b) répliqués dans le film Zeonorfilm® par TNIL (M5\_Z2). (1b) et (2b) Profil de la mesure. (1c) et (2c) Histogramme de la mesure. Les taux de remplissage ne semblent pas valoir 0,5, à cause de la pointe utilisée qui n'est pas assez fine.

- *Répétabilité de la TNIL sur les profondeurs répliquées*

Nous avons pu démontrer que la profondeur des réseaux est conservée à travers la TNIL, il est maintenant nécessaire de mesurer sa répétabilité. Pour cela, plusieurs moules filles (M3\_Z1, M3\_Z2, M3\_Z3 et M3\_Z4) ont été fabriqués à partir du même moule dur (M3). Le tableau 5 récapitule les profondeurs des GCs et des DBRs mesurées sur les différents moules filles. Les valeurs sont très rapprochées que ce soit pour les GCs ou pour les DBRs. Elles rentrent toutes dans un intervalle égal à 5 nm. Autre indicateur d'une bonne répétabilité, l'écart type pour la profondeur des DBRs est faible  $\sigma_{DBR} < 0,9$  nm alors que celui des GCs est proche de  $\sigma_{GC} \approx 2$  nm. La profondeur des réseaux est donc respectée avec une grande répétabilité lors de notre procédé TNIL.

	$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)
<b>M3</b>	186	178
<b>M3_Z1</b>	186	177
<b>M3_Z2</b>	181	176
<b>M3_Z3</b>	185	176
<b>M3_Z4</b>	184	177

Tableau 5 : Profondeurs du moule mère M3 et ses quatre moules filles M3\_Z1, M3\_Z2, M3\_Z3 et M3\_Z4 dupliqués par TNIL. Les mesures ont été faites à l'AFM.

### 2.3.f Conclusion

Le caractère isolant du Zeonorfilm® ne nous permet pas d'avoir facilement certaines caractéristiques des CRIGFs dupliqués par TNIL comme le taux de remplissage ou la période (difficulté de faire une observation au microscope électronique à balayage). Les mesures AFM nous ont toutefois permis de démontrer que la profondeur du moule mère est répliquée quasiment à l'identique ( $\pm 4\%$ ) et de manière répétable ( $\sigma \approx 1$  nm) dans le moule souple. La conservation de la profondeur est importante car nous savons par la suite que nous serons limités par la faible sélectivité de la gravure du dioxyde de silicium. Les nanomètres perdus ici ont donc des conséquences directes sur la profondeur finale des réseaux.

Les moules souples les plus profonds M3 (185 nm pour les GCs et 177 nm pour les DBRs) ont été structurés avec le moule dur. Le plus grand facteur de forme obtenu est alors 1,35/1 avec les

DBRs de période de 262 nm (largeur de la tranchée : 131 nm). Ces performances repoussent ainsi les limites atteintes dans la thèse précédente (0,75/1) pour la réalisation de lignes de réseaux dans le Zeonorfilm®. De plus, c'est la première fois que des composants nanométriques avec plusieurs motifs de différentes dimensions ont été répliqués dans le Zeonorfilm® avec un aussi grand rendement. Ce dernier a été amélioré grâce notamment à l'ajout de détournage qui facilite le démoulage.

Malheureusement, nous n'avons pas eu le temps de tester le procédé avec des CRIGFs pourvus de détournage pour des profondeurs supérieures à 186 nm. Il aurait été, en effet, intéressant de créer un nouveau moule mère structuré de CRIGFs avec des détournages pour une profondeur de moule de 250 nm. On aurait pu comparer la qualité de ses duplications par rapport à celle du moule M1 et confirmer l'utilité des détournages. De nouvelles études peuvent aussi être menées avec d'autres matériaux COPs. Le Zeonorfilm®, malgré ses bons résultats, n'est peut-être pas le polymère le plus adapté pour notre procédé. Certains films ont une température de transition vitreuse plus basse, d'autres sont plus épais... De nombreux paramètres du polymère peuvent influencer sur la qualité de la nanoimpression. Des études comparatives pourraient être nécessaires à termes pour repousser les limites du procédé.

La répétabilité obtenue avec les moules filles permet d'envisager la suite du procédé avec l'UVNIL. Les profondeurs atteintes avec la TNIL (180 nm) permettraient d'atteindre les profondeurs visées pour les CRIGFs NIR (150 nm) dans le substrat en verre puisque la sélectivité de la gravure avec un masque de résine NILUV est proche de 1:1. Cependant, les expériences antérieures à ma thèse n'ont pas pu établir de réelles certitudes sur le rendement et la qualité des impressions UVNIL surtout pour des facteurs de forme aussi critiques que les nôtres. Une série de caractérisations sera donc requise pour permettre d'évaluer la faisabilité et les éventuelles décotes de l'UVNIL sur nos composants.

## 2.4 Transfert des motifs par UVNIL

La lithographie par nanoimpression sous insolation UV (UVNIL) a pour but dans notre procédé de transférer les motifs des moules filles dans une couche de résine NILUV déposée sur une couche de SiO<sub>2</sub>. Dans cette partie, nous présenterons tout d'abord le procédé UVNIL, puis grâce aux caractérisations nous établirons les limites du procédé pour les profondeurs des réseaux retranscrits dans la résine. Dans la dernière partie, nous essaierons d'utiliser plusieurs fois un moule intermédiaire pour structurer plusieurs échantillons.

### 2.4.a Description du procédé UVNIL

Le procédé UVNIL mis au point lors de ma thèse est composé de trois étapes : l'enduction de l'échantillon, le recuit de la résine et l'UVNIL proprement dite.

#### i Enduction de résine NILUV

La première étape consiste à enduire une couche de résine NILUV sur notre échantillon dont la couche supérieure est composée de dioxyde de silicium. C'est cette couche de résine qui accueillera les motifs du moule souple lors de l'UVNIL puis qui constituera le masque de gravure pour la couche subjacente. Nous savons d'ores et déjà que la couche de résine doit respecter deux critères. Premièrement, elle ne doit pas être trop fine pour éviter le contact entre le moule et l'échantillon lors de la nanoimpression afin d'empêcher l'arrachement de la résine sur l'échantillon lors du démoulage. Autrement dit, l'épaisseur de l'UVNIL doit être supérieure à la profondeur des trous présents sur le moule souple. Deuxièmement, l'épaisseur ne doit pas être trop importante car cela

entraînerait une longue gravure de la couche résiduelle de résine, ce qui risquerait de modifier le profil des réseaux gravés (modification du taux de remplissage et des profils des réseaux). Un compromis a donc dû être trouvé. Ainsi, il a été choisi de déposer une épaisseur de résine égale à la profondeur des réseaux du moule souple avec un surplus de 20 nm. Afin d'obtenir cette précision sur l'épaisseur, il est nécessaire de maîtriser le dépôt de la couche de résine NILUV. De plus, différentes épaisseurs de résines seront requises au fil des expérimentations puisque nous avons de nombreux moules couvrant un large panel de profondeurs différentes. Pour ce faire, le mode d'enduction utilisé lors de ma thèse a été l'enduction centrifuge (« spin coating ») qui permet de déterminer l'épaisseur de la résine en fonction de la vitesse de rotation de la tournette (de 500 à 5000 tr/min) quelle que soit la quantité de résine déposée préalablement par pipetage. L'épaisseur peut être ensuite vérifiée par AFM ou par profilomètre optique en réalisant une rayure à la surface de l'échantillon. Les épaisseurs de résines les plus critiques nécessiteront la création de nouvelles dilutions de la résine initiale.

Après l'enduction, un recuit à 60°C de 2 minutes est nécessaire afin d'évaporer les solvants de la résine.

## ii Lithographie UVNIL

Le procédé de nanoimpression assistée par insolation par rayons ultraviolets (UVNIL) s'appuie sur celui développé dans les travaux précédents du laboratoire (Figure 74). Une fois l'échantillon recouvert de résine NILUV, il est placé sur la membrane inférieure de la Nanonex®. Le moule souple en n'a pas besoin de traitement « antiadhésif » car il est hydrophobe [Voir la section 2.3.b de ce chapitre]. Le placement du moule souple sur l'échantillon recouvert de résine se fait manuellement sans binoculaire. Il est donc peu précis. Par conséquent, les motifs sont placés grossièrement de façon à être approximativement au centre de l'échantillon. Puis la membrane supérieure de la Nanonex® est posée sur la membrane inférieure. La recette utilisée pour l'UVNIL est celle instaurée durant les travaux antérieurs à ma thèse au sein du laboratoire (Figure 75).

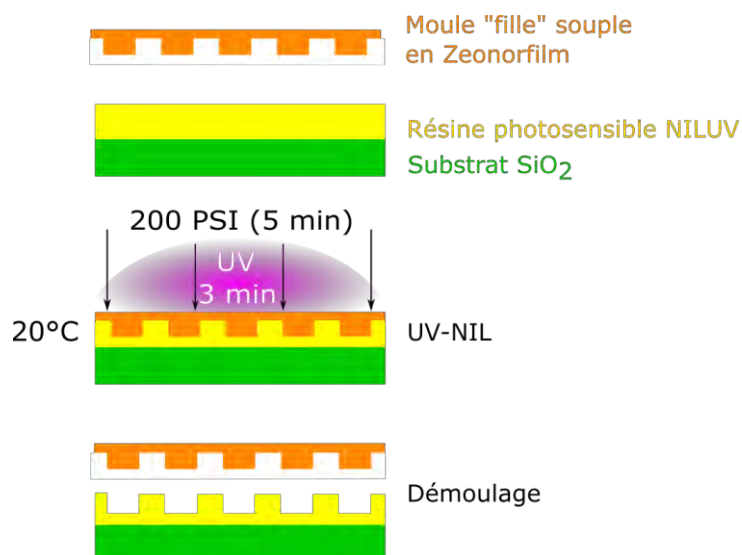


Figure 74 : Schéma de notre procédé UVNIL pour la structuration de la couche de résine NILUV à partir d'un moule souple.

Comme pour la TNIL, la chambre est dans un premier temps fermée et mise sous vide pour éviter la formation de bulles au niveau de la résine (étape ① sur la figure 75). La température reste ambiante tout le long de la nanoimpression ( $T_{imp} = 20^\circ\text{C}$ ). L'évolution de la pression est proche de

celle de la TNIL. Un palier est toujours présent à 120 PSI mais la pression ciblée pour l'UVNIL est inférieure à celle de la TNIL ( $P_{imp} = 200$  PSI contre 450 PSI étape ②). En effet, avec l'utilisation d'un moule souple, nous n'avons pas besoin d'appliquer des pressions élevées pour obtenir un transfert homogène des motifs sur toute la surface l'échantillon.

Lorsque la pression cible est atteinte, la nanoimpression dure cinq minutes ( $t_{imp}$  étape ③). Les deux premières minutes sont nécessaires pour que la résine prenne la forme des motifs du moule souple avant sa réticulation. Sa fluidité lui permet de remplir facilement les cavités du moule et de s'évacuer au niveau des motifs. A la suite de ces deux minutes, l'échantillon est insolé par rayons ultraviolets pendant trois minutes ( $t_{UV}$  étape ④) réalisant donc la polymérisation de la résine. La pression est maintenue pendant cette période de sorte que la résine garde la forme du moule après polymérisation. A la fin de  $t_{imp}$ , l'azote est évacué de la chambre, relâchant la pression dans l'enceinte de la chambre (étape ⑤). La chambre peut ensuite être rouverte (étape ⑥). Comme lors de la TNIL, le démoulage est effectué manuellement dans le sens des lignes des réseaux afin de minimiser les effets d'inclinaison et d'arrachements de ceux-ci.

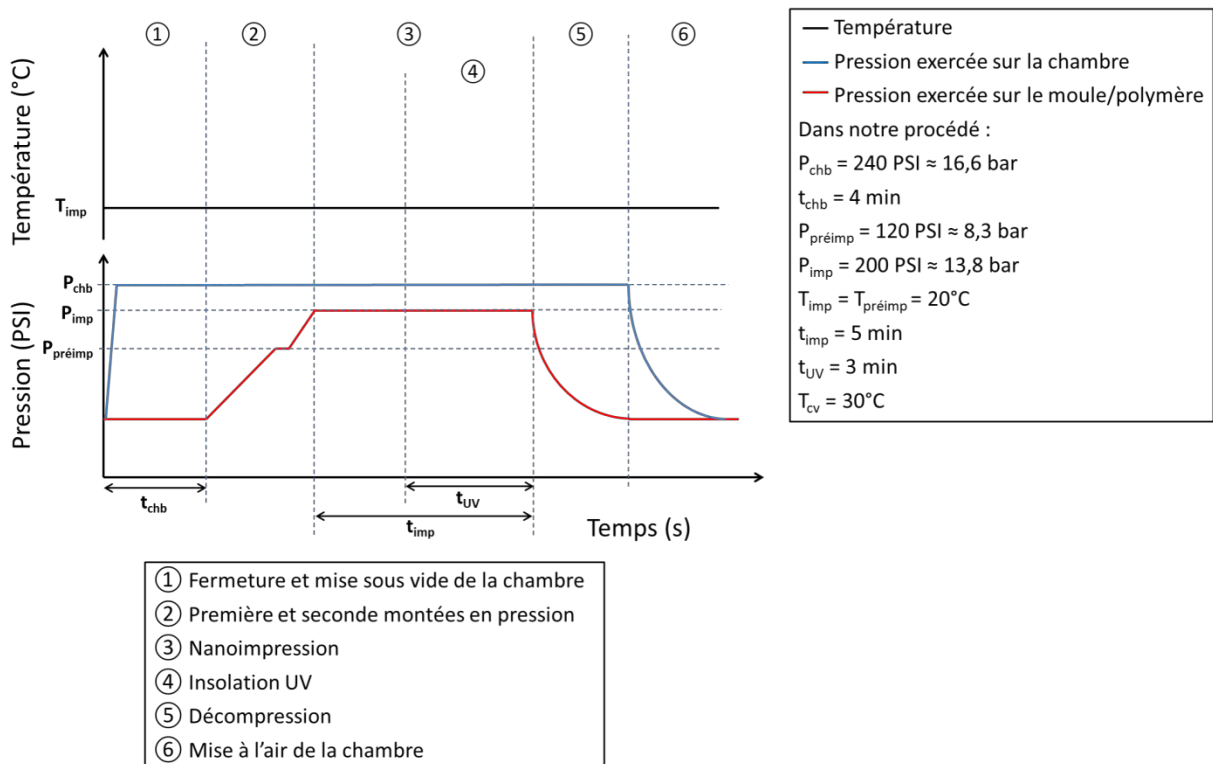


Figure 75 : Courbes d'évolution de la température et de la pression lors de l'UVNIL.

#### 2.4.b Limites sur les profondeurs atteintes dans la résine NILUV

Les nombreux moules fabriqués précédemment permettent d'explorer une large gamme de profondeur de réseaux dans la résine NILUV. Cette série de moule donne ainsi la possibilité d'établir les limites du procédé UVNIL (profondeurs et résolutions) et de la résine NILUV (épaisseurs).

##### i Profondeur minimale

Les moules les moins profonds ont été mesurés à 60 nm environ (M13). Or, la résine originale NILUV180 (pour 180 nm d'épaisseur atteints avec une vitesse de rotation de 3000 tr/min) est limitée

à une épaisseur minimale de 120 nm pour une vitesse de rotation de 5000 tr/min (carrés bleus sur la figure 76). Une dilution a été donc nécessaire pour obtenir des épaisseurs de résine plus faibles. La NILUV100 a été conçue dans ce but (carrés rouges sur la figure 76). De même, une résine plus visqueuse a été réalisée en diminuant cette proportion de solvant, la NILUV500, (triangles verts sur la figure 76) afin d'atteindre des épaisseurs plus importantes que celles de la NIL180 pour répondre à des besoins ultérieurs qui seront développés dans le 0 section 3.3.c.

▪ *Caractérisation des différentes dilutions de la résine NILUV*

Après enduction et recuit, la résine est polymérisée et aplanie grâce à une UVNIL effectuée avec un film de Zeonorfilm® vierge avec les paramètres indiqués dans le tableau 6. Ils correspondent à ceux programmés pour le procédé de fabrication qui a été détaillé précédemment. Après l'UVNIL, la couche de résine réticulée est rayée à plusieurs endroits de la surface de l'échantillon pour pouvoir procéder aux mesures d'épaisseurs à l'AFM (Figure 77).

P <sub>imp</sub> (PSI)	t <sub>imp</sub> (sec)	t <sub>UVs</sub> (sec)	T <sub>imp</sub> (°C)
200	300	180	20

Tableau 6 : Paramètres de l'UVNIL pour la caractérisation de l'épaisseur obtenue pour différentes dilutions de la résine NILUV.

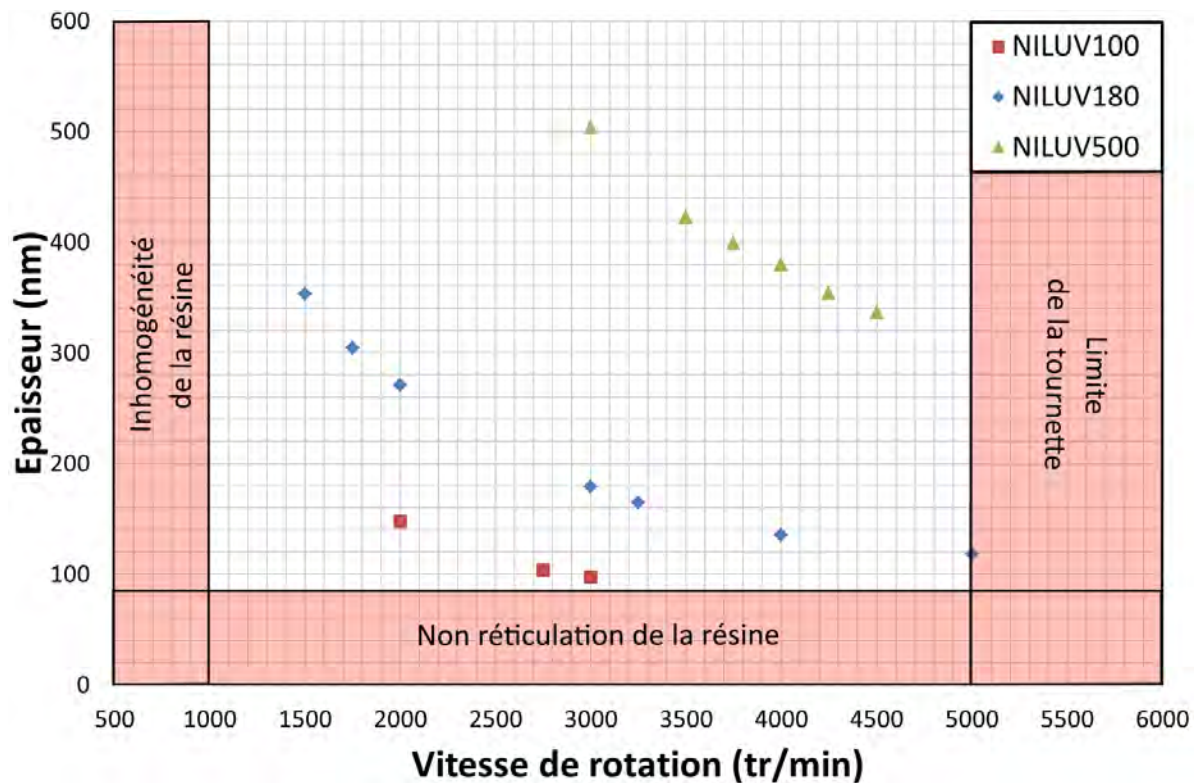
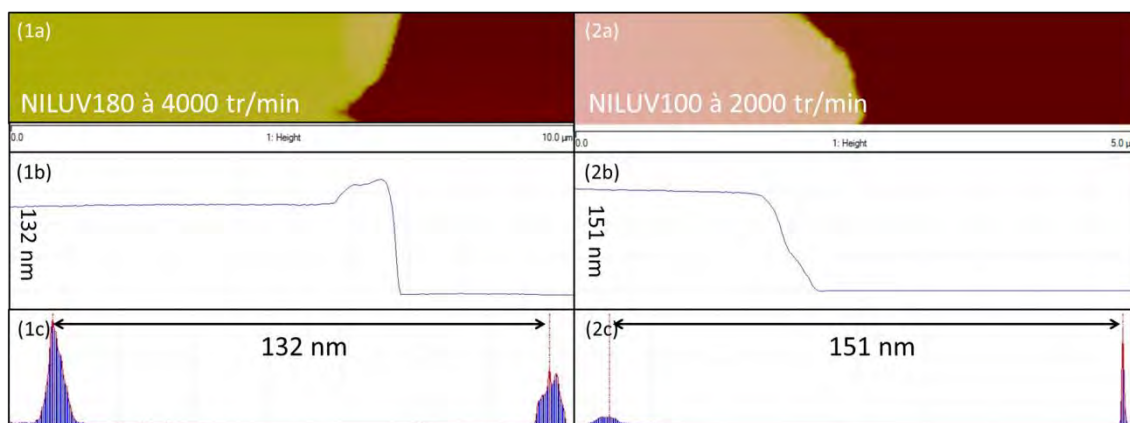


Figure 76 : Graphe de l'épaisseur de résine NILUV en fonction de la vitesse de la tournette pour trois dilutions différentes. Les zones rouges correspondent aux limites de la résine et de la tournette.



**Figure 77** : Exemples de mesures AFM d'épaisseur de résine NILUV en fonction de la vitesse de rotation de l'enduction. **(1a)** NILUV180 pour une vitesse de 4000 tr/min. **(2a)** NILUV100 pour une vitesse de 2000 tr/min. **(1b et 2b)** Profils des mesures. **(1c et 2c)** Histogrammes des mesures.

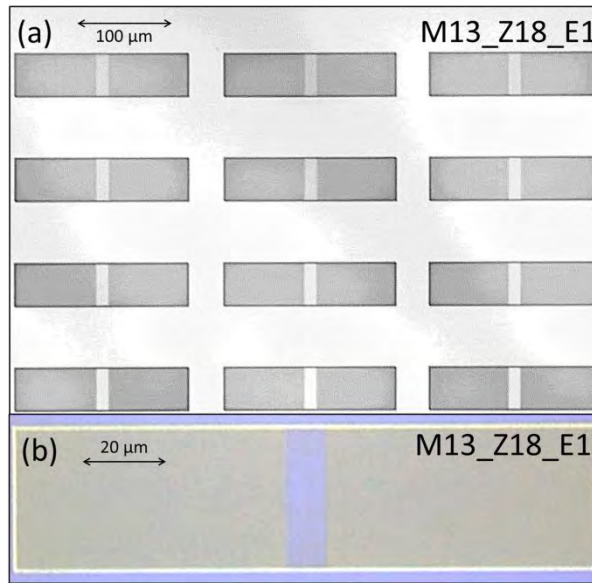
La figure 76 résume donc les épaisseurs obtenues pour les trois dilutions pour différentes vitesses de rotation. Les zones rouges du graphe correspondent aux limites du procédé.

En particulier, il nous est impossible de descendre en-dessous de 100 nm d'épaisseur, même avec la résine la plus diluée. Celle-ci ne réticule pas après insolation. Deux hypothèses ont été émises pour expliquer ce phénomène. Premièrement, la résine, au contact de l'air, s'oxyde au cours du temps ce qui ralentit la polymérisation. Cet effet est négligeable lorsqu'une grande quantité de résine est mise en jeu mais pourrait être critique lorsque qu'une fine couche de résine est déposée. L'oxydation altérerait alors trop de photo-initiateurs pour que la polymérisation soit effective sur toute la surface de l'échantillon. La seconde hypothèse repose sur la taille des molécules mises en jeu qui serait trop importante pour de si petites épaisseurs de résine. Le volume restreint de résine empêcherait les molécules de migrer correctement afin d'amorcer correctement la polymérisation de la NILUV.

Globalement, les courbes obtenues démontrent que la NILUV peut être flexible en termes d'épaisseurs. Les dilutions nous permettent de manière très simple et répétable d'atteindre des épaisseurs comprises entre 100 et 500 nm. Malheureusement, les épaisseurs ciblées pour les moules les moins profonds n'ont pas été obtenues. La couche résiduelle de résine sera donc plus épaisse que prévue pour ces moules et augmentera le temps de gravure pour la supprimer. On observera les éventuelles conséquences de ce temps supplémentaire sur les réseaux lors de l'étape de gravure.

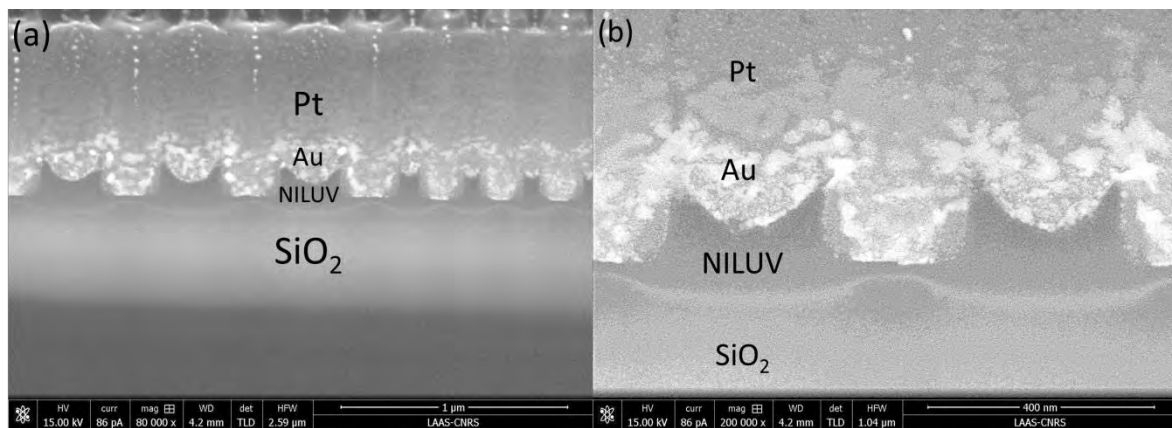
- *Caractérisation des échantillons obtenus*

Les observations au microscope optique nous montrent un résultat homogène des transferts des motifs dans la résine NILUV pour les moules souples peu profonds (Figure 78). Les réseaux dans la résine réticulée sont structurés proprement dans la résine. Peu de défauts sont observés en surface.



**Figure 78 : (a et b)** Image de CRIGFs structurés dans la résine NILUV avec un moule souple dupliqué à partir du moule dur peu profond M13 ( $e_{M10} = 60$  nm).

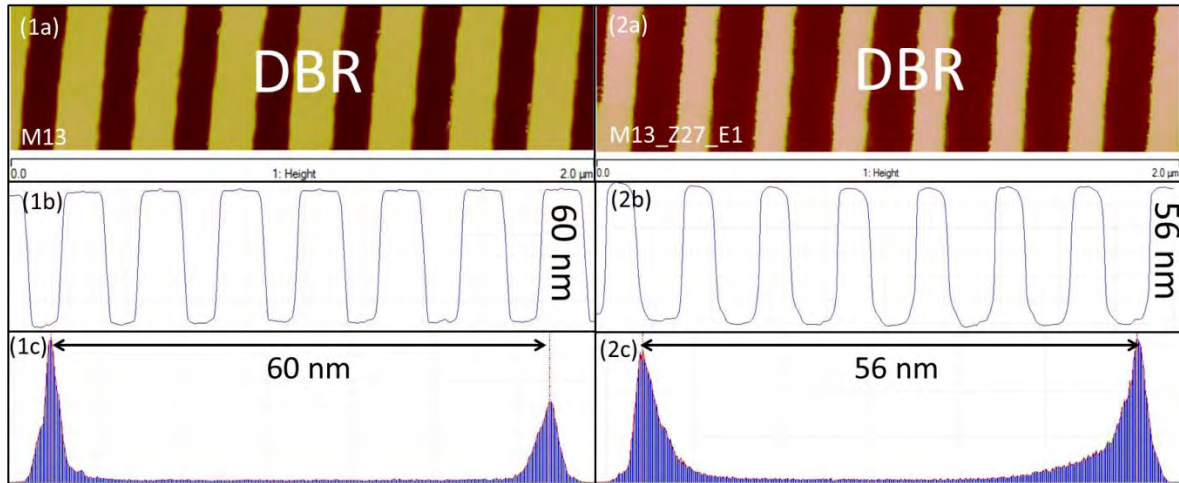
Pour observer le profil des réseaux dans la résine, il est possible d'effectuer une coupe FIB. Pour cela, il est nécessaire de métalliser l'échantillon pour éviter les effets de charge. Cette méthode a été testée sur un de nos échantillons (Figure 79) mais les réseaux de résine se sont affaissés faussant ainsi les caractéristiques des réseaux. Cette altération peut provenir de la contrainte des couches de métaux sur la résine ou de la différence des caractéristiques des différents matériaux composant ce multicouche qui peuvent entraîner des déformations lors de la gravure pour la coupe FIB.



**Figure 79 :** Images de coupe FIB d'un réseau structuré dans la résine NILUV sur une couche supérieure de  $\text{SiO}_2$ . L'échantillon a été préalablement recouvert d'une couche d'or et une couche de platine afin d'optimiser les conditions d'observation.

Le profil des réseaux a été donc observé par AFM. La figure 80 compare les profils des motifs du moule mère original et de ceux structurés dans la résine NILUV. On peut remarquer que les réseaux se sont arrondis dans la résine. Cependant, cet effet peut provenir de la géométrie de la pointe utilisée pour la mesure AFM qui ne permet pas de dessiner les coins des réseaux correctement. Les flancs des réseaux sont, quant à eux, bien droits. On peut noter que la profondeur des réseaux après l'UVNIL est légèrement inférieure à celle du moule mère. Les écarts constatés valent quelques nanomètres.





**Figure 80** : Exemples de mesures AFM de **(1a)** réseaux DBR définis dans le moule dur en silicium M13 puis **(1b)** transférés sur un échantillon par TNIL dans une couche de résine NIL100 (M13\_Z27\_1). **(1b)** et **(2b)** Profil de la mesure. **(1c)** et **(2c)** Histogramme des hauteurs de la mesure.

▪ *Répétabilité de l’UVNIL*

Le but de cette étude est d’évaluer la répétabilité du procédé UVNIL en particulier sur la profondeur des réseaux structurés dans la résine. Si les pertes de profondeur observées sur le premier échantillon sont répétables, il sera plus simple d’aborder la prochaine étape de fabrication à savoir les gravures, d’autant plus que les paramètres de gravures dépendent du rapport profondeur des réseaux/épaisseur de la couche résiduelle de résine. Le tableau 7 recense les profondeurs obtenues dans la résine sur plusieurs échantillons à partir de moules souples issus du même moule mère, le M13. Sur les cinq échantillons structurés, des pertes de profondeurs sont observées avec des valeurs quasiment équivalentes à un ou deux nanomètres près. Les écart-types sont très faibles,  $\sigma_{GC} \approx 0,84$  nm et  $\sigma_{DBR} \approx 1,73$  nm par rapport aux incertitudes de mesure [Voir la section 1.4 de ce chapitre] ce qui atteste de la répétabilité de l’UVNIL sur le transfert de la profondeur des motifs dans la NILUV.

		$e_{GC}$ (nm)	$e_{DBR}$ (nm)
<b>Moule mère</b>	<b>M13</b>	<b>60</b>	<b>60</b>
<b>Dans la NILUV</b>	<b>M13_Z18_E1</b>	56	52
	<b>M13_Z19_E1</b>	56	56
	<b>M13_Z20_E1</b>	57	55
	<b>M13_Z21_E1</b>	57	56
	<b>M13_Z27_E1</b>	55	56

**Tableau 7** : Profondeurs des réseaux GCs et DBRs transférées dans la résine NILUV après l’UVNIL.

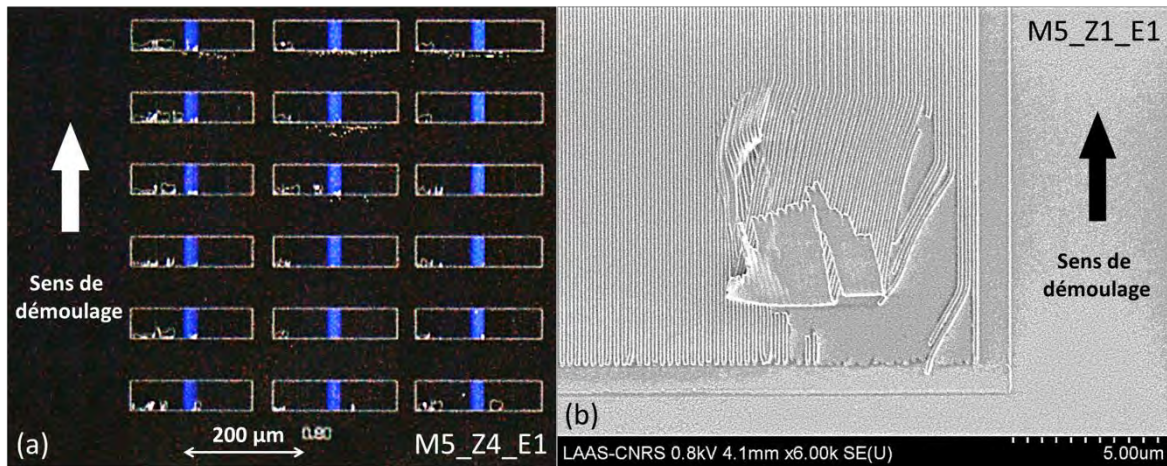
Maintenant que nous avons prouvé la faisabilité et la répétabilité du transfert des motifs du moule souple à la résine NILUV par le biais d’une UVNIL pour de faibles profondeurs. Nous allons expérimenter le protocole pour des profondeurs de moule plus importantes afin de connaître la limite supérieure du procédé UVNIL.

ii Profondeur maximale

▪ *Caractérisation des échantillons obtenus*

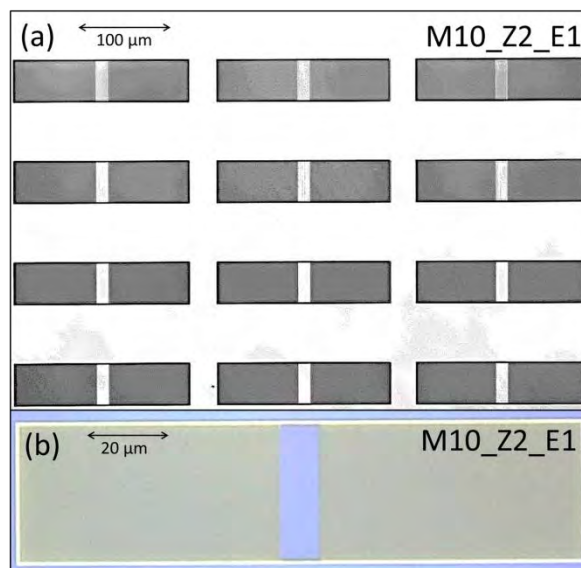
Des lithographies ont été effectuées avec les mêmes conditions que les précédentes mais pour des moules souples issus de moules mères plus profonds, M3 et M5 ( $e_{M3} = 186$  nm et  $e_{M5} = 114$  nm). Des défauts apparaissent systématiquement sur l’un des côtés des CRIGFs transférés dans la résine

NILUV180 (Figure 81a). Grâce aux observations par microscopie électronique, on peut voir que ce sont les lignes de réseaux de résine polymérisée qui sont arrachées du reste de la couche (Figure 81b). Ces défauts surviennent lors du démoulage : ils se situent sur le côté où le moule est retiré et la résine est déjà réticulée. Ces observations confirment que l'étape de démoulage est critique pour la qualité de la nanoimpression.



**Figure 81 :** (a) Image d'une série de CRIGFs structurés dans une couche de résine NILUV180 avec des défauts situés en bas des composants. Le moule souple utilisé est issu du moule mère M5 ( $e_{M5} = 114$  nm), (b) Les images MEB nous permettent de constater que ce sont les lignes de réseaux qui se sont arrachées.

De nouveaux échantillons ont été structurés avec un moule moins profond (M10  $e_{M10} = 83$  nm). Les CRIGFs ne comportent pas de défauts (Figure 82). On retrouve des rendements équivalents à ceux obtenus avec le M13.



**Figure 82 :** (a et b) Image de CRIGFs structurés dans la résine NILUV avec un moule souple dupliqué à partir du moule dur M10 ( $e_{M10} = 83$  nm).

Les différentes observations sur les échantillons structurés tendent donc à dégager une limite supérieure qui se situe dans un intervalle entre 85 et 115 nm de profondeur pour le moule mère. Au-delà de cette limite, les facteurs de forme des CRIGFs mis en jeu sont trop grands et de nombreux réseaux s'arrachent lors du démoulage après l'UVNIL. En dessous de cette limite, la grande majorité

des CRIGFs sont retranscrits parfaitement. Nous n'avons pas eu les moyens de rendre cette limite plus précise car aucun des moules mères fabriqués n'avait des profondeurs de réseaux situées entre 85 et 115 nm.

L'épaisseur de la couche résiduelle peut aussi jouer un rôle dans la qualité du démoulage. On peut penser qu'avec une épaisseur résiduelle plus grande, les motifs sont plus soutenus et on arrive à démouler des motifs avec un plus grand facteur de forme. Cependant, nous n'avons pas exploré cette voie puisqu'il nous est difficile de quantifier avec précision l'épaisseur résiduelle, comme nous le verrons dans la section 2.5.a de ce chapitre.

- *Conservation de la profondeur*

Des mesures AFM ont été effectuées sur les échantillons après structuration et réticulation de la résine NILUV. La figure 83 récapitule les profondeurs des réseaux mesurées lors des trois premières étapes du procédé : sur le moule dur en silicium après la lithographie électronique (losanges sur la figure 83), dans le moule souple à la suite de la TNIL (triangles) et dans la résine NILUV à la suite de l'UVNIL (croix). Les points de mesures relatifs aux GCs sont bleus alors que ceux relatifs aux DBRs sont rouges. La ligne noire correspond au cas idéal où les profondeurs ne subissent pas de modifications au cours des différentes étapes. On peut remarquer que les profondeurs des réseaux après l'UVNIL sont légèrement inférieures à celles des moules souples que ce soit pour les GCs ou les DBRs. Les écarts constatés valent quelques nanomètres, 7 nm au maximum (voir tableau dans la figure 83) et semblent être proportionnels à la profondeur initiale. Ils sont plus importants pour les profondeurs les plus grandes. Ces différences correspondent en moyenne à 5% de la valeur initiale des profondeurs du moule dur. Cet écart risque d'augmenter durant les gravures. Il sera alors nécessaire d'évaluer la décote totale de la profondeur pour la compenser sur les futurs moules.

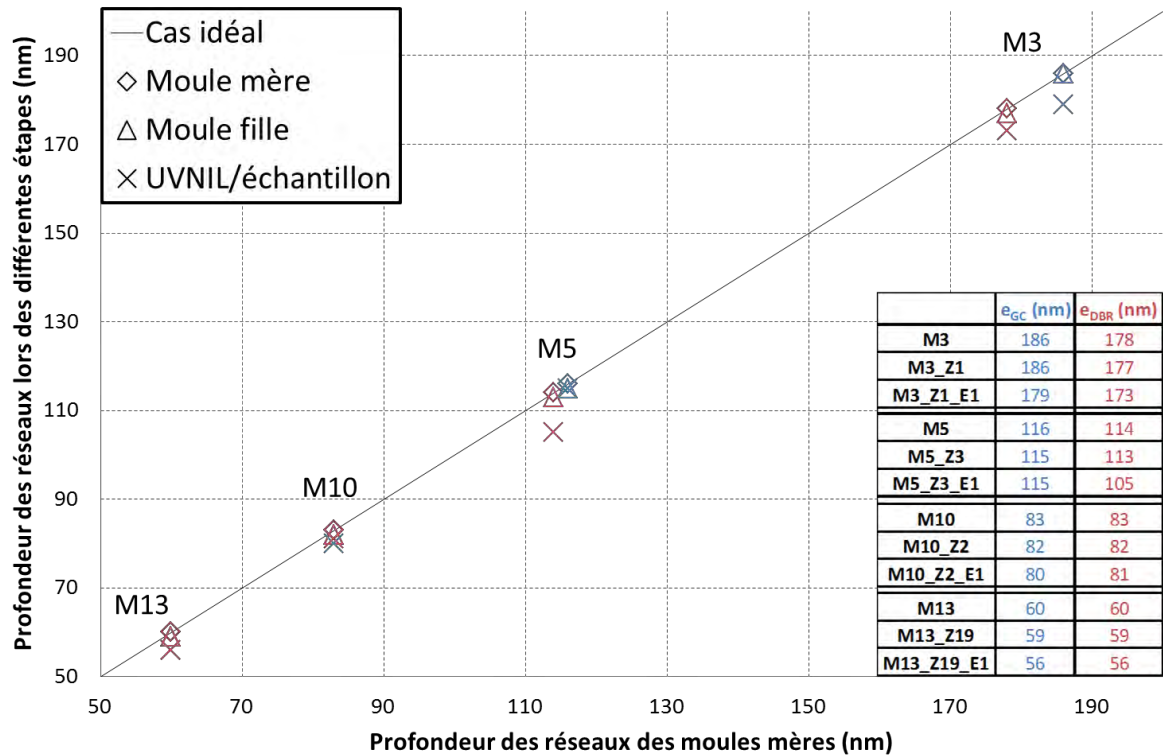
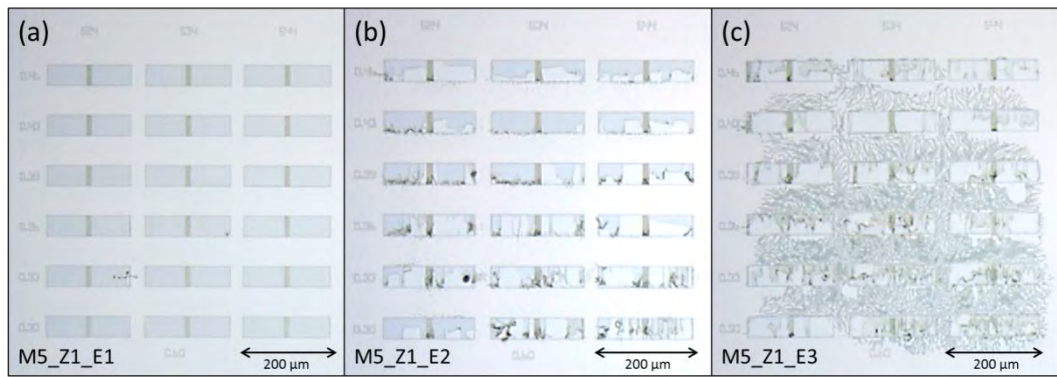


Figure 83 : Profondeurs des réseaux GCs, (motifs bleus) et DBRs, (motifs rouges) au cours des trois premières étapes du procédé SNIL pour les moules durs M3, M5, M10 et M13.

#### 2.4.c Utilisations consécutives du même moule fille

L'utilisation multiple du moule fille réduirait le nombre d'étapes dans l'optique d'une fabrication de plusieurs composants consécutifs et baisserait a fortiori son coût. Lors des tests, les conditions des UVNILs sont les mêmes quel que soit l'échantillon. Il a été envisagé de nettoyer le moule souple entre les nanoimpressions pour supprimer les résidus de résine. Des bains à base de solution d'IPA ont été testés mais se sont révélés infructueux. Il est en effet difficile de trouver un moyen de supprimer les résidus de résine sans altérer le moule souple.

La figure 84 montre les composants obtenus dans la couche de résine pour les trois UVNILs effectués. Le moule souple M5\_Z1, premier moule fabriqué à partir du cinquième moule dur M5, a été utilisé trois fois afin de structurer trois échantillons recouverts de NILUV, M5\_Z1\_E1 étant le premier échantillon structuré, M5\_Z1\_E2 le deuxième et M5\_Z1\_E3, le troisième. Le premier échantillon présente des CRIGFs en bon état, parfaitement retranscrits dans la résine. Par contre, on peut clairement voir que les CRIGFs formés sur les échantillons M5\_Z1\_E2 et M5\_Z1\_E3 sont défectueux. La résine est arrachée sur une bonne partie de la surface des CRIGFs.



**Figure 84** : Images des CRIGFs formés sur la couche de résine NILUV après la lithographie UVNIL avec le même moule souple (M5\_Z1). (a) Les CRIGFs sont correctement transférés dans la résine sur le premier échantillon structuré. (b et c) La résine est arrachée sur les deuxième et troisième échantillons structurés, sur une bonne partie des CRIGFs.

Cette série de nanoimpressions nous a confirmé que le moule souple est à utilisation unique. Les résidus solides de résine de la première UVNIL polluent le moule souple et viennent dégrader les nanoimpressions suivantes. Mais cette expérience vient aussi de confirmer son utilité. En effet, on l'utilise comme intermédiaire entre le moule mère et l'échantillon pour éviter au moule mère de rentrer en contact avec la résine qui laisserait des résidus à sa surface. Le moule mère, dont sa fabrication est contraignante contrairement à celle du moule souple, serait au fur et à mesure des nanoimpressions de plus en plus pollué répliquant des motifs dans la résine de moins en moins fidèle au masque initial. De plus, le moule souple permet de minimiser les effets néfastes produits par la présence d'une poussière sur l'échantillon en l'englobant lors de la nanoimpression ce qui permet également de réduire considérablement le risque de casse pour des échantillons fragiles comme le GaAs [Voir 0 section 4].

#### 2.4.d Conclusion

Les différents moules souples produits nous ont permis de démontrer que l'UVNIL transfère fidèlement et de manière répétable les réseaux CRIGFs dans la couche de résine NILUV. Au final, l'UVNIL a permis de reproduire des réseaux avec des profondeurs situées entre 56 et 179 nm dans la résine avec un facteur de forme maximal de 1,37/1. Néanmoins, le rendement est nettement meilleur pour des profondeurs ne dépassant pas les 85 nm. Par ailleurs, de nouvelles dilutions de résine NILUV ont été développées dans le but de répondre entièrement aux exigences de cette gamme de profondeurs. Malgré tout, l'épaisseur de la couche résiduelle de résine qui sépare les réseaux à la couche supérieure de SiO<sub>2</sub> reste à estimer précisément afin de paramétrer au plus juste les gravures. Des épaisseurs trop importantes impliqueraient de longs temps de gravure qui pourraient nuire aux profils des réseaux structurés dans la résine. L'état des profils des réseaux sera donc particulièrement suivi lors de la gravure de la couche résiduelle de résine.

#### 2.5 Transfert des motifs dans l'échantillon final

Après les deux procédés de nanoimpression (TNIL et UVNIL), les motifs sont retranscrits dans la couche de résine NILUV. Cette résine recouvre l'échantillon qui est constitué à sa surface d'une couche de SiO<sub>2</sub>. Cette dernière accueillera au final les réseaux des CRIGFs. Pour cela, trois gravures sont nécessaires (Figure 85) :

- la gravure de la couche résiduelle de résine NILUV afin de la supprimer entièrement,
- la gravure de la couche de SiO<sub>2</sub> avec pour masque de gravure la résine NILUV,
- le délaquage, c'est-à-dire le retrait de la résine NILUV restante.

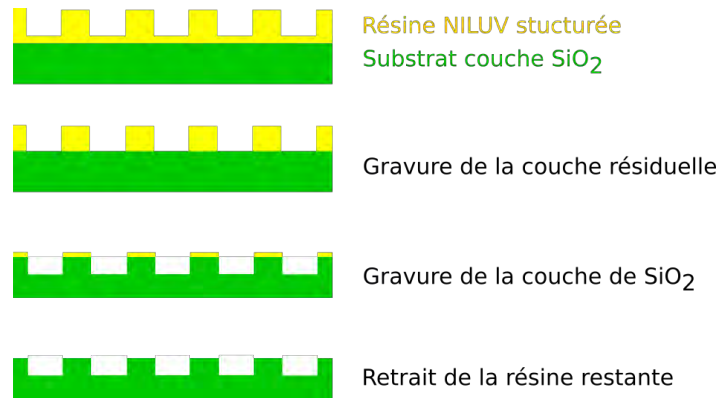


Figure 85 : Schéma représentant les trois gravures pour transférer les motifs de la résine à la couche supérieure de SiO<sub>2</sub>.

Les trois gravures sont effectuées dans le même bâti, l'Aviza Technology Omega 201 en mode ICP-RIE (gravures ioniques assistées par plasma). Quelle que soit la gravure décrite dans ce manuscrit, un conditionnement est effectué préalablement. Il consiste à reproduire les conditions de la gravure dans le bâti afin, premièrement, d'évacuer les possibles espèces chimiques restantes d'une gravure précédente et deuxièmement, de conditionner le bâti avec les gaz de la gravure pour la rendre plus reproductible.

### 2.5.a Gravure de la couche résiduelle de résine NILUV

La première gravure consiste à supprimer le fond de résine laissé lors de l'UVNIL. Un protocole de gravure ICP-RIE à base de dioxygène a été spécialement élaboré pour cette tâche. Il faut néanmoins, dans un premier temps, estimer l'épaisseur à graver afin de régler le temps de la gravure.

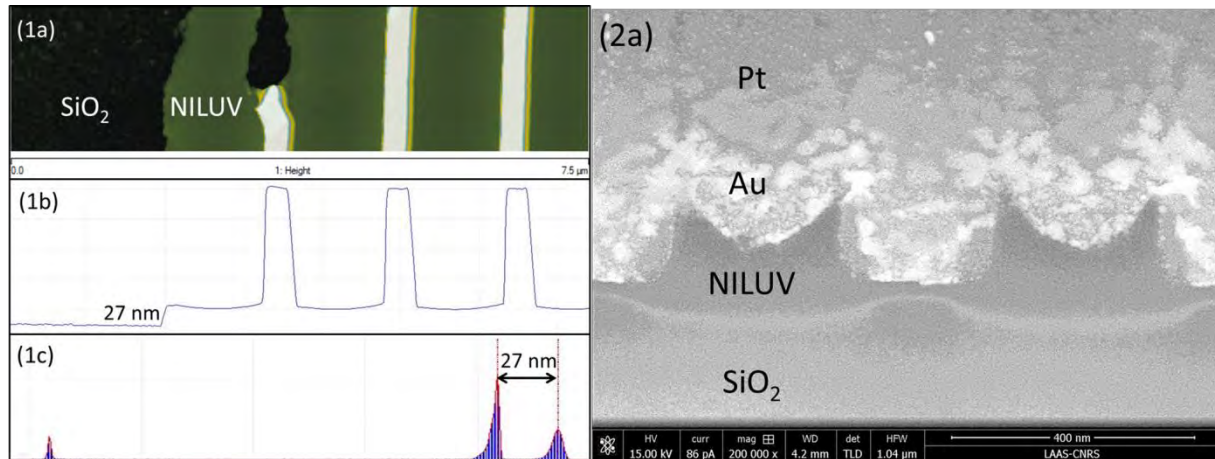
#### i Estimation de l'épaisseur

Une approche simpliste consiste à évaluer l'épaisseur de la couche résiduelle par la différence entre l'épaisseur de la résine NILUV déposée sur l'échantillon et la profondeur du moule souple obtenu précédemment. Cette hypothèse ne prend pas en compte la mécanique des fluides complexe qui régit le déplacement de la résine pendant la nanoimpression [82], [84], [85] et qui peut alors engendrer une couche résiduelle plus ou moins épaisse.

Cette règle de conservation des volumes nous permet par un simple calcul de se rendre compte que le surplus de résine peut être important et très différents selon les moules utilisés. Prenons l'exemple d'un CRIGF ( $\Lambda_{GC} = 514$  nm et  $\phi_{GC} = 0,33$ ) sur un moule fille issu du moule mère M3 ( $e_{M3} \approx 180$  nm) pour une épaisseur de résine  $e_{NILUV} = 200$  nm déposée sur un échantillon. Dans le cas extrême où la résine ne s'évacuerait pas de la surface du CRIGF et que l'épaisseur de la résine s'homogénéiserait sur toute sa surface, un surplus de 90 nm de résine environ s'ajoute au 20 nm déjà présents totalisant ainsi une épaisseur de couche résiduelle de NILUV de 110 nm. Cependant, cette épaisseur chute à 60 nm avec un CRIGF issu du moule mère M13 ( $e_{M13} \approx 60$  nm,  $\Lambda_{GC} = 514$  nm et  $\phi_{GC} = 0,20$ ) et 90 nm de NILUV déposée initialement sur l'échantillon. Une si grande différence nécessite donc une méthode de mesure précise et efficace.

Pour obtenir la valeur exacte de l'épaisseur de résine résiduelle, des méthodes existent mais ont le désavantage d'être destructives. Une rayure peut par exemple être réalisée sur les motifs structurés dans la résine. Une mesure AFM est alors effectuée à cet endroit révélant l'épaisseur de résine restante (Figure 86(1a à 1c)). Une coupe FIB peut aussi permettre de visualiser l'allure de cette couche. Cependant, l'échantillon doit être métallisé afin d'obtenir de bonnes conditions

d'observation. Cette métallisation modifie les profils des réseaux ( $\text{SiO}_2$  ondulé par la gravure, hauts des réseaux déformés par les couches de métaux) mais on peut tout de même évaluer directement l'épaisseur de la couche résiduelle (Figure 86(2a)). Ces deux méthodes sont efficaces mais condamnent une grande partie de l'échantillon si ce n'est son intégralité.



**Figure 86 :** (1a) Image AFM d'une rayure au sein d'un CRIGF structuré dans la NILUV sur une couche de  $\text{SiO}_2$ . (1b) Profil de la mesure. (1c) Histogramme des hauteurs de la mesure. (2a) Image de coupe FIB d'un réseau structuré dans la résine NILUV sur une couche supérieure de  $\text{SiO}_2$ . L'échantillon a été préalablement recouvert d'une couche d'or et d'une couche de platine afin d'optimiser les conditions d'observation.

De manière moins radicale, une rayure réalisée à côté des motifs permet de mesurer de façon précise l'épaisseur totale de la résine NILUV par AFM. Les profondeurs des réseaux dans la NILUV, eux aussi mesurées par AFM, sont alors soustraites à la valeur d'épaisseur totale pour obtenir le fond de résine. Cependant, cette méthode ne permet d'obtenir qu'une estimation de l'épaisseur de la couche résiduelle. Elle ne prend pas en compte le déplacement de résine s'effectuant durant l'UVNIL et qui peut engendrer des irrégularités d'épaisseur de résine au niveau des CRIGFs et donc des différences notables sur celle de la couche résiduelle. Au final, le meilleur compromis est de croiser les estimations des calculs obtenus par le biais de la règle de conservation des volumes et les différentes mesures effectuées à l'AFM.

## ii Description du procédé de gravure

Au final, les estimations sur l'épaisseur de la couche résiduelle de résine permet de régler le temps de la gravure. Comme annoncé auparavant, un protocole de gravure ICP-RIE a été créé spécialement pour supprimer cette couche résiduelle. Ces caractéristiques sont notées dans le tableau 8. La vitesse de gravure de la NILUV a été mesurée à 70 nm/min lors de l'élaboration de ce mode opératoire.

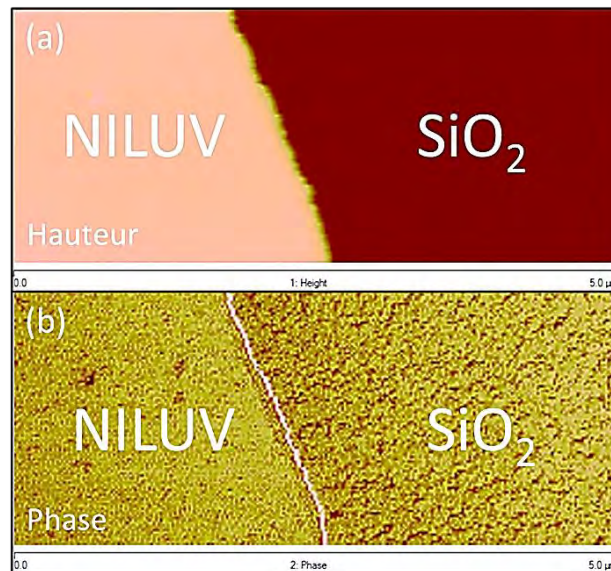
Type de gravure	ICP-RIE	
Matériau	NILUV	
Gaz	O <sub>2</sub>	
Débit (sccm)	10	
Pression (mTorr)	10	
Température (°C)	20	
Vitesse de gravure (nm/min)	70	
Puissance (W)	Plasma	Polarisation substrat
	10	15

**Tableau 8** : Récapitulatif des différents paramètres de la gravure ICP-RIE de suppression de la couche résiduelle de résine NILUV.

L'échantillon est installé sur un substrat de silicium 6 pouces faisant office de support dans le bâti de gravure (TRIKON ICP-RIE OMEGA 201). Habituellement, l'échantillon est collé au substrat avec de l'huile Fomblin® ou de la pâte thermique pour faciliter la thermalisation de l'échantillon afin que la température et a fortiori la vitesse de gravure soient homogènes sur toute sa surface. Or, dans notre cas, les temps de gravure sont courts et l'échantillon n'a pas le temps de monter en température. L'application de pâte thermique ou d'huile est donc inutile.

### iii Ouverture des réseaux

Dans un premier temps, nous pensions que les mesures de phase à l'AFM pouvaient nous permettre de discerner les différents matériaux qui composent l'échantillon. Cette méthode a été donc envisagée pour savoir si la gravure de la couche résiduelle a été suffisante pour pouvoir atteindre la couche de SiO<sub>2</sub>. Cependant, le contraste entre la phase de la résine NILUV et celle du SiO<sub>2</sub> n'est pas assez prononcé pour les distinguer (Figure 87) notamment sur des réseaux de faibles périodes. De même, l'ellipsomètre présent en salle blanche n'est pas assez résolu spatialement pour mesurer l'épaisseur d'une éventuelle couche résiduelle de SiO<sub>2</sub> dans les tranchées de nos réseaux.



**Figure 87** : Images AFM d'une rayure réalisée dans la résine NILUV sur une couche de SiO<sub>2</sub>. (a) Cartographie des hauteurs. (b) Cartographie des phases.

Les profils issus des mesures AFM peuvent aussi donner des informations sur l'état de la couche résiduelle. Les gravures à base d'O<sub>2</sub> ne réagissent pas avec le SiO<sub>2</sub>. On peut donc penser que les fonds de réseaux apparaissent plats, lisses et rectangulaires lorsque la couche supérieure de l'échantillon est atteinte. Néanmoins, la couche de SiO<sub>2</sub> peut présenter elle-même une surface

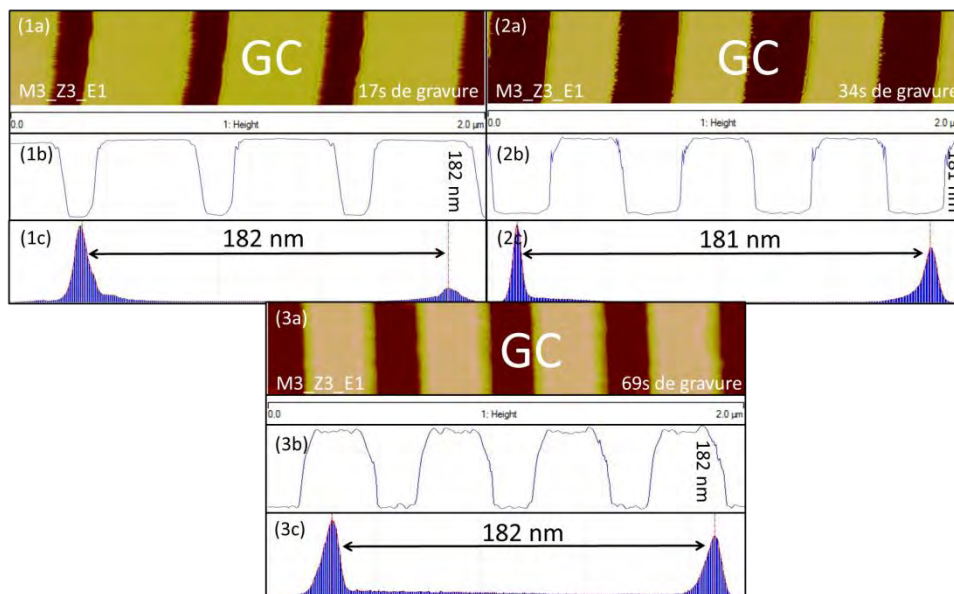


rugueuse. Un autre indicateur pour vérifier que la couche sous-jacente est atteinte est une légère perte des profondeurs des réseaux liée à la différence de vitesse de gravure entre la résine NILUV et le SiO<sub>2</sub>.

A l'heure actuelle, nous n'avons pas de moyen fiable pour vérifier directement l'ouverture des réseaux sur la couche de SiO<sub>2</sub>. Ce qui nous amène à devoir légèrement surgraver la couche de résine pour être certain d'atteindre la couche de SiO<sub>2</sub> au niveau des tranchées. Afin de pouvoir maîtriser complètement cette étape, un étalonnage est nécessaire. Une série d'échantillon avec les mêmes motifs structurés à la surface de la résine doit être réalisée pour qu'ils soient ensuite gravés avec différents temps de gravure. Je n'ai pas eu l'opportunité de le faire car les motifs retranscrits étaient différents au fil de ma thèse (différents moules, différents masques) ne permettant pas de réunir les mêmes conditions de gravure.

#### iv Conservation du profil des réseaux

Les importantes épaisseurs de couche résiduelle de NILUV sur certains échantillons ont permis d'observer l'évolution des profils des réseaux après une longue gravure de la NILUV. C'est le cas pour l'échantillon M3\_Z3\_E1 où trois sessions consécutives de gravure ont été effectuées, la première et la deuxième de 17 secondes chacune et la dernière de 35 secondes pour totaliser un temps de gravure final de 69 secondes (mesures AFM sur la figure 88). On peut voir sur l'image 3b que les 69 secondes de gravure ont altéré le profil initial des réseaux, les hauts et les fonds de réseaux sont devenus plus rugueux et les flancs ont perdu en verticalité. Néanmoins, l'exemple pris est l'un des plus critiques afin de mettre en exergue les défauts d'une longue gravure. Les résultats typiques sont moins critiques et montrent que les taux de remplissage semblent être conservés après la gravure de la NILUV.



**Figure 88** : Images AFM de réseaux structurés dans la résine après (1a) 17, (2a) 34 et (3a) 69 secondes de gravures ICP-RIE pour supprimer la couche résiduelle de résine NILUV. (1b, 2b et 3b) Profils des mesures. (1c, 2c et 3c) Histogrammes des hauteurs des mesures.

#### v Conclusion

Au final, malgré les méthodes développées dans cette partie, l'épaisseur de la couche de résine résiduelle reste difficile à mesurer. Les calculs et les observations microscopiques ne permettent de

dégager que de simples estimations. De même, le bâti de gravure n'est pas encore équipé d'une détection de fond d'attaque (DFA) qui nous permettrait d'arrêter la gravure lorsque la couche de SiO<sub>2</sub> est atteinte. Le développement du système de détection est en cours. Ainsi, nous sommes contraints de vérifier si l'ouverture des réseaux est effective uniquement après la fin de la session de gravure par mesures AFM. Dans ces conditions, nous sommes obligés de légèrement surgraver la couche de NILUV afin d'ouvrir les réseaux sur la couche sous-jacente. Cette surgravure réduit de facto la profondeur initiale de corrugation transférées dans la NILUV après l'UVNIL. Par conséquent, cela limite la profondeur maximale atteignable dans la couche de silice.

### 2.5.b Gravure du SiO<sub>2</sub> et délaquage

La gravure de la couche de SiO<sub>2</sub> détermine évidemment la profondeur finale des réseaux dans l'échantillon. La partie qui suit présente donc en détail le protocole de gravure de la couche de SiO<sub>2</sub> puis les résultats obtenus sur les différents échantillons en déterminant ainsi les limites du procédé.

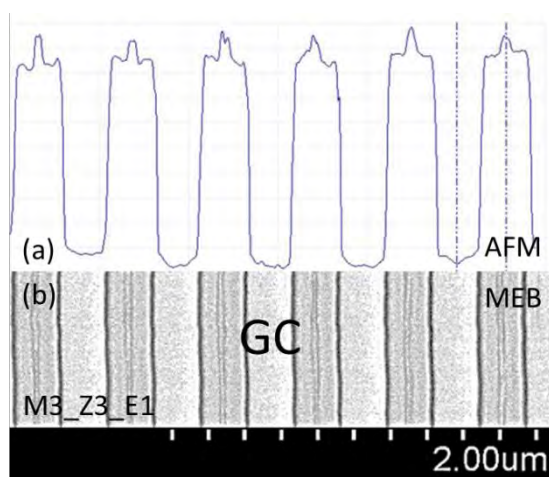
#### i Description du procédé de gravure

Le mode opératoire utilisé pour la gravure de la couche de silice est présenté dans le tableau 9. C'est un protocole standardisé au sein du laboratoire. Grâce aux travaux antérieurs sur le développement de la NIL, la sélectivité entre la silice et la résine NILUV est estimée à 1:1 pour une vitesse de gravure avoisinant les 13 nm/min.

Type de gravure	ICP-RIE	
	Substrat	Masque
Matériau	SiO <sub>2</sub>	Résine NILUV
Vitesse de gravure (nm/min)	15	≈ 13
Sélectivité du masque	≈ 1:1	
Gaz	CHF <sub>3</sub>	
Débit (sccm)	50	
Pression (mTorr)	5	
Température (°C)	20	
Puissance (W)	Plasma	Polarisation substrat
	50	50

Tableau 9 : Récapitulatif des différents paramètres de la gravure ICP-RIE de la couche supérieure de SiO<sub>2</sub>.

Après cette gravure, des résidus de résine peuvent rester sur la surface de l'échantillon. Pour les supprimer, plusieurs méthodes ont été testées. Les premiers échantillons étaient plongés dans un bain d'acétone puis rincés à l'eau afin d'enlever, dans un premier temps, la plus grande partie de la résine. Pour éliminer les résidus restants, un plasma de délaquage (800 W) à base de dioxygène était effectué dans le bâti de la machine TEPLA 300. Avec cette méthode des traces de résine persistaient sur les hauts des réseaux (Figure 89).



**Figure 89** : Images des réseaux GC inscrits dans la couche de SiO<sub>2</sub> de l'échantillon M3\_Z3\_E1 après le nettoyage au TEPLA 300. Les résidus sont observables aux sommets des réseaux par (a) image AFM et (b) image MEB.

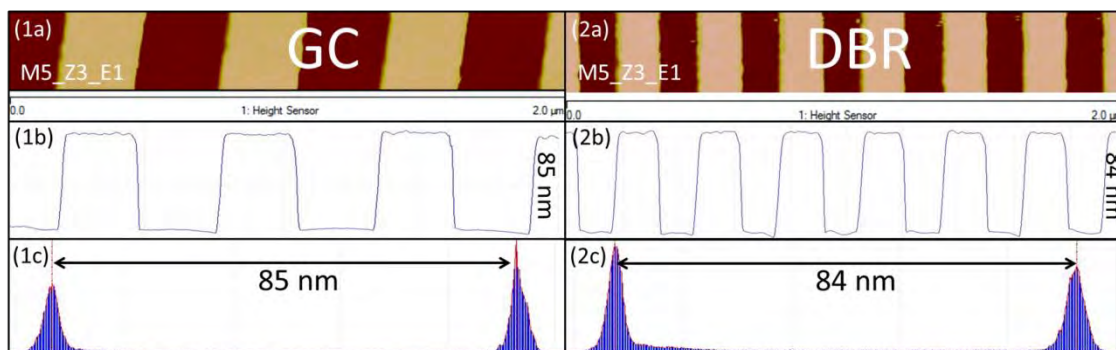
Nous avons donc décidé d'effectuer le délaquage par ICP-RIE directement dans l'Aviza Technology Omega 201 dont le plasma est beaucoup plus puissant. Ce protocole du délaquage est récapitulé dans le tableau 10 et permet de supprimer la totalité de la résine en une durée de 1 minute.

Type de gravure	ICP-RIE	
Matériau	NILUV	
Gaz	O <sub>2</sub>	
Débit (sccm)	30	
Pression (mTorr)	10	
Température (°C)	20	
Puissance (W)	Plasma	Polarisation substrat
	500	0

**Tableau 10** : Récapitulatif des différents paramètres de la gravure ICP-RIE pour supprimer les résidus de résine NILUV.

### ii Limites de la gravure

Les temps de gravure ont été fixés selon notre estimation de l'épaisseur de résine restante sur notre échantillon. Le but est d'obtenir les réseaux les plus profonds possibles sans consommer l'intégralité du masque de résine. Si tel était le cas, la surgravure impliquerait l'apparition d'aspérités à la surface de la couche de SiO<sub>2</sub>. Ainsi, nous obtenons des réseaux rectangulaires avec des flancs verticaux et des fonds de gravures propres (Figure 90) avec une profondeur maximale de 85 nm dans la couche de silice. De nombreux échantillons ont pu être structurés par le biais de cette série de gravure. Les profondeurs obtenues sont en-dessous de celles que nous attendions. Néanmoins, les mesures AFM effectuées avant et après le retrait de la résine restante montrent d'importantes épaisseurs pour cette dernière. Ce surplus prouve que nous pouvons obtenir des réseaux bien plus profonds que ceux réalisés précédemment, à condition de mesurer plus précisément le fond de résine et ainsi de caler au plus juste les différentes durées de gravure. Pour finir, le rendement du procédé est satisfaisant car une vingtaine d'échantillon a été fabriquée pour autant de moules souples utilisés pour le transfert des motifs dans la résine NILUV.



**Figure 90** : Images AFM des réseaux structurés dans la silice sur l'échantillon M5\_Z3\_E1. (1) Réseau GC. (2) Réseau DBR (1b et 2b) Profils des mesures. (1c et 2c) Histogrammes des hauteurs des mesures.

### iii Conclusion

Les protocoles de gravure décrits précédemment permettent de structurer une couche de silice par le biais d'un masque de résine NILUV. Les différents paramètres, vitesses des gravures, sélectivités et épaisseurs des masques, semblent rendre accessibles des profondeurs maximales de réseaux autour de 180 nm dans la silice, malgré les difficultés de calibration des couches résiduelles de résine. Cependant, les expériences menées lors de cette thèse n'explorent pas cette limite. Toutefois, des réseaux rectangulaires avec des fonds lisses de 90 nm de profondeur maximale ont été obtenus après délaquage avec des temps de gravures plus courts.

## 2.6 Caractérisation physique des CRIGFs NIR structurés dans la silice

Le procédé développé dans les sections précédentes nous a permis de fabriquer des CRIGFs dans une couche  $\text{SiO}_2$ . Il est maintenant possible de connaître les décotes finales du procédé. Le taux de remplissage et la profondeur des réseaux seront étudiés dans cette section.

Seuls les échantillons issus des moules mères M3 et M5 seront caractérisés dans cette partie car ce sont les seuls à avoir été structurés dans une couche de  $\text{SiO}_2$ . Les autres échantillons ont été développés dans le cadre de configurations CRIGFs différentes et seront l'objet de caractérisations dans une partie ultérieure du manuscrit [Voir 0 sections 1.2 et 1.3].

### 2.6.a Taux de remplissage et résolution du procédé

La figure 91 montre les taux de remplissage des réseaux GC obtenus ( $\phi_{GC}$  obtenus) sur le moule mère M3 (carrés noirs) et sur les échantillons finaux issus de ce moule mère M3\_Z1\_E1 (carrés rouges) et M3\_Z3\_E1 (carrés rouges) en fonction des taux de remplissages codés pour la réalisation du moule mère M3. Les mesures ont été effectuées par le biais d'images MEB (Figure 92). La courbe noire sur la figure 91 sert de point de repère car elle représente le cas idéal, c'est-à-dire le cas où les taux de remplissage ne subissent pas de modifications au cours du procédé. On avait déjà remarqué dans la section 2.2.c de ce chapitre que les taux de remplissage des moules mères étaient systématiquement au-dessus de cette courbe. Mais c'est aussi le cas pour les échantillons car leurs taux de remplissage ne diffèrent que légèrement de ceux du moule mère ( $<|\pm 0,02|$ ). Ces faibles écarts prouvent que notre procédé permet de conserver ce paramètre géométrique avec une grande fidélité malgré les nombreuses étapes de notre procédé (nanoimpressions et gravures). Quoi qu'il en soit, ces différences ne permettent pas d'annuler la décote constatée après la lithographie électronique. Cependant, l'ensemble des taux de remplissage obtenus montre un écart moyen de 3% par rapport à la courbe du cas idéal. Ainsi, cet écart pourra être pris en compte pour la réalisation des prochains

échantillons afin de se rapprocher au plus près des taux de remplissage souhaités malgré les décotes du procédé.

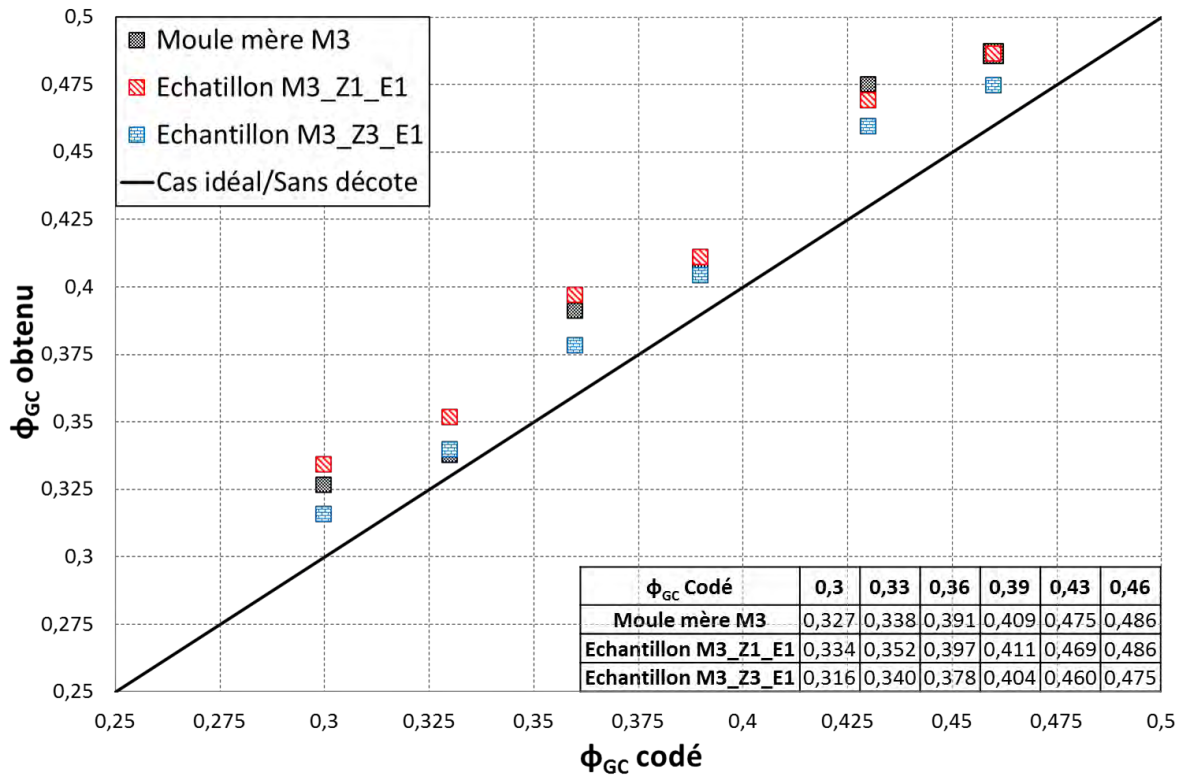


Figure 91 : Les taux de remplissage obtenus ( $\phi_{GC}$  obtenu) sur le moule mère M3 et les échantillons finaux M3\_Z1\_E1 et M3\_Z3\_E1 en fonction des taux de remplissage des réseaux GC ( $\phi_{GC}$  codé) initialement codés.

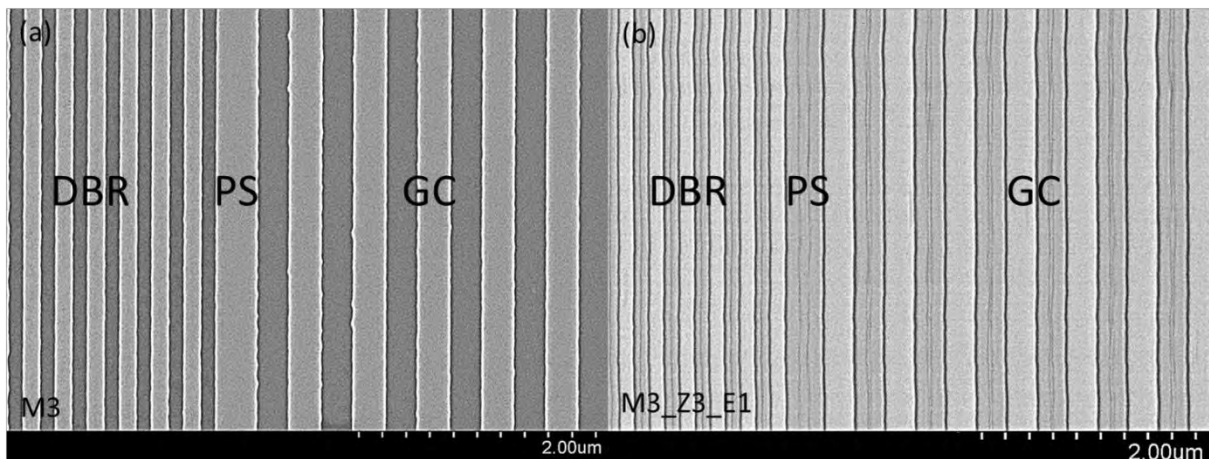


Figure 92 : Images MEB du (a) moule mère M3 et de (b) l'échantillon M3\_Z3\_E1.  $\Lambda_{GC} = 534$  nm,  $\phi_{GC} = 0,46$  et  $PS = 0,6$ .

L'évaluation des taux de remplissage sur les échantillons nous permet aussi d'évaluer la résolution ultime de notre procédé. Comme les taux obtenus sont proches de ceux des moules mère, la résolution finale des réseaux est peu ou prou identique à celle des réseaux présents dans le moule mère. Ainsi, dans nos motifs, la résolution maximale se situe dans les réseaux DBR ayant une période de 262 nm. Le tableau 11 répertorie les taux de remplissage des réseaux DBR obtenus sur le moule mère M3 et sur les échantillons finaux. Les écarts sont supérieurs à ceux des GCs mais restent en dessous de 0,05, pour une valeur ciblée de 0,50. Ainsi, le plus petit motif obtenu dans la silice est une ligne des réseaux DBR de largeur de 130 nm environ au pas de 262 nm.

$\Phi_{\text{DBR}}$ codé	0,39
M3	0,501
M3_Z1_E1	0,455
M3_Z3_E1	0,528

Tableau 11 : Taux de remplissage des réseaux DBR obtenus sur le moule mère M3 et sur les échantillons M3\_Z1\_E1 et M3\_Z3\_E1.

### 2.6.b Profondeurs des réseaux et facteurs de forme accessibles

Le but de cette partie est de comparer la profondeur initiale du moule mère et celles des échantillons obtenus dans la couche de SiO<sub>2</sub>. Le tableau 12 montre que les échantillons sont beaucoup moins profonds que les moules mère. On a vu précédemment que les nanoimpressions ne modifient que très peu les profondeurs des réseaux. Aussi, ces pertes proviennent principalement des étapes de gravure et semblent nous limiter à une profondeur inférieure à 100 nm dans la silice.

	e <sub>GC</sub> (nm)	e <sub>DBR</sub> (nm)
M3	186	178
M3_Z1_E1	97	89
M3_Z1_E3	90	80
M5	116	114
M5_Z2_E1	49	43
M5_Z3_E1	86	84
M5_Z4_E1	48	46

Tableau 12 : Tableau comparatif des profondeurs des moules mères M3 et M5 à celles des échantillons issus de ces moules.

Cependant, ces pertes ne dépendent pas du protocole SNIL mis en place. Elles proviennent de difficultés d'observation et de calibration lors des étapes de gravure (estimation de la couche résiduelle de résine, ouverture effective des réseaux sur la couche de SiO<sub>2</sub>, estimation de la couche de résine restante après une première gravure...). Ainsi, nous devons prendre à chaque gravure une certaine marge afin de s'assurer de graver suffisamment l'échantillon. Cette précaution réduit de ce fait le facteur de forme de nos réseaux. Dans notre cas, les plus grands facteurs de forme se situent au niveau des réseaux DBRs avec une période de 262 nm. Sur notre échantillon le plus profond (M3\_Z1\_E1), le facteur de forme atteint ainsi une valeur de 0,75/1 pour une profondeur de 89 nm et une largeur de tranchée de 119 nm environ.

## 3. Présentation des CRIGFs NIR structurés dans la silice

Une fois le procédé de fabrication réalisé et validé, il a été testé sur des substrats fonctionnels. Ces derniers sont composés d'une plaque en verre et de multicouches qui répondent aux résultats des modélisations obtenues pour les CRIGFs NIR. Sur ces échantillons, différents CRIGFs ont été structurés afin d'observer l'influence des différents paramètres du composant (taux de remplissage, période et zone d'adaptation de phase) sur ses caractéristiques optiques.

### 3.1 Composition des substrats fonctionnels

Le matériau du substrat doit être compatible avec la longueur d'onde de fonctionnement du CRIGF. Nous avons ainsi choisi le verre AF32 de la marque SCHOTT transparent aux longueurs d'onde situées autour de 850 nm [90]. Des plaquettes de 4 pouces de diamètre sont utilisées comme base pour nos substrats. Une couche de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et de SiO<sub>2</sub> sont déposées successivement sur une face de la plaquette par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD, pour Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition) afin de former respectivement le guide d'onde du filtre et la couche supérieure qui accueillera les réseaux. Un système antireflet est aussi déposé en face arrière du substrat de verre (conception de l'antireflet dans l'annexe 1). Dans un premier temps, nous avons reproduit la

géométrie utilisée durant la thèse de Xavier Buet pour évaluer l'impact de la filière de fabrication sur les performances des CRIGFs. La figure 93 présente la structure verticale des échantillons réalisés.

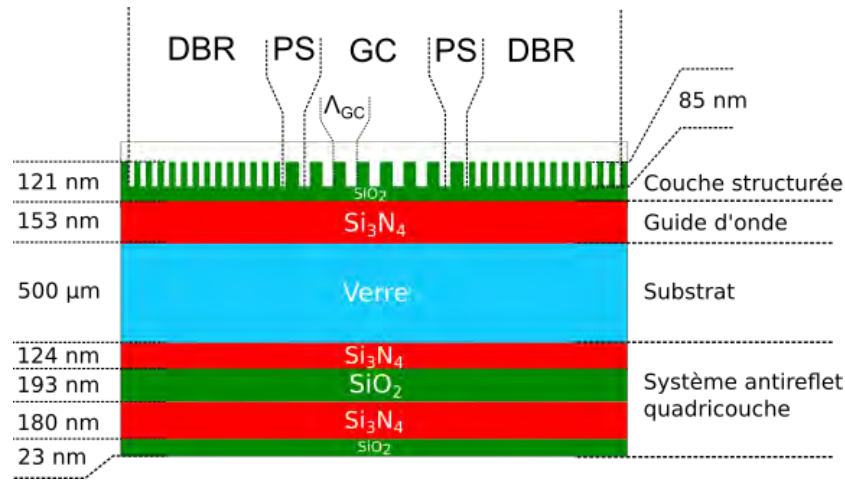


Figure 93 : Schéma représentatif des couches déposées par PECVD des CRIGFs NIR.

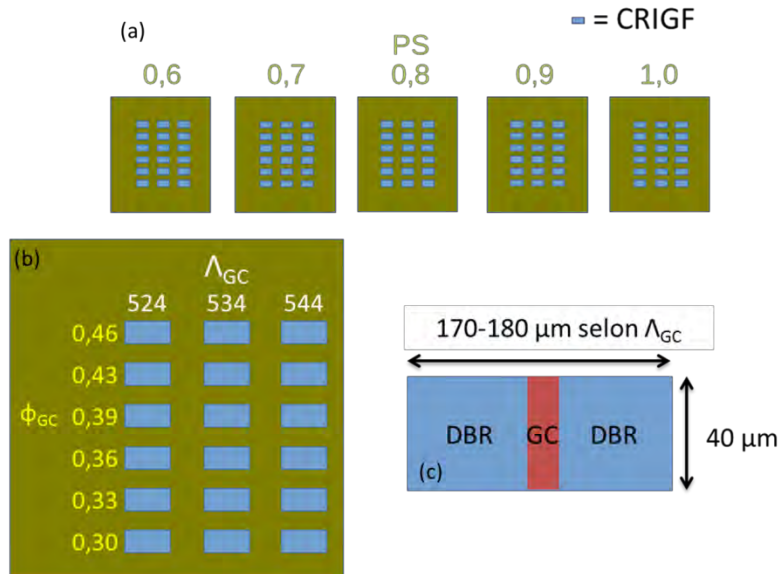
### 3.2 Caractéristiques des CRIGFs NIR

Les masques dessinés pour la structuration des échantillons comportent de nombreux CRIGFs qui se différencient par trois caractéristiques :

- la période de leur réseau central  $\Lambda_{GC} = [524 ; 534 ; 544]$  nm,
- le taux de remplissage de leur réseau central  $\phi_{GC} = [0,30 ; 0,33 ; 0,36 ; 0,39 ; 0,43 ; 0,46]$ ,
- la taille de leur zone d'adaptation de phase  $L_{PS} = [0,6 ; 0,7 ; 0,8 ; 0,9 ; 1,0] \times \Lambda_{GC}$ .

En croisant ces paramètres, nous obtenons 90 CRIGFs différents sur le masque. Ils partagent cependant certains points communs. Leur réseau central GC est composé de 21 périodes  $\Lambda_{GC}$  et leurs réflecteurs de Bragg sont constitués de 300 périodes  $\Lambda_{DBR}$  (600 périodes en comptabilisant les deux côtés du filtre). Pour rappel, la période des réseaux DBRs est égal à la moitié de celle du GC ( $\Lambda_{DBR} = \Lambda_{GC}/2$ ) et leur taux de remplissage codé est égal à  $\phi_{DBR} = 0,39$ , pour une valeur finale visée de 0,5. Toutes les valeurs de périodes et de taux de remplissage correspondent à celle codées pour l'insolation du moule mère par lithographie électronique et seront utilisées comme référence pour les caractérisations qui vont suivre.

Les CRIGFs sont positionnés sur l'échantillon selon leurs caractéristiques : Ils sont tout d'abord répartis en 5 blocs représentant les cinq différentes valeurs de zone d'adaptation de phase (Figure 94a). Dans chacun de ces blocs, 18 CRIGFs sont présents correspondant aux croisements des valeurs codées pour la période du GC ( $\Lambda_{GC}$ ) et pour le taux de remplissage ( $\phi_{GC}$ ) (Figure 94b). La largeur des CRIGFs est fixée à 40  $\mu\text{m}$  alors que leur longueur varie autour de 175  $\mu\text{m}$  puisqu'elle dépend de la période du GC (Figure 94c).



**Figure 94 :** Schéma représentant la répartition des CRIGFs sur les échantillons. **(a)** Les filtres sont répartis par blocs en fonction de leur zone d'adaptation de phase. **(b)** Répartition des CRIGFs dans un bloc. **(c)** Dimensions des CRIGFs.

## 4. Caractérisations optiques des filtres CRIGFs NIR

Les CRIGFs réalisés doivent maintenant être testés pour connaître leurs propriétés optiques en fonction des différentes caractéristiques citées précédemment. Ces caractérisations permettent d'évaluer la qualité de la sélectivité spectrale du CRIGF. Les grandeurs étudiées sont donc la réflectivité et la transmission. Un banc de mesure a été spécialement développé. Dans un premier temps, une présentation de ce banc de test sera effectuée. Puis, nous détaillerons les résultats obtenus sur les filtres CRIGFs structurés dans la couche de silice.

### 4.1 Présentation du banc optique


Le banc a été monté et optimisé tout au long de ma thèse. Le but initial était de mesurer la réflectivité des filtres CRIGFs de manière simple et pratique. Puis, le banc a été complété afin de pouvoir mesurer également la transmission.

Le principe du banc est de cibler les CRIGFs avec une diode laser et de récupérer les signaux réfléchis et transmis vers une photodiode. L'acquisition et le traitement des signaux s'effectuent par une interface LabView afin d'extraire les pics de résonance.

#### 4.1.a Source laser

La source est une diode laser accordable BroadSweeper 840-1 de la marque SUPERLUM dont les principales caractéristiques sont listées dans le tableau 13. La gamme d'accordabilité du laser s'étend de 805 à 880 nm. Le laser est guidé jusqu'au banc par une fibre optique à maintien de polarisation. La source sera utilisée en mode balayage ce qui permettra d'obtenir la réflectivité et la transmission des filtres dans l'intervalle des longueurs d'onde d'intérêt [820-880] nm. L'étude de ces courbes donnera accès à la longueur d'onde de résonance du filtre, sa réflectivité/transmission maximale et sa finesse spectrale.

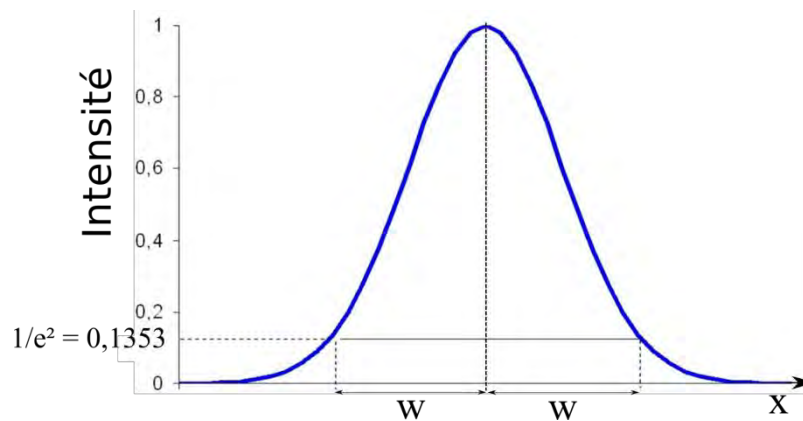


<b>Gamme d'accordabilité</b>	50 nm [820-870] nm	
<b>Précision</b>	50 pm	
<b>Répétabilité</b>	±10 pm	
<b>Vitesse de balayage</b>	2 à 10000 nm/s	
<b>Puissance</b>	1 mW/3 mW	
<b>Basse puissance/Haute puissance</b>	1 mW/3 mW	
<b>Résolution</b>	<0.05 nm/<0.06 nm	
<b>Basse puissance/Haute puissance</b>	<0.05 nm/<0.06 nm	

**Tableau 13** : Principales caractéristiques de la diode laser accordable utilisée pour la caractérisation optique des CRIGFs.

#### 4.1.b Réglages préliminaires

La fibre optique guidant la source laser est fixée sur le banc à un système « cage » qui permet d'aligner facilement les divers éléments optiques sur le chemin optique pour atteindre finalement l'échantillon. Il a été prouvé durant la thèse de Xavier Buet que le mode localisé au sein du filtre est excité efficacement lorsque la taille du « waist » du faisceau est égal à 0,4 fois la largeur du réseau central (GC) du filtre CRIGF visé [7]. Pour rappel, le waist est la demi-largeur à  $1/e^2$  du profil d'intensité (Figure 95).



**Figure 95** : Définition du « waist » ( $w$ ) sur un profil d'intensité

Le faisceau laser est tout d'abord collimaté par une lentille. Puis, il est focalisé par un jeu de lentilles fixé sur un support amovible afin qu'il parvienne au filtre avec la taille optimale (Figure 96). Une lame quart d'onde est aussi placée en amont du filtre afin d'aligner la polarisation du faisceau incident sur les axes des CRIGFs.

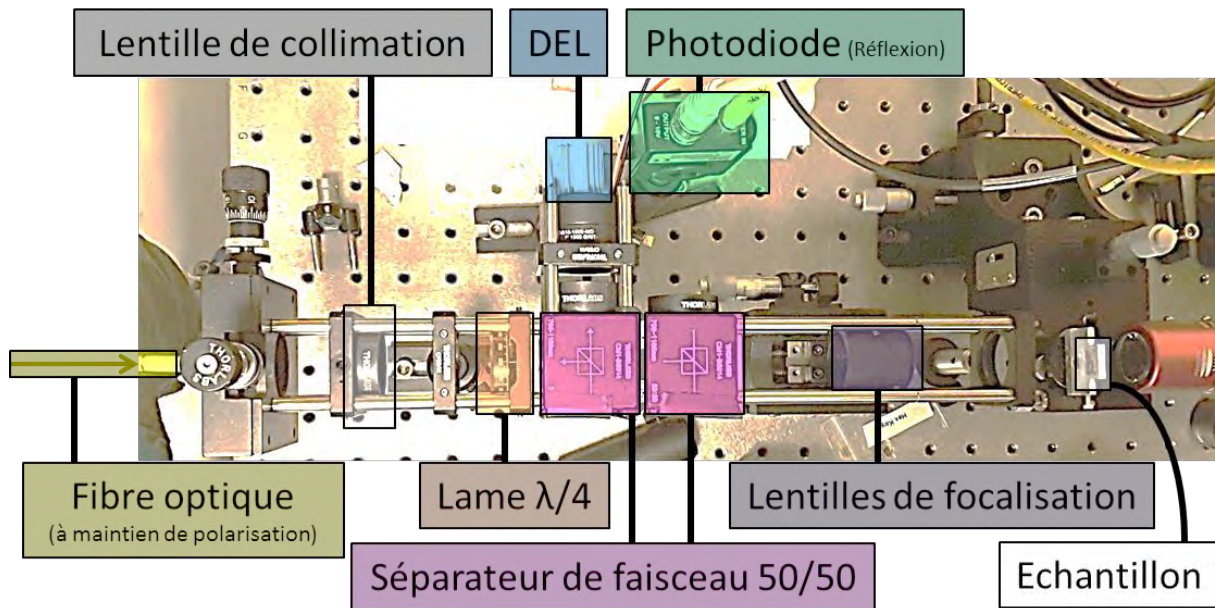


Figure 96 : Photographie illustrant la partie du banc de test en amont de l'échantillon.

L'échantillon comportant les filtres est quant à lui collé au niveau des bords sur un support (Figure 97). Ce dernier est fixé sur une platine mobile permettant de régler finement les angles d'incidence ainsi que la position du filtre selon les trois directions XYZ par rapport au « waist » du faisceau.

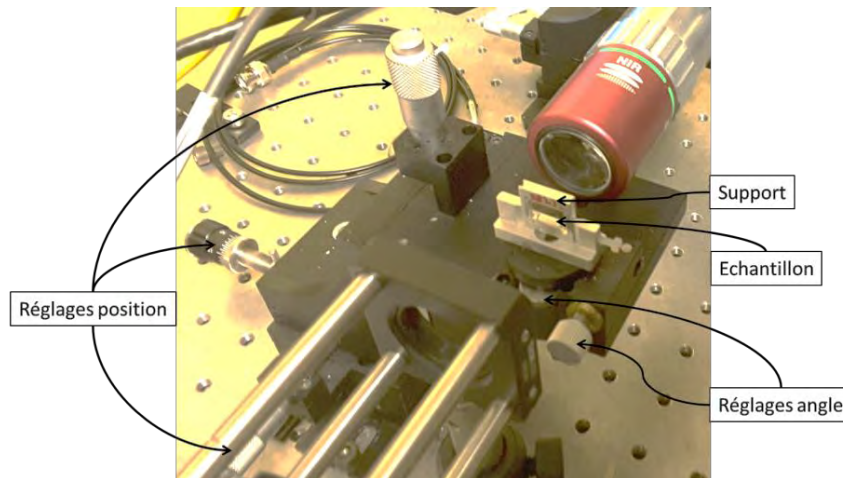


Figure 97 : Photographie montrant l'échantillon collé sur son support, lui-même fixé sur un système de plateformes permettant de régler sa position par rapport au faisceau incident.

Afin de régler directement la taille faisceau incident et de placer correctement l'échantillon sur le chemin du faisceau, un dispositif incluant une diode électroluminescente (DEL) et une caméra CCD a été monté sur le banc (Figure 98). La diode éclaire le filtre en amont via un séparateur de faisceau (Figure 96) et la caméra capte la lumière transmise en aval permettant d'observer en filigrane la surface structurée de l'échantillon ainsi que le faisceau laser pointé sur l'échantillon. Une interface LabView permet la visualisation en temps réel de ces éléments ce qui facilite grandement les réglages. Ainsi, ce dispositif permet, premièrement, d'optimiser la taille et la focalisation du faisceau incident et, deuxièmement, d'ajuster le positionnement de l'échantillon afin que le faisceau pointe sur le réseau central du CRIGF ciblé.

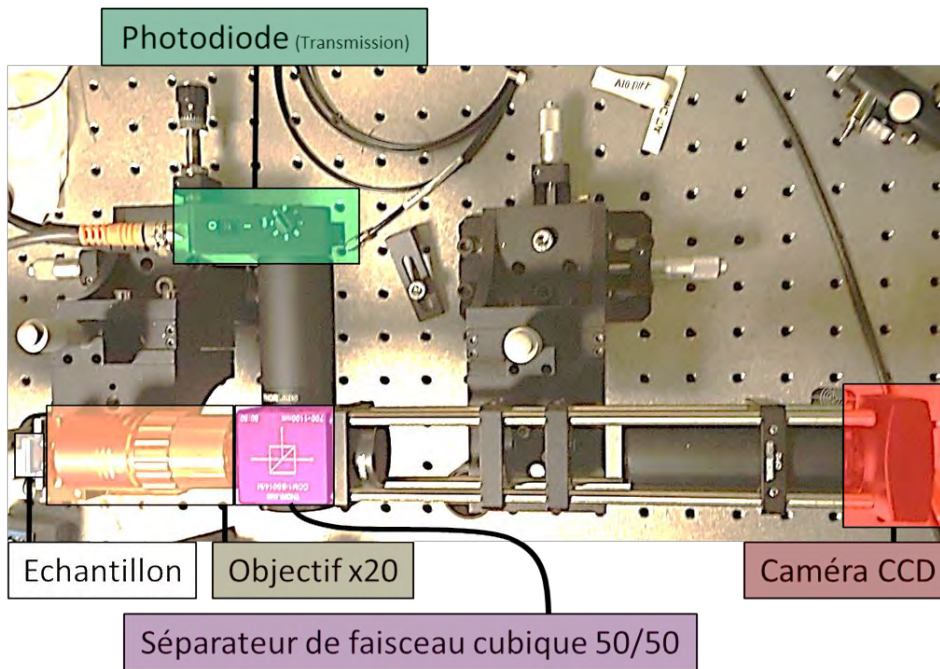


Figure 98 : Photographie représentant la partie du banc de test en aval de l'échantillon.

#### 4.1.c Acquisition des mesures

Les signaux réfléchis et transmis ( $S_{\text{Réch}}$  et  $S_{\text{Téch}}$ ) sont collectés par deux photodiodes. Les données sont acquises et transférées par une carte d'acquisition afin d'être traitées ensuite par un programme LabView. Les mesures sont effectuées en balayage continu (820-880 nm à 500 nm/s) afin d'avoir les courbes de réflectivité et de transmission en temps réel et de pouvoir si nécessaire finaliser les derniers ajustements sur la position du filtre ou la taille du faisceau sur le CRIGF.

Nous avons décidé de sauvegarder les courbes de réflectivité et de transmission sur une moyenne de 50 acquisitions de 3000 points chacune. C'est le meilleur compromis que nous avons trouvé entre le temps d'acquisition, la résolution de la mesure et les incertitudes sur la répétabilité de la mesure.

Néanmoins, pour obtenir les valeurs exactes de la réflectivité et de la transmission ( $R_{\text{éch}}$  et  $T_{\text{éch}}$ ) il est nécessaire de normaliser les signaux acquis. Pour cela, plusieurs grandeurs sont à mesurer :

- les signaux de référence pour la réflectivité et la transmission ( $S_{\text{Rref}}$  et  $S_{\text{Tref}}$ ), c'est-à-dire lorsque le laser n'est pas filtré. Pour la réflectivité, on utilise un miroir d'or ( $R_{\text{or}} \approx 0,98$ ). On le positionne sur le support de l'échantillon. Pour la transmission, on ne met aucun élément sur le support.
- Les signaux de bruits environnementaux ( $S_{\text{RO}}$  et  $S_{\text{TO}}$ ), ils regroupent les bruits relatifs aux photodiodes et à ceux extérieurs au banc. Pour la réflectivité, une mousse noire faisant office de cache est placée sur le support de l'échantillon afin qu'aucun rayon ne soit réfléchi vers la photodiode dédiée à la mesure de la réflectivité. Pour la transmission, le miroir d'or est fixé sur le support afin que le faisceau soit entièrement réfléchi et n'atteigne pas la photodiode de la transmission.

Au final, pour normaliser les signaux acquis, il est nécessaire de le diviser par le signal de référence tout en les ayant soustraits dans un premier temps au signal relatif au bruit. Soit :

Équation 1 
$$R_{éch} = \frac{S_{Réch} - S_{R0}}{(S_{Rref} - S_{R0}) * R_{Or}}$$

Équation 2 
$$T_{éch} = \frac{S_{Téch} - S_{T0}}{(S_{Tref} - S_{T0})}$$

#### 4.2 Influence de la période ( $\Lambda_{GC}$ )

Trois périodes différentes ont été utilisées sur les CRIGFs fabriqués ( $\Lambda_{GC} = [524, 534 \text{ et } 544] \text{ nm}$ ). La figure 99 montre les courbes de réflectivité et de transmission pour ces trois périodes pour un même taux de remplissage du GC et une même zone d'adaptation de phase.

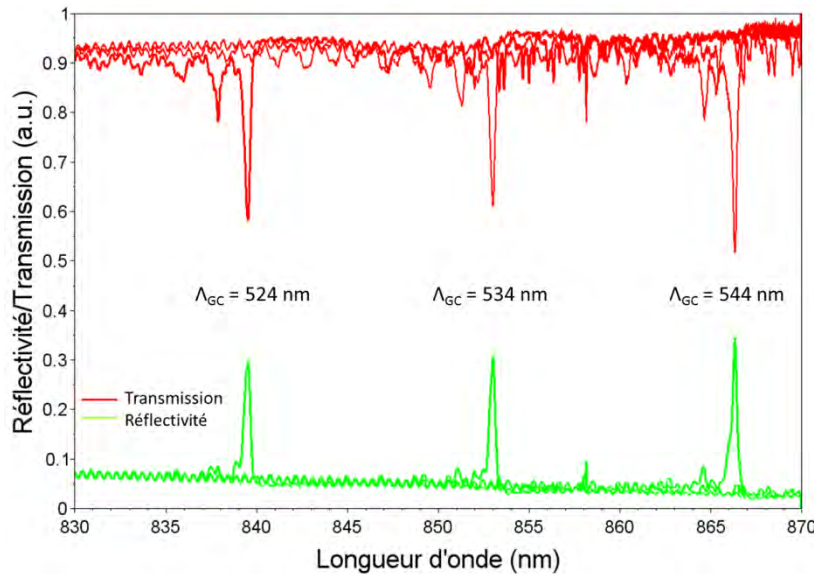


Figure 99 : Courbes de réflectivité (vertes) et de transmission (rouges) des CRIGFs NIR selon la période du réseau résonant ( $\Lambda_{GC}$ ).  $\phi_{GC} = 0,46$  et  $PS = 1,00$ .

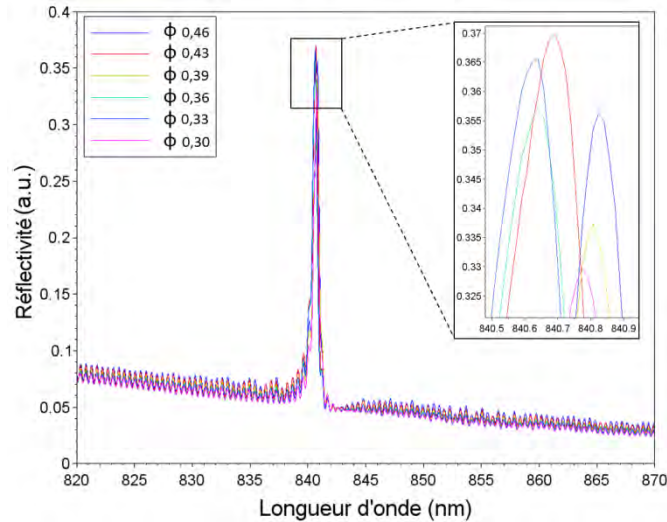
$\Lambda_{GC}$ (nm)	524	534	544
$\lambda_{Rmax}$ (nm)	839,5	853,0	866,3
$n_{eff}$	1,60	1,60	1,59
$R_{max}$	0,296	0,309	0,345
FHWM ( $R_{max}$ ) (nm)	0,40	0,35	0,28
Q ( $R_{max}$ )	2099	2437	3094
$\lambda_{Tmin}$	839,5	853,0	866,3
$T_{min}$	0,581	0,609	0,516

Tableau 14 : Tableau récapitulant les caractéristiques des pics de résonance.  $\phi_{GC} = 0,46$  et  $PS = 1,00$ .

Les résultats obtenus montrent des pics de réflectivité autour de la longueur d'onde visée, 850 nm. Les indices effectifs calculés varient peu (Tableau 14), on peut donc affirmer que l'accordabilité reste constante pour la gamme de longueur d'onde mise en jeu. Elle est estimée à 1,60 nm/nm de période. La largeur spectrale à mi-hauteur (FWHM) est très petite, en dessous de 400 pm ce qui permet d'obtenir des facteurs de qualité de plus de 3000. Cette finesse s'explique par la faible profondeur des réseaux qui induit ainsi des coefficients de couplage faibles [10]. La réflectivité est relativement faible puisqu'elle ne dépasse pas 35%. Cela s'explique par la faible profondeur des DBRs qui limite leur réflectivité. Cela induit des pertes dans la cavité Fabry-Pérot du CRIGF et limite par conséquent la réflectivité totale du CRIGF.

### 4.3 Influence du taux de remplissage ( $\Phi_{GC}$ )

Sur un même échantillon, plusieurs CRIGFs ont été fabriqués dans le but de comparer leurs performances en fonction du taux de remplissage de leur réseau central ( $\Phi_{GC}$ ). La figure 100 et le tableau 15 illustrent les résultats obtenus pour des CRIGFs avec pour période centrale  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et avec à une longueur de zone de déphasage de  $0,60 \times \Lambda_{GC}$ . On peut observer que les écarts entre les différents pics semblent négligeables et que les variations du taux de remplissage n'ont pas d'influences notables sur la largeur spectrale des pics de résonance.

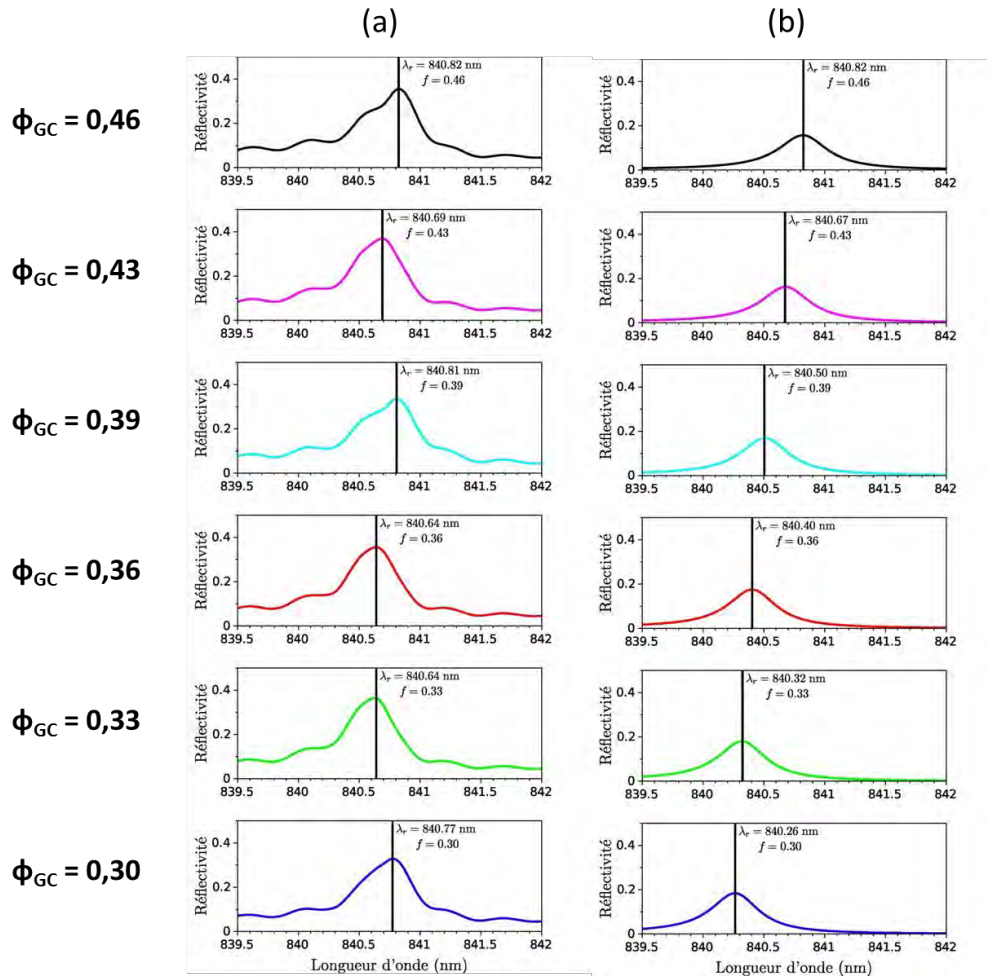


**Figure 100** : Courbes de réflectivité des CRIGFs NIR première génération selon le taux de remplissage des réseaux résonants ( $\Phi_{GC}$ ).  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et PS = 0,60.

$\Phi_{GC}$	0,3	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46
$\lambda_{Rmax}$ (nm)	840,8	840,6	840,6	840,8	840,7	840,8
$n_{eff}$	1,60	1,60	1,60	1,60	1,60	1,60
$R_{max}$	0,330	0,366	0,357	0,337	0,370	0,356
FHWM (nm)	0,5	0,46	0,54	0,47	0,49	0,52
Q	1682	1827	1557	1789	1716	1617

**Tableau 15** : Tableau récapitulant les caractéristiques des pics de résonance expérimentaux de la figure 101.  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et PS = 0,60.

Pourtant, la simulation de ces structures par la méthode des modes couplés prévoit des variations faibles mais cependant notables (Figure 101b). Cette simulation a été faite à partir d'un modèle basé sur des modes couplés mis au point lors d'une thèse menée au sein de l'équipe en parallèle de la mienne [10]. Il est ainsi attendu une diminution de la longueur d'onde de résonance lorsque le taux de remplissage augmente. Nous n'observons pas cette évolution sur nos mesures expérimentales (Figure 101a) car ces variations sont trop faibles, l'incertitude sur la longueur d'onde de résonance est trop grande sur nos mesures. Cela peut-être dû à la modulation de type Fabry-Perot liée aux réflexions sur les faces supérieure et inférieure du substrat. Elle complique l'extraction de la position du pic de résonance. Cela peut aussi être dû à l'inhomogénéité des couches qui fait varier localement l'indice effectif ( $n_{eff}$ ) et donc décale la résonance du CRIGF.



**Figure 101 :** Courbes de réflectivité (a) expérimentales et (b) modélisées par la méthode des modes couplés [10] des CRIGFs NIR première génération selon le taux de remplissage des réseaux résonants. Les réflectivités des modélisations sont arbitraires. ( $\phi_{GC}$ ).  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et  $PS = 0,60$ .

#### 4.4 Influence de la zone d'adaptation de phase

La zone d'adaptation de phase a pour but d'ajuster la résonance du réseau central sur la résonance de la cavité Fabry-Perot créée par les réflecteurs de Bragg. Une mauvaise adaptation de la phase peut entraîner une résonance du GC hors de la cavité ou bien l'apparition de plusieurs pics de résonance. La figure 102a montre les réponses expérimentales obtenues pour différents filtres CRIGFs se différenciant seulement par leur zone d'adaptation de phase. On peut observer que la meilleure réflectivité est obtenue pour une longueur de zone d'adaptation de phase de  $L_{PS} = 0,6 \times \Lambda_{GC}$  (Tableau 16) alors que pour une longueur de  $L_{PS} = 0,9 \times \Lambda_{GC}$ , aucun pic n'est présent. La figure 102b est une simulation des réponses spectrales de CRIGFs reprenant les mêmes paramètres de ceux caractérisés sur la figure 102a. On peut voir que nos résultats expérimentaux sont en bon accord avec la simulation. La principale différence se situe au niveau de la réflectivité du pic qui est notablement plus faible dans les mesures expérimentales. Cependant, la réflectivité absolue fournie par les simulations est ici arbitraire et peut totalement expliquer cette différence.

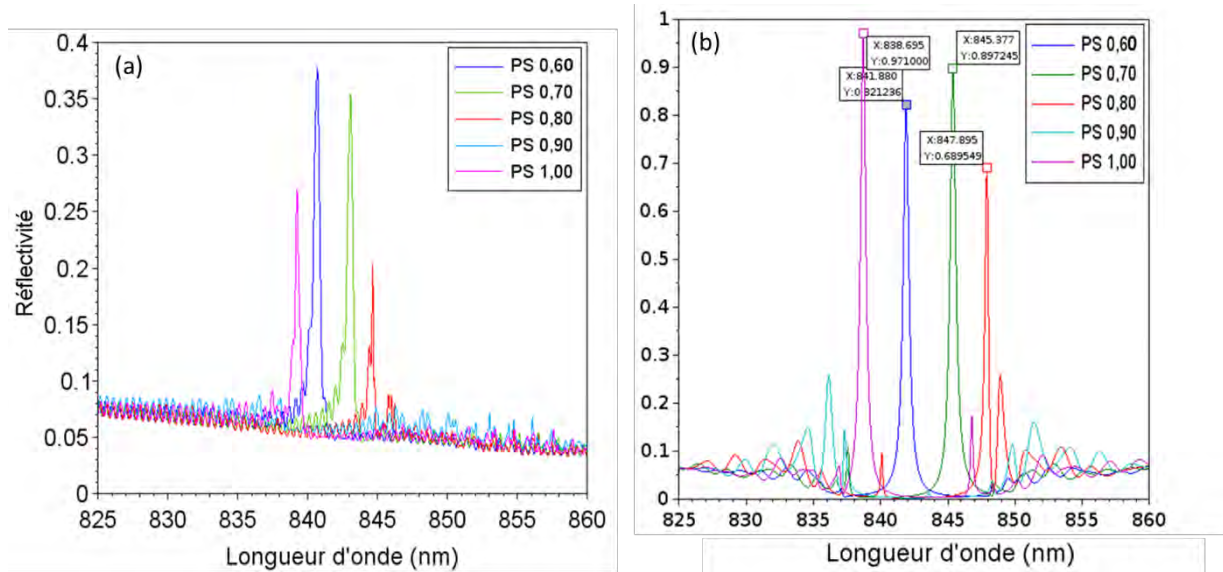


Figure 102 : Courbes (a) expérimentales et (b) théoriques des réponses des CRIGFs NIR en fonction de la longueur de la zone d'adaptation de phase (en unité de  $\Lambda_{GC}$ ).  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et  $\phi_{GC} = 0,43$ .

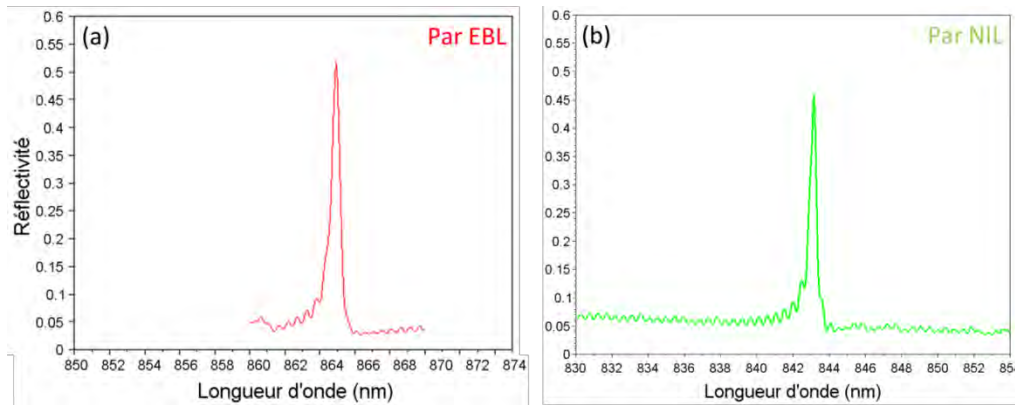
PS	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
$\lambda_{Rmax}$ (nm)	840,7	843,1	844,6		839,2
$n_{eff}$	1,60	1,61	1,61		1,60
$R_{max}$	0,377	0,354	0,203		0,27
FHWM (nm)	0,33	0,49	0,13		0,377
Q	2548	1721	6497		2226

Tableau 16 : Récapitulatif des caractéristiques des pics de résonance expérimentaux.  $\Lambda_{GC} = 524$  nm et  $\phi_{GC} = 0,43$ .

#### 4.5 Validation du nouveau procédé de fabrication

La figure 103 compare les spectres de réflectivité obtenus par des CRIGFs, l'un fabriqué directement par lithographie électronique lors de la thèse de Xavier Buet [5] (a), l'autre conçu par le procédé de fabrication par NIL développé durant cette thèse. Les deux pics arborent peu ou prou les mêmes performances que ce soit pour la réflectivité maximale, la largeur spectrale à mi-hauteur ou la réflectivité de la ligne de base. Ces graphiques démontrent que le procédé de fabrication NIL mis en place permet de développer des filtres CRIGFs de performances égales à ceux fabriqués précédemment par lithographie électronique.

## Conclusion sur le chapitre



**Figure 103 :** Courbes de réflectivité de CRIGF obtenu par (a) lithographie électronique (EBL) ( $\Lambda_{GC} = 532$  nm) et par (b) lithographie par nanoimpression (M5\_Z3\_1 :  $\Lambda_{GC} = 524$  nm, PS = 0,7 et  $\phi_{GC} = 0,39$ ).

Cependant, le procédé de fabrication par NIL obtient un meilleur rendement que le procédé par lithographie électronique. En effet, l'étape critique de la fabrication des CRIGFs réside dans la formation des motifs nanométriques par lithographie électronique. Pour le procédé NIL, il se situe en début de procédé lorsque le moule mère est fabriqué. Les étapes qui suivent consistent alors seulement à transférer les motifs élaborés précédemment, du moule mère à l'échantillon final. Ainsi, une fois le moule mère réalisé et les limites du procédé connues (nanoimpression et gravures), le procédé NIL permet de fabriquer de nombreux échantillons avec un faible taux d'échec. Contrairement au procédé EBL, où la constitution des motifs nanométriques s'effectue à la fin du procédé sur un substrat fonctionnel constitué de multicouches de matériaux peu adapté à la lithographie électronique. Le masque doit être adapté à chaque substrat rendant ainsi plus complexe la préparation et les réglages préliminaires de la lithographie. Ces difficultés augmentent de facto les probabilités d'échec et de décote de la lithographie. Ces défauts peuvent ainsi engendrer la nécessité de réaliser un nouveau substrat avec de nouvelles couches à déposer et potentiellement d'un nouveau masque à coder. Tous ces aspects limitent le rendement final du procédé EBL.

## 5. Conclusion sur le chapitre

Nous avons mis en place un procédé de fabrication des filtres CRIGFs qui s'appuie sur la technologie de lithographie par nanoimpression. Il repose sur quatre grandes étapes : l'élaboration d'un moule dur par lithographie électronique, la réplique de ses motifs dans un moule intermédiaire souple par TNIL puis leur transfert dans un masque de résine par UVNIL et finalement la structuration de l'échantillon en silice par gravure ICP-RIE à travers le masque de résine. Ces différentes techniques ont répondu aux exigences des CRIGFs en termes de résolution et de facteur de forme, ce qui a permis de réaliser de nombreux filtres avec des performances optiques comparables à celles des CRIGFs élaborés à partir des procédés basés uniquement sur la lithographie électronique (réflectivité, largeur à mi-hauteur...).

Cependant, le procédé NIL présente de nombreux avantages par rapport au procédé EBL. Premièrement, le rendement du procédé NIL est plus important que celui des procédés traditionnels. Cet atout facilite les études comparatives pour l'évaluation de l'influence d'un paramètre ou pour l'élaboration d'un nouveau composant. D'ailleurs, la conception et l'étude d'un CRIGF à gradient de période, le GCRIGF [Voir 0 section 3] a été rendu possible grâce à ce procédé. Précédemment, des essais avaient été effectués mais les nombreuses contraintes de la lithographie électronique sur substrat isolant ne permettaient pas d'obtenir des composants fiables ou fidèles aux modèles codés



pour le masque. L'apport de la NIL a permis de réaliser un grand panel de ces composants rendant possible l'exploration de leurs capacités et de leurs limites.

Deuxièmement, la technologie NIL ne dépend pas des caractéristiques électriques de l'échantillon mis en jeu puisque son action est mécanique. Cette particularité permet de tester de nouvelles possibilités pour la conception des CRIGFs autrefois inaccessibles par lithographie électronique. Par exemple, de nouveaux matériaux peuvent être utilisés pour la fabrication des filtres permettant d'explorer de nouvelles gammes de longueur d'onde de travail.

La principale limite du procédé de fabrication par NIL des CRIGFs NIR est l'épaisseur des réseaux (90 nm de profondeur maximale). Ces faibles profondeurs impliquent de faibles coefficients de couplage au niveau des réseaux GCs et DBRs. Il en résulte une réflectivité maximale limitée (45%), une faible largeur spectrale (400 pm) et une plage spectrale de la cavité Fabry-Perot étroite (DBRs peu efficaces). Ainsi, la marge d'ajustement de la résonance des réseaux GCs par rapport à la cavité est petite et nécessite une grande précision dans les paramètres géométriques des filtres CRIGFs (zone d'adaptation de phase). Comme nous n'arrivons pas à graver plus profondément dans la silice, nous avons décidé de nous pencher sur de nouvelles configurations de CRIGFs en profitant de la stabilité et du caractère générique en matériau de la technologie NIL. Nous espérons ainsi fabriquer des filtres avec une meilleure réflectivité et une plus grande tolérance vis-à-vis de l'ajustement de la résonance du réseau central en élargissant la plage de fonctionnement des réseaux DBRs et de la cavité Fabry-Perot.

Ainsi, dans le chapitre suivant, nous allons présenter le développement de nouvelles configurations pour les CRIGFs NIR. Elles s'appuieront sur la structuration des réseaux dans un nouveau matériau. Cette nouvelle génération de filtres aura pour but d'accroître les performances des CRIGFs dans le proche infrarouge tout en s'affranchissant des limites de profondeur de gravure imposées par le procédé NIL. De même, grâce à l'aspect générique en matériau de la NIL, des CRIGFs fonctionnels dans le moyen infrarouge ont été expérimentés.



# Chapitre 4 SNIL : un procédé générique pour les CRIGFs

La réalisation des premiers CRIGFs nous a prouvé la compatibilité de la technologie NIL avec les exigences du composant en termes de résolution et de rendement. De nombreux filtres opérationnels ont été réalisés par le biais du procédé mis en place. Leurs performances sont même comparables à ceux fabriqués par le procédé habituel par lithographie électronique.

La technologie NIL étant insensible au matériau de l'échantillon, nous pouvons explorer des voies auparavant difficilement accessibles par la lithographie électronique. Cette flexibilité sera utilisée dans ce chapitre afin de modifier la configuration de nos CRIGFs dans le but d'accroître leurs performances et d'explorer une nouvelle gamme spectrale. Aussi, une nouvelle architecture de CRIGFs peut à présent être testée grâce au rendement et à la reproductibilité de la NIL. Il s'agit du CRIGF à gradient de période, le GCRIGF [Voir la section 3 de ce chapitre].

## 1. CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

Le principal point faible des CRIGFs obtenus en structurant la couche de silice (génération précédente) est la valeur maximale de la réflectivité du pic de résonance qui est en deçà de nos espérances. Un moyen simple d'améliorer cette caractéristique est de graver plus profondément les réseaux du filtre. Or, dans l'état actuel, notre procédé technologique nous limite à des profondeurs dans la silice ne dépassant pas les 100 nm [Voir chapitre 1 section 2.6.b]. Cette solution n'est donc pas envisageable. Un autre moyen serait de rapprocher le réseau du guide d'onde qui induirait, à profondeur identique, une plus grande perturbation du mode guidé et donc une plus grande efficacité du réseau par rapport à la configuration initiale.

L'idée est donc de graver directement les réseaux dans le guide d'onde de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puis de les recouvrir d'une couche de SiO<sub>2</sub> afin de créer un antireflet. Cependant, il est nécessaire de s'assurer que cette nouvelle configuration fonctionne et soit réellement efficace. C'est pourquoi une méthodologie de conception a été mise en place pour optimiser les différentes caractéristiques des éléments du CRIGFs (le guide d'onde, les réseaux, le système antireflet...) en tenant compte des limites imposées par le procédé technologique mis en place.

### 1.1 Conception des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

La conception commence par la modélisation de la nouvelle structure CRIGF. Comme dit précédemment, le guide d'onde de nitrure est gravé. Puis, il est recouvert par une couche de silice pour obtenir un antireflet de meilleure qualité. La morphologie exacte de la silice obtenue après recouvrement est inconnue. Les deux cas présentés dans la figure 104 sont possibles en fonction des rapports de forme de gravure. Dans le cas d'un dépôt anisotrope (b), le coefficient de couplage du réseau sera plus grand que dans le cas d'un dépôt isotrope permettant d'aller vers une planarisation des couches (a). Nous avons effectué notre conception en nous basant sur l'hypothèse (a), plus simple à modéliser.



**Figure 104 :** Morphologies potentielles après recouvrement du réseau de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (rouge) par de la silice (couche verte). (a) Recouvrement uniforme et (b) recouvrement avec interstices.

Nos critères d'optimisation ont été sélectionnés afin d'obtenir les meilleures performances tout en gardant des caractéristiques réalisables au vu des limites de notre procédé :

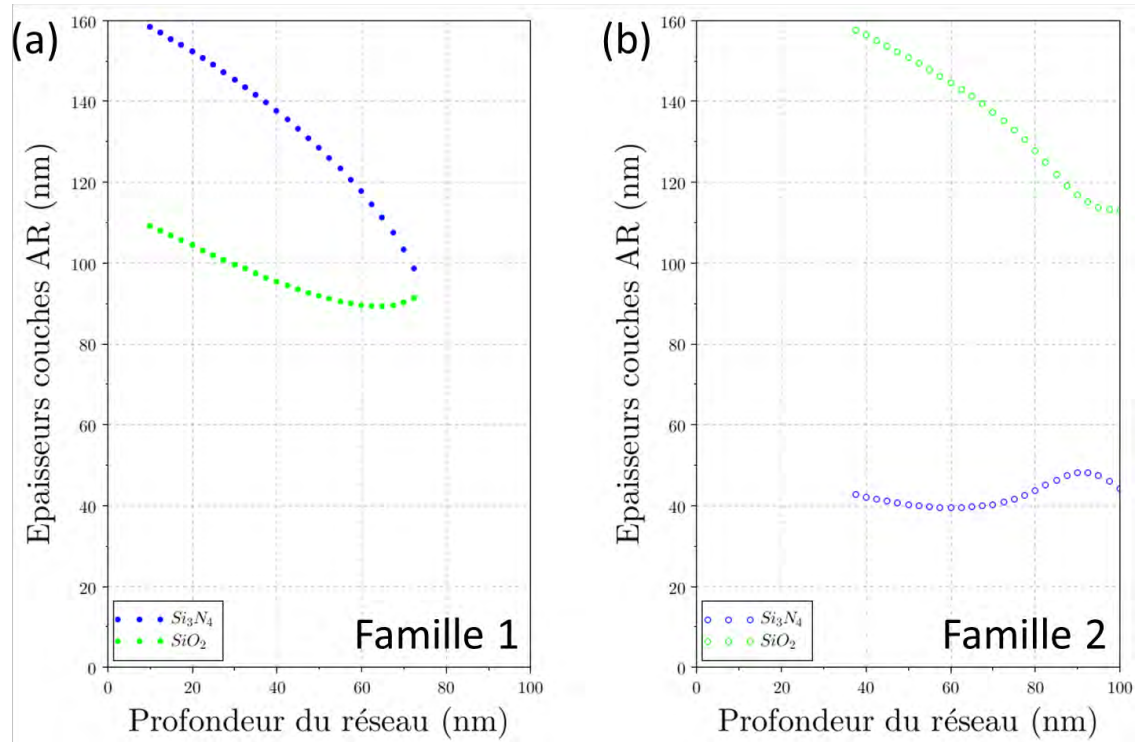
- Une réflectivité minimale (en dessous de  $10^{-5}$ ) à la longueur d'onde de résonance pour l'empilement moyen (sans réseau),
- Des coefficients de couplage contra-propagatif dans les DBRs élevés, autour de  $\kappa_{\text{DBR}} \approx 2500 \text{ cm}^{-1}$  comme pour les échantillons réalisés par lithographie électronique lors de la thèse de Xavier Buet [5],
- Une épaisseur de couche réseau ( $e_{\text{grav}}$ ), équivalente à la profondeur gravée, convenable et compatible avec les technologies de nanoimpression [Voir chapitre 1 section 2.6.b]. Une plage entre 40 et 100 nm semble être un bon intervalle cible.
- Des épaisseurs de couches de SiO<sub>2</sub> et de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ( $e_{\text{SiO}_2}$  et  $e_{\text{Si}_3\text{N}_4} = e_{\text{grav}} + e_{\text{guide}}$ ) réalisables, autour de 100 nm pour le Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Des dépôts de faibles épaisseurs sont peu répétables par PECVD et on évite des épaisseurs trop grandes qui sont longues et couteuses à déposer.

La conception des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> s'est effectuée en trois étapes. La première consistait à optimiser les épaisseurs des couches composant le filtre ainsi que la profondeur à graver dans le guide d'onde. Puis, le taux de remplissage optimum du réseau central a été déterminé à travers l'étude de son coefficient de couplage ( $\kappa_{\text{CC}}$ ). Et finalement, la longueur de la zone d'adaptation de phase a été optimisée.

### 1.1.a Minimisation de la réflectivité de l'empilement moyen

La première étape de conception vise à optimiser la réflectivité hors-résonance du filtre. Pour cela, nous fixons une épaisseur de couche réseau, correspondant à une cible de gravure réalisable technologiquement. Pour cette optimisation, nous considérons cette couche comme une couche homogénéisée (empilement moyen) en considérant un facteur de remplissage de 50%. Nous optimisons ensuite simultanément les épaisseurs des couches de nitrure servant de guide d'onde et la couche de silice supérieure de l'empilement (Figure 104a) afin de minimiser la réflectivité de cet empilement moyen à la longueur d'onde de fonctionnement du CRIGF (850 nm). Cette optimisation est réalisée numériquement en utilisant des routines d'optimisation du logiciel Scilab et des calculs de type matrice de transfert pour calculer la réflectivité de l'empilement. La fonction de coût que l'on minimise est la somme des réflectivités calculées en 11 points entre 800 et 900 nm.

La figure 105 montre les solutions obtenues. Nous observons l'existence de deux familles de solutions permettant de minimiser la réflectivité de l'empilement. Une première famille (à gauche) comporte un guide d'onde en Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> d'un peu plus de 100 nm d'épaisseur, et est très semblable aux conceptions réalisées durant la thèse de Xavier Buet. Une seconde famille, à droite, utilise des couches de guide d'onde de très faible épaisseur. Cette dernière peut ne pas être suffisante pour confiner correctement le mode dans le guide et engendrer des pertes.



**Figure 105 :** Epaisseurs optimisées de la couche de silice et du guide d'onde en nitrure de silicium pour une couche réseau d'épaisseur donnée ( $e_{grav}$ ). **(a)** Groupe de solutions obtenues avec une borne d'épaisseur minimale de nitrure de 80 nm (les solutions avec l'épaisseur égale à la borne ne sont pas représentées). **(b)** Solutions obtenues sans cette borne minimale d'épaisseur.

Pour ces deux familles, nous avons tracé les spectres de réflectivité de l'empilement. Ceux-ci sont présentés sur la figure 106. Dans les deux cas, ces spectres présentent des réflectivités très faibles sur la plage d'intérêt. Cependant la première famille de solutions semble présenter des solutions de plus faibles réflectivités.

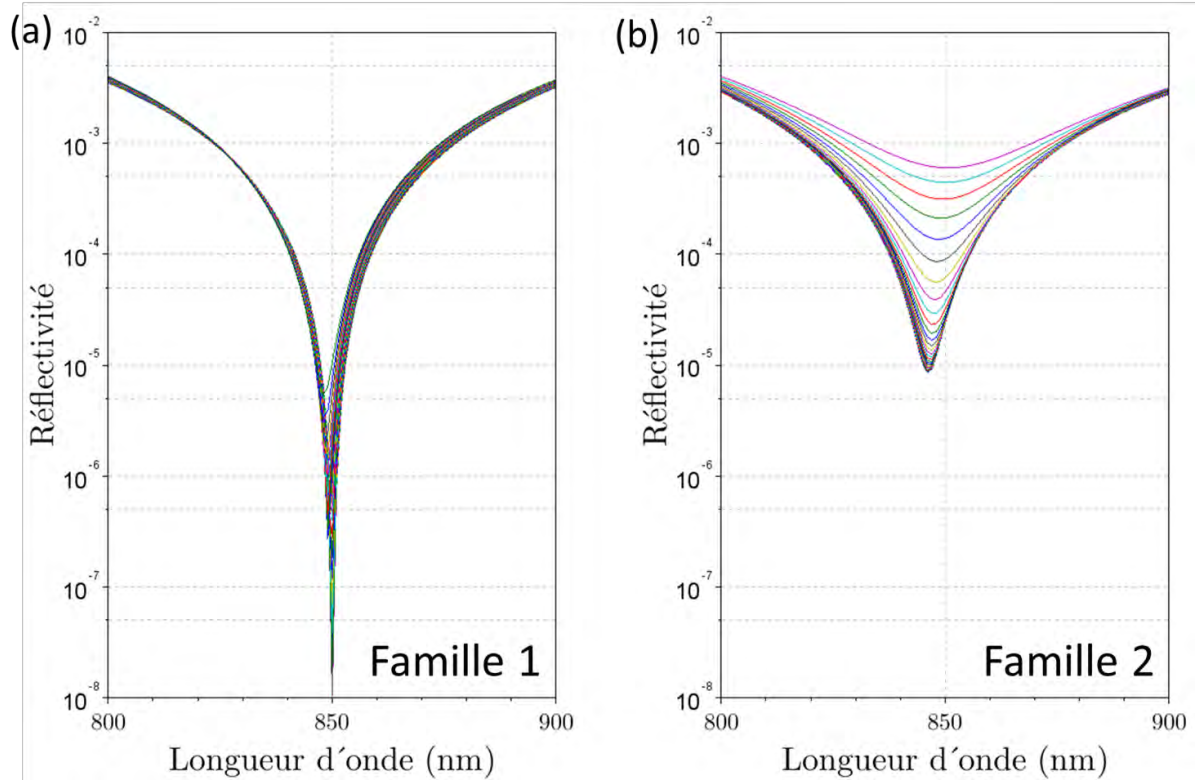
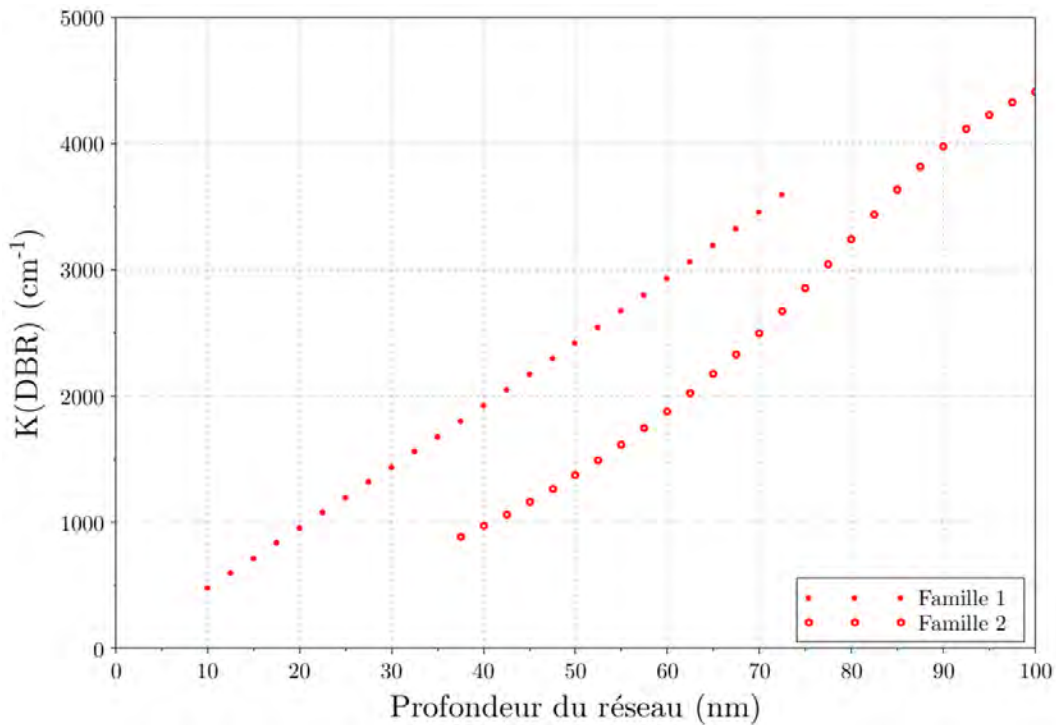


Figure 106 : Spectres de réflectivité des empilements moyens (a) de la famille 1 et (b) de la famille 2.

Un dernier critère permettant de choisir entre les deux familles de solution est celui de la force de contre-réaction obtenue dans les zones DBR. Nous avons calculé celle-ci pour chaque famille de solution. Les résultats sont présentés dans la figure 107.



**Figure 107 :** Coefficient de couplage dans les zones DBR ( $K_{DBR}$ ) pour les deux familles de solution en fonction de l'épaisseur de la couche réseau.

On constate sur cette figure que, pour une épaisseur de couche réseau donnée, le coefficient de contre-réaction de la première famille de solutions est bien plus grand que celui de la seconde. Nous avons donc choisi de travailler avec la première de ces deux familles, afin de maximiser l'efficacité des réflecteurs DBRs.

Plus précisément, nous avons choisi de viser une profondeur de réseau de  $55 \pm 5$  nm qui semble accessible pour notre procédé et qui implique des épaisseurs de couches raisonnables et des paramètres optiques dans les créniaux ciblés initialement : une réflectivité maximale autour de  $10^{-6,5}$  et un coefficient de couplage  $K_{DBR} = [2400 : 2900] \text{ cm}^{-1}$ .

Le tableau 17 récapitule les différents éléments optimisés de la solution envisagée pour la conception des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

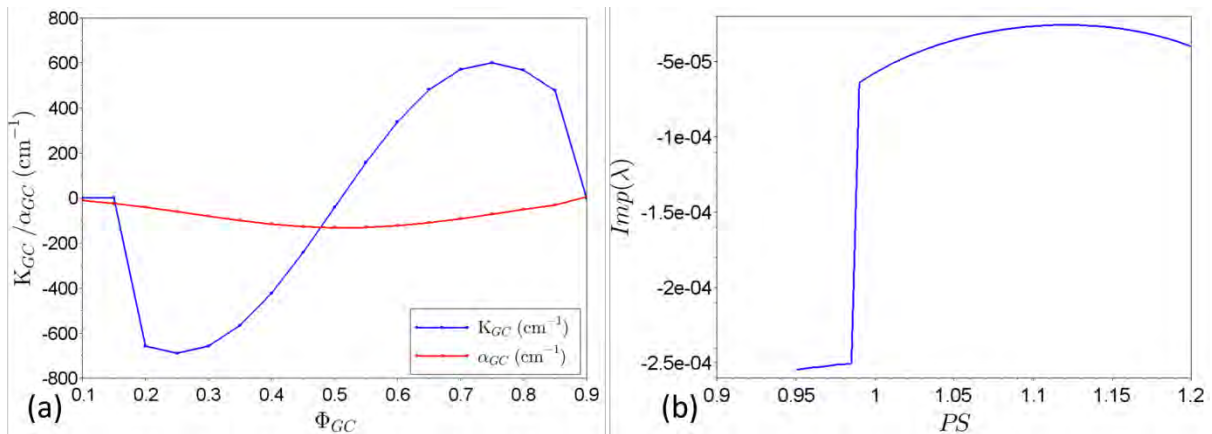
	Minimum	Cible	Maximum
$e_{\text{grav}}$ (nm)	50	55	60
$e_{\text{guide}}$ (nm)	118	124	130
$e_{\text{Si}_3\text{N}_4}$ (nm)	168	179	190
$e_{\text{SiO}_2}$ (nm)	90	92	93
$n_{\text{effDBR}}$	1,598	1,602	1,607
$K_{DBR}$ (cm <sup>-1</sup> )	2400	2650	2900
Réflectivité	$\approx 10^{-6,5}$		

**Tableau 17 :** Paramètres optimisés pour la conception des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> NIR nouvelle génération. Nous avons choisi une valeur cible pour la profondeur à graver en prenant une marge d'incertitude de 5  $\mu\text{m}$  vis-à-vis du procédé NIL.

### 1.1.b Evaluation des taux de remplissage

Maintenant que nous connaissons les paramètres géométriques et optiques de l'empilement des couches des CRIGFs, nous pouvons nous concentrer sur les caractéristiques géométriques des réseaux. Nous savons d'ores et déjà que le taux de remplissage des DBRs doit être égal à  $\phi_{DBR} = 0,5$ . Pour connaître celui du réseau central, il est nécessaire d'étudier les coefficients de couplage

d'extraction et de rétroaction du GC (respectivement  $\alpha_{GC}$  et  $\kappa_{GC}$ ). Un bon compromis a été trouvé avec un taux de remplissage égal à  $\phi_{GC} = 0,20$  (Figure 108a  $\alpha_{GC} = 40 \text{ cm}^{-1}$  et  $\kappa_{GC} = -700 \text{ cm}^{-1}$ ).

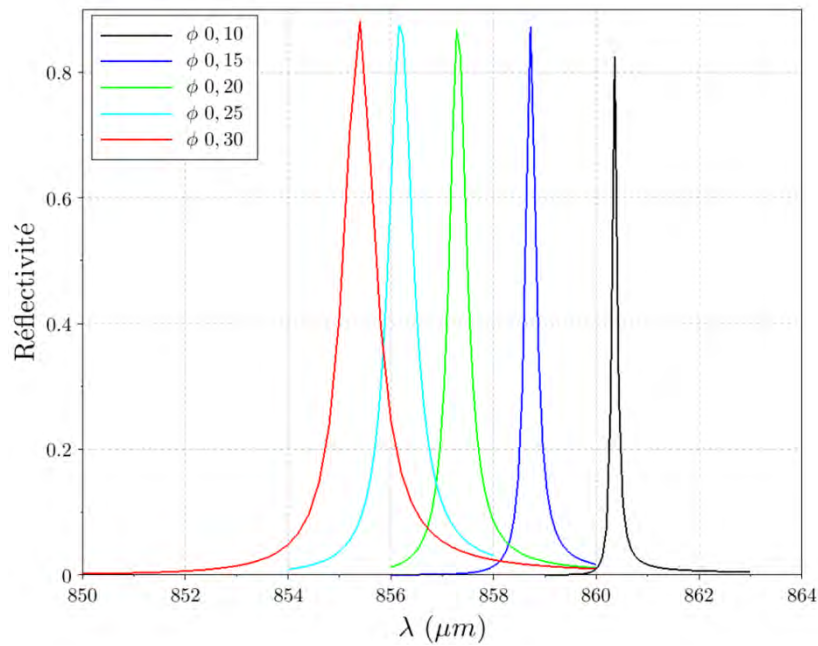


**Figure 108 :** (a) Courbes des coefficients de couplage du réseau central ( $\alpha_{GC}$  et  $\kappa_{GC}$ ) en fonction du taux de remplissage du GC. (b) Evolution de la partie imaginaire des pôles de la longueur d'onde de la matrice de diffusion pour  $\phi_{GC} = 0,20$  selon la zone d'adaptation de phase.

Avec la détermination de ces coefficients, la zone d'adaptation de phase optimale peut être maintenant estimée. Pour cela, nous utilisons la méthode des modes couplés développée au sein de notre équipe [10]. Avec celle-ci, pour chaque valeur de zone d'adaptation de phase, nous évaluons la partie imaginaire de la longueur d'onde du mode propre d'intérêt. Nous considérons ensuite que la réflectivité la plus étroite spectralement, donc de  $Im(\lambda)$  la plus faible, est celle qui présentera la meilleure réflectivité (Figure 108b). Ainsi, les meilleurs résultats sont obtenus pour des longueurs des zones d'adaptation de phase entre  $1,00 \times \lambda_{GC}$  et  $1,2 \times \lambda_{GC}$  avec une valeur optimale à  $1,125 \times \lambda_{GC}$  (modulo  $0,5 \times \lambda_{GC}$ ). Ces résultats sont en très bon accord avec les résultats obtenus précédemment lors de la thèse de X. Buet.

Pour finir, des simulations ont été faites pour évaluer le filtrage spectral de ces nouveaux CRIGFs. Avec un faisceau incident et un système antireflet adapté, nous obtenons des performances comparables à la configuration précédente. Les réflectivités théoriques atteignent 90% et nous pouvons espérer avoir une largeur spectrale en dessous du nanomètre si nous réussissons à obtenir des taux de remplissage aux alentours de 0,20 pour le réseau central. La figure 109 présente ainsi les spectres théoriques de réflectivité de cette nouvelle génération de CRIGF.





**Figure 109 :** Spectres théoriques calculés par RCWA de CRIGFs utilisant les empilements choisis pour plusieurs taux de remplissages de GC. Les simulations utilisent des réflecteurs de Bragg de 200 périodes avec un facteur de remplissage de 50%.

### 1.1.c Conclusion

Les différentes simulations et optimisations des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nous ont permis de sélectionner les différentes valeurs des paramètres des CRIGFs pour l'élaboration du dessin d'insolation pour la lithographie électronique. Nous avons aussi pris en compte les décotes observées lors de la fabrication des premiers CRIGFs. La figure 110 présente la répartition des CRIGFs sur le masque d'insolation :

- trois différentes valeurs pour la zone d'adaptation de phase PS = [1,00 ; 1,125 ; 1,20],
- cinq taux de remplissage pour le réseau central GC  $\phi_{GC} = [0,05 ; 0,10 ; 0,15 ; 0,20 ; 0,25]$ ,
- un seul taux de remplissage pour les réflecteurs de Bragg  $\phi_{DBRC} = 0,39$  codé pour atteindre 0,50,
- huit périodes pour le réseau central  $\Lambda_{GC} = [510 ; 514 ; 518 ; 522 ; 526 ; 528 ; 532 ; 536]$  nm afin de balayer une large gamme de résonance autour de la valeur cible de 850 nm,
- deux valeurs de champs d'écriture (WF100 et WF200 pour 100x100 et 200x200  $\mu\text{m}^2$ ) afin d'étudier l'influence des raccords de champ sur les performances des CRIGFs [Voir la section 1.2.b de ce chapitre].



Figure 110 : Répartition des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sur le masque d'insolation.

## 1.2 Premier procédé de fabrication des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

### 1.2.a Variations technologiques

Le procédé employé pour les CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ressemble à celui présenté précédemment. Si nous schématisons les deux procédés, nous nous apercevons que nous échangeons seulement la position des deux dernières étapes, la SNIL et le dépôt de la couche de SiO<sub>2</sub> par PECVD (Figure 111). Néanmoins, quelques ajustements sont nécessaires au sein du procédé SNIL afin d'obtenir les profondeurs visées dans le nitrure de silicium.

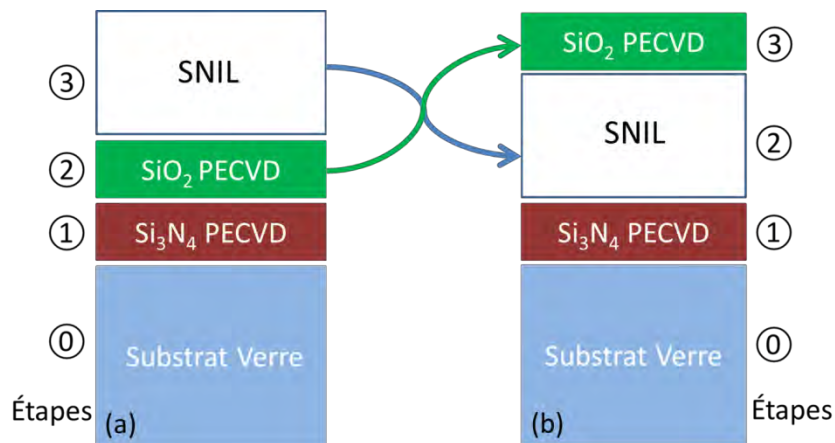


Figure 111 : Étapes des procédés pour les CRIGFs NIR (a) sur SiO<sub>2</sub> et (b) sur Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

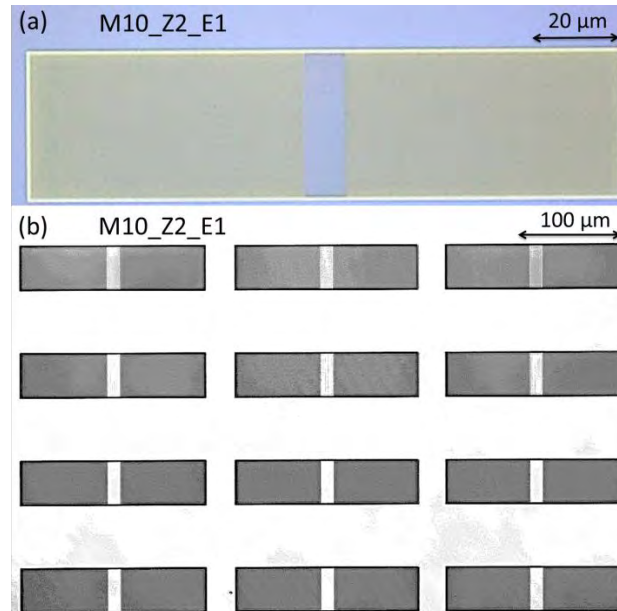
#### i Gravure du moule mère

Un moule mère est fabriqué par lithographie électronique selon la méthode utilisée pour la 1<sup>ère</sup> génération de CRIGF NIR décrite dans le chapitre 1 section 2.2.a. Seul le temps de gravure ICP-RIE est réduit puisque la profondeur recherchée dans le moule mère est seulement de 80 nm. Nous prenons une marge de 20 nm pour anticiper les pertes de profondeur constatées lors des gravures de l'échantillon après l'UVNIL [Voir chapitre 1 section 2.6.b].

#### ii TNIL et UVNIL

Les conditions de la TNIL pour obtenir le moule souple en Zeonorfilm<sup>®</sup> sont les mêmes que celles de la 1<sup>ère</sup> génération. Comme la profondeur des réseaux est moins grande, aucune difficulté n'a été rencontrée lors du démoulage et nous avons pu obtenir des CRIGFs répliqués dans le moule fille sans défauts apparents.

Pour l'UVNIL, seule l'épaisseur de résine NILUV déposée sur le substrat change, compte tenu de la profondeur des réseaux. Pour atteindre des épaisseurs aussi faibles, la dilution NILUV100 a été utilisée. Comme pour la TNIL, les faibles profondeurs des réseaux ont permis de retranscrire les motifs dans la résine sans difficulté (Figure 112).



**Figure 112 :** Images des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> retranscrits proprement dans la résine NILUV sur l'échantillon M10\_Z2\_E1. (a) En mode champ clair et (b) en mode contraste différentiel.

### iii Gravure de l'échantillon

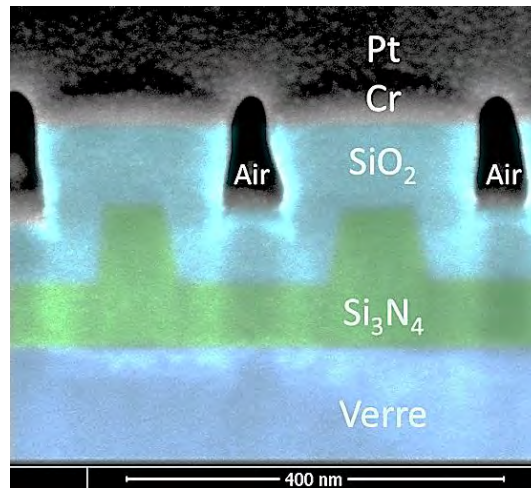
La gravure de l'échantillon comporte trois étapes comme précédemment. Il est tout d'abord nécessaire de supprimer la couche de résine résiduelle puis vient la gravure du Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> proprement dite et pour finir les résidus de résine NILUV sont délaqués. La première étape s'effectue sans changement par rapport au procédé développé en amont.

Pour la gravure du Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, nous avons choisi d'utiliser le même protocole de gravure que pour la silice, à savoir une gravure ICP-RIE à base de gaz fluoré CHF<sub>3</sub> [Voir les paramètres de la gravure dans le chapitre 1 section 2.5.b]. Cependant, la vitesse de gravure du Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> est un peu plus élevée que celle du SiO<sub>2</sub> (22 nm/min contre 15 nm/min), la sélectivité sera donc légèrement supérieure.

Nous visons une profondeur donnée par les optimisations de 55 nm. Un premier échantillon de calibration (M10\_Z2\_E1) a été surgravé (100 nm). Un second échantillon (M10\_Z3\_E1) nous a permis d'obtenir quasiment la profondeur visée (50 nm).

### iv Dépôt de la couche de SiO<sub>2</sub>

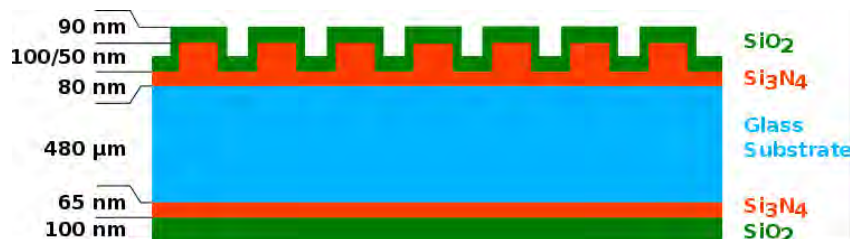
Une fois les réseaux structurés dans le guide d'onde de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, ils doivent être enterrés par une couche de silice avec une épaisseur cible de 90 nm. Cette dernière est déposée sur l'échantillon par PECVD. La figure 113 présente une coupe FIB sur l'échantillon de calibration. On peut remarquer que le dépôt est anisotrope (cas b de la figure 104). Les mesures d'épaisseur (AFM et FIB) ont montré que la silice s'est déposée plus vite sur les sommets des réseaux que dans les tranchées (95 nm contre 75 nm). Un dépôt plus isotrope pourra peut-être être obtenu en retravaillant les conditions de dépôt. Pour l'instant, il sera nécessaire de prendre en compte cette géométrie qui augmente les coefficients de couplage du réseau dans nos modélisations.



**Figure 113 :** Image colorisée d'une coupe FIB de l'échantillon M10\_Z2\_E1 où les réseaux de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (vert) sont enterrés par une couche de silice (bleu clair). L'échantillon a été préalablement recouvert d'une couche de chrome et de platine pour améliorer les conditions d'observation.

### 1.2.b Caractérisations

Les CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  sont caractérisés sur le même banc que les précédents [Voir chapitre 1 section 4.1]. Leurs différents paramètres sont récapitulés dans la figure 114.



**Figure 114 :** Profils des différentes couches constituant les CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

#### i Période ( $\Lambda_{GC}$ )

La figure 115 montre les réponses spectrales obtenues sur l'échantillon M10\_Z3\_E1 pour des CRIGFs de différentes périodes ( $\Lambda_{GC}$ ). On constate que les réflectivités maximales atteintes ( $\overline{R}_{\max} = 50,4\%$  voir Tableau 18) sont plus élevées que celles mesurées sur les CRIGFs structurés dans la couche de  $\text{SiO}_2$  ( $\overline{R}_{\max} = 30\%$ ). Elles culminent même à 60% sur l'échantillon M10\_Z2\_E1. En revanche, nous mesurons un fort bruit sur les lignes de base, particulièrement sur les courbes de transmission. Nous ignorons l'origine de ce bruit. Cela peut provenir d'une cavité parasite ou de perturbations induites par les CRIGFs voisins situés à proximité sur l'échantillon. De plus, les réponses spectrales des CRIGFs sont plus larges, en moyenne FWHM = 1,2 nm contre 0,4 nm pour la première génération. Le réseau étant maintenant gravé directement dans le guide d'onde, le CRIGF profite ainsi d'un plus fort coefficient de couplage contra-propagatif au niveau des réseaux DBRs. La réflectivité et l'efficacité des filtres sont donc meilleures. Cependant, comme nous l'avons prévu, le coefficient de couplage d'extraction du réseau GC est aussi plus grand et implique donc une largeur à mi-hauteur plus importante.

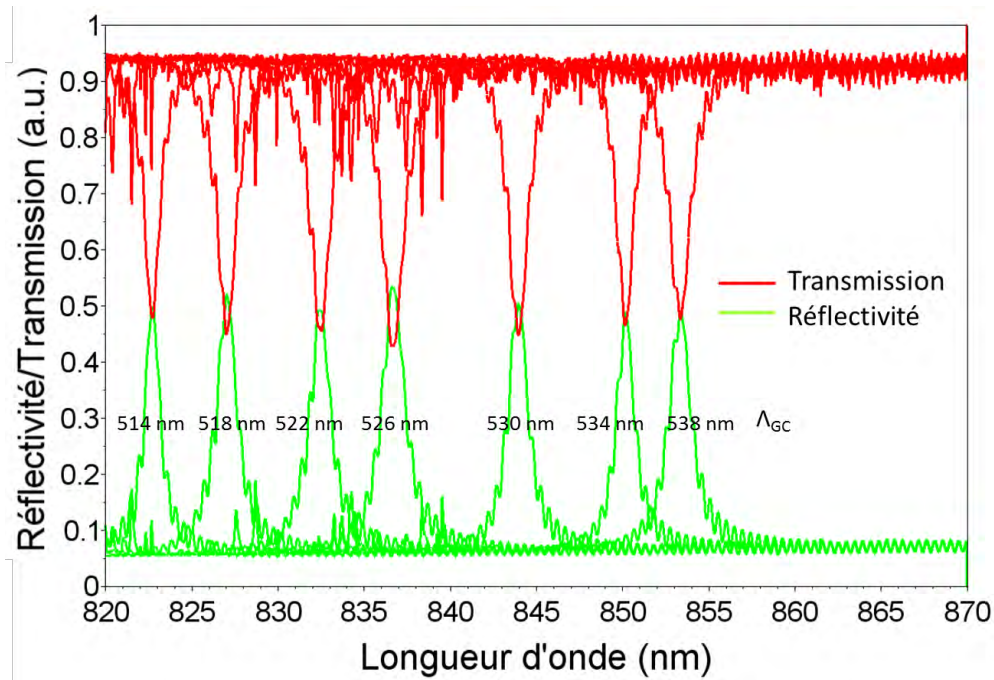


Figure 115 : Courbes de réflectivité (vertes) et de transmission (rouges) des CRIGFs NIR nouvelle génération selon la période du réseau résonant ( $\Lambda_{GC}$ ) sur l'échantillon M10\_Z3\_E1.  $\phi_{GC} = 0,25$  et  $PS = 1,125$ .

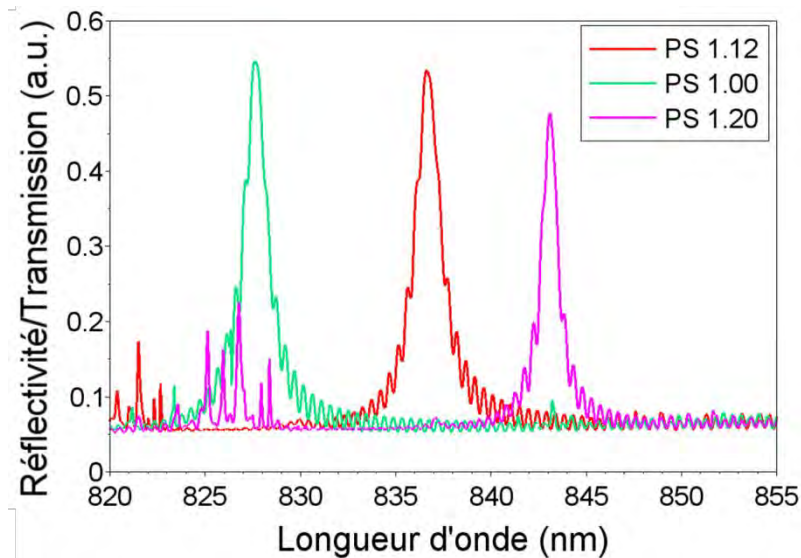
$\Lambda_{GC}$ (nm)	510	514	518	522	526	530	534	538
$\lambda_{Rmax}$ (nm)	Hors plage [820:870] nm	822,7	827,0	832,5	836,6	843,9	850,2	853,3
$n_{eff}$		1,601	1,597	1,595	1,590	1,592	1,592	1,586
$R_{max}$		0,499	0,52	0,494	0,535	0,504	0,489	0,491
FWHM ( $R_{max}$ ) (nm)		1,03	1,21	1,46	1,51	1,21	1,30	1,72
Q ( $R_{max}$ )		797	683	572	553	699	653	496
$\lambda_{Tmin}$		822,7	827,0	832,5	836,6	843,9	850,1	853,3
$T_{min}$		0,477	0,448	0,454	0,426	0,446	0,463	0,475

Tableau 18 : Récapitulatif des caractéristiques des pics de résonance obtenus sur la figure 115.

On peut également observer que les pics de résonances sont espacés de manière irrégulière bien que les périodes fixées pour les réseaux centraux soient séparées d'un écart constant de quatre nanomètres. A l'heure actuelle, nous ne pouvons qu'émettre des hypothèses sur les origines de ces écarts. Ils pourraient provenir d'inhomogénéités locales des épaisseurs des couches ou de déformations locales des réseaux.

#### ii Zone d'adaptation de phase

La figure 116 illustre les réponses spectrales des CRIGFs en fonction des différentes longueurs de la zone d'adaptation de phase  $[1,00 ; 1,125 ; 1,20] \times \Lambda_{GC}$ . La réflectivité obtenue pour une zone égale à  $1,20 \times \Lambda_{GC}$  est légèrement inférieure aux autres, mais les résultats semblent globalement similaires. On obtient ainsi une réflectivité constante sur une bande de 7 nm ce qui n'était pas accessible avec l'ancienne génération [Voir chapitre 1 section 4.4]. C'est désormais possible sur ces filtres CRIGF/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> car le plateau de réflectivité induit par les réseaux DBRs est plus grand. Notons que les tailles de la zone d'adaptation de phase considérées ici (entre 1.0 et 1.2 $\times\Lambda_{GC}$ ), sont différentes de celle que nous avons optimisée pour la génération précédente (0,6 $\times\Lambda_{GC}$ ). Cependant, des longueurs de zone de phase différant de 0,5 $\times\Lambda_{GC}$  donne des résultats identiques (périodicité des résonances Fabry-Pérot dans la cavité CRIGF, voir [10]), les nouvelles valeurs que nous utilisons sont donc cohérentes avec celles utilisées précédemment.



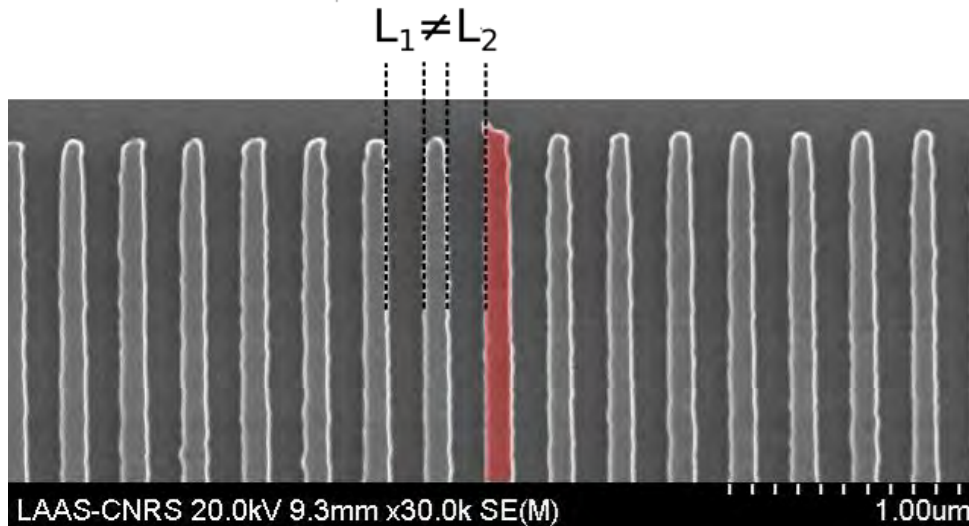
**Figure 116 :** Courbes des réponses des CRIGFs NIR/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> selon leur zone d'adaptation de phase sur l'échantillon M10\_Z3\_E1.  $\Lambda_{GC} = 526$  nm et  $\phi_{GC} = 0,25$ .

$\Lambda_{GC}$ (nm)	1,00	1,125	1,20
$\lambda_{R_{max}}$ (nm)	827,6	836,6	843,1
$R_{max}$	0,546	0,535	0,477
FHWM ( $R_{max}$ ) (nm)	1,47	1,50	0,99
Q ( $R_{max}$ )	562	558	848

**Tableau 19 :** Tableau récapitulant les caractéristiques des pics de résonance obtenus sur la figure 116.

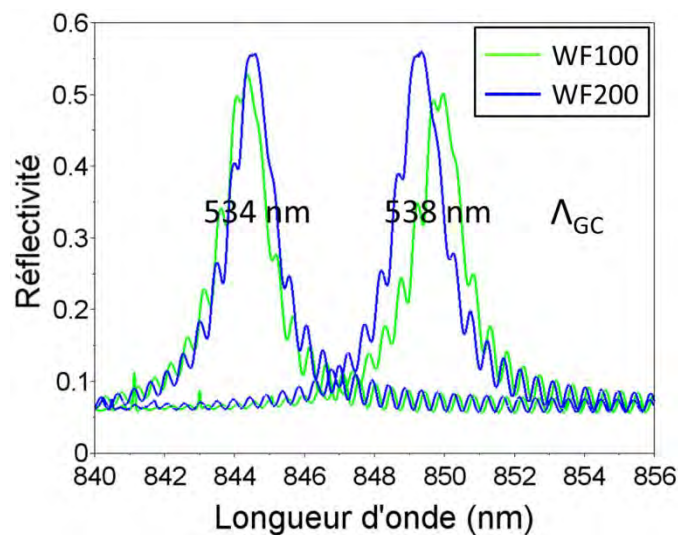
### iii Champ d'écriture de la lithographie électronique

Deux types de CRIGFs ont été fabriqués sur les échantillons. Ils se différencient par la surface des champs d'écriture lors de la lithographie électronique :  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  et  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ . En effet, l'insolation s'effectue par petites surfaces (les champs) quadrillant l'échantillon à insoler. Avec des champs plus petits, la résolution est meilleure mais l'opération est plus longue. Dans notre cas, le champ de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  est préférable pour la résolution mise en jeu sur nos composants mais elle ne permet pas de contenir entièrement un CRIGF. Des raccords de champs apparaissent donc au niveau des réflecteurs de Bragg, ils se caractérisent sur nos moules mères par un léger décalage des motifs entre les différents champs (Figure 117). Ces erreurs de phase peuvent dégrader les performances des réflecteurs de Bragg. Ces erreurs ne sont pas présentes sur les CRIGFs avec des champs d'écriture de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  qui contiennent un CRIGF entier. Le but de cette étude sera d'évaluer l'influence de la résolution d'insolation et des raccords de champ sur les performances optiques des CRIGFs.



**Figure 117 :** Image MEB montrant un raccord de champ dans un CRIGF. Il entraîne l'épaississement de la ligne d'un DBR (zone rouge) et diminue ainsi la largeur d'une tranchée ( $L_2$ ) par rapport aux autres ( $L_1$ ).

La figure 118 représente les réponses spectrales de quatre CRIGFs se différenciant par leur période centrale ( $\Lambda_{GC}$ ) et la taille du champ d'écriture lors de leur insolation (WF). On peut voir que les profils sont semblables avec une légère amélioration de la réflectivité maximale pour les filtres avec un champ d'écriture à  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ . Les réponses obtenues pour le champ de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  initialement moins résolu sont quasiment les mêmes que celles de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ . Ainsi, il est préférable d'utiliser le champ d'écriture de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  pour éviter des raccords de champ qui peuvent être dans d'autres cas plus importants (mauvais réglages de l'insolation...) [Voir figure 42a page 46].



**Figure 118 :** Courbes de réflectivité pour des CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  de période centrale de 534 et 538 nm selon les deux surfaces de champs d'écriture  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  (courbes vertes) et  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  (courbes bleues).

### 1.2.c Conclusion

Comparés aux CRIGFs/ $\text{SiO}_2$  fabriqués précédemment par le procédé SNIL, les CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  offrent des réflectivités plus élevées (60% contre 40%) et la plage spectrale de leur cavité Fabry-Pérot est plus large (réseaux DBRs plus efficaces) offrant une plus grande plage d'ajustement de leur pic de réflectivité. L'objectif initial de cette nouvelle configuration semble donc dans un premier temps

atteint. Cependant, en contrepartie, les pics de résonance se sont élargis (de 400 à 1200 pm). En effet, nous avons rapproché le réseau de couplage GC du guide d'onde, augmentant ainsi le découplage et donc la largeur spectrale.

Pour la suite de l'étude, un nouveau procédé a été mis au point. Dans celui-ci la couche de SiO<sub>2</sub> est remplacée par une couche de résine NILUV (résine utilisée lors de la nanoimpression par UV). Son indice optique est proche de celui du SiO<sub>2</sub> ( $n_{\text{NILUV}} = 1,503$  et  $n_{\text{SiO}_2} = 1,517$  mesurés à l'ellipsomètre). L'intérêt de la résine est de pouvoir l'aplanir après dépôt par une UVNIL (Figure 119). La résine comblera alors les tranchées des réseaux. Le profil des échantillons finaux se rapprocheraient ainsi des modèles développés pour les simulations.

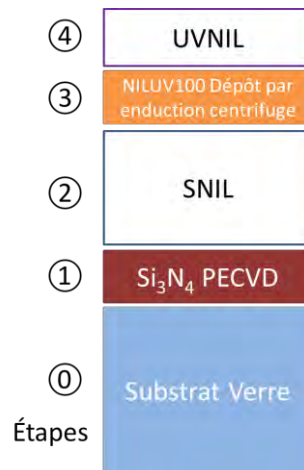


Figure 119 : Schéma des différentes étapes du second procédé des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

### 1.3 Second procédé de fabrication des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

Le but de ce procédé est de profiter de la fluidité de la résine pour obtenir une couche supérieure plane afin de rendre le système antireflet et le filtre en général plus efficaces.

Un nouveau moule mère a été aussi fabriqué avec le même masque que celui utilisé précédemment. Contrairement au précédent, il a été insolé uniquement avec un champ d'écriture de 200x200  $\mu\text{m}^2$  mais aussi avec de nouvelles doses lithographiques afin d'obtenir des CRIGFs avec des taux de remplissage au niveau du réseau central non atteints sur le moule précédent ( $\phi_{\text{GC}} = [0,20 ; 0,15 ; 0,10 ; 0,05]$  pour les valeurs codées).

#### 1.3.a Variations technologiques

Jusqu'à la structuration des réseaux dans la couche de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, le nouveau procédé reprend les étapes du précédent. Pour encapsuler les réseaux formés, une couche de 90 nm de résine NILUV est nécessaire. Pour atteindre cette épaisseur, c'est la résine NILUV100 qui est enduite sur l'échantillon (accélération à 5000 (tr/min)/s, vitesse à 3000 tr/min pendant 30 sec). Une recuit de 3 minutes est ensuite effectué afin d'évaporer les solvants. Puis, une UVNIL est effectuée avec les conditions décrites dans le chapitre 1 section 2.4.a avec un morceau de Zeonorfilm® vierge. Lors de la nanoimpression, le film est appuyé sur l'échantillon enduit afin de remplir les cavités des réseaux et de former une surface plane et régulière. L'exposition aux UVs permet de solidifier la résine et de garder un profil plat (Figure 120).



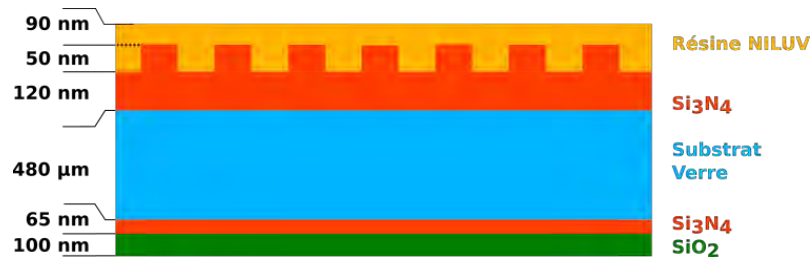


Figure 120 : Profil d'un CRIGF NIR nouvelle génération encapsulé de résine NILUV.

### 1.3.b Caractérisations

#### i Période ( $\Lambda_{GC}$ )

La figure 121 représente les réflectivités et les transmissions pour des CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  encapsulés dans la résine NILUV avec différentes périodes au niveau du réseau central. Les performances sont légèrement supérieures à celles des CRIGFs précédents (Tableau 20). La réflectivité moyenne obtenue est de  $\overline{R}_{\max} = 51,4\%$  pour une largeur spectrale de 950 pm en moyenne. Une plus grande constance de l'indice effectif est également observée, impliquant ainsi une plus grande linéarité de l'accordabilité de la longueur d'onde avec la période du réseau. Cependant, ces résultats sont obtenus pour un taux de remplissage différent des mesures précédentes [Voir la section 1.2.b de ce chapitre]. Une étude sur ce paramètre est donc nécessaire et a été possible avec ce nouveau moule mère.

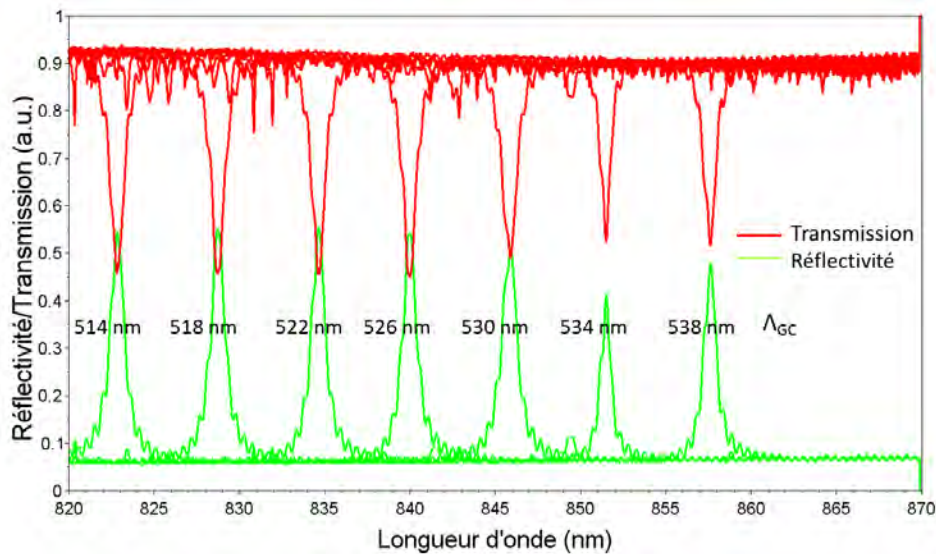


Figure 121 : Courbes de réflectivité (vertes) et de transmission (rouges) des CRIGFs/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  encapsulés dans la résine NILUV selon la période du réseau résonant ( $\Lambda_{GC}$ ) sur l'échantillon M13\_Z18\_E1.  $\phi_{GC} = 0,20$  et  $PS = 1,125$ .

$\Lambda_{GC}$ (nm)	510	514	518	522	526	530	534	538
$\lambda_{R_{max}}$ (nm)	Hors plage [820:870] nm	822,8	828,7	834,7	840,0	846,0	851,5	857,6
$n_{eff}$		1,601	1,600	1,599	1,597	1,596	1,595	1,594
$R_{max}$		0,545	0,551	0,556	0,542	0,515	0,412	0,479
FWHM ( $R_{max}$ ) (nm)		0,98	0,88	0,95	0,96	1,00	0,75	0,88
Q ( $R_{max}$ )		840	942	879	880	846	1143	975
$\lambda_{T_{min}}$		822,8	828,7	834,6	840,0	845,9	851,5	857,6
$T_{min}$		0,456	0,456	0,454	0,45	0,488	0,524	0,515

Tableau 20 : Tableau récapitulant les caractéristiques des pics de résonance obtenus sur la figure 121.

ii Taux de remplissage ( $\phi_{GC}$ )

On peut voir sur la figure 122 et le Tableau 21 que la réflectivité du filtre dépend du taux de remplissage du réseau GC. En effet, la réflectivité augmente avec le taux de remplissage et atteint un optimum pour une valeur de 0,15. De plus, la largeur spectrale des pics diminue avec le taux pour atteindre à peine 200 pm pour un taux de 0,05 avec un facteur de qualité dépassant les 3000. Un bon compromis est trouvé avec le taux de remplissage de 0,10 qui combine une bonne réflectivité ( $R \approx 45\%$ ) et une faible largeur de raie (FWHM  $\approx 500$  pm jusqu'à 200 pm pour certains CRIGFs).

Ces observations peuvent être comparées aux simulations présentées dans la figure 109 page 113. On peut voir qu'expérimentalement, les réflectivités maximales sont plus faibles (0,5 contre 0,85 en moyenne) et les largeurs spectrales plus grandes (2 fois supérieures). Ces différences de performances proviennent de pertes au niveau du composant mais il nous est, pour le moment, impossible d'en identifier les origines (absorption dans les différentes couches des matériaux ou diffusion due aux imperfections de fabrication des filtres).

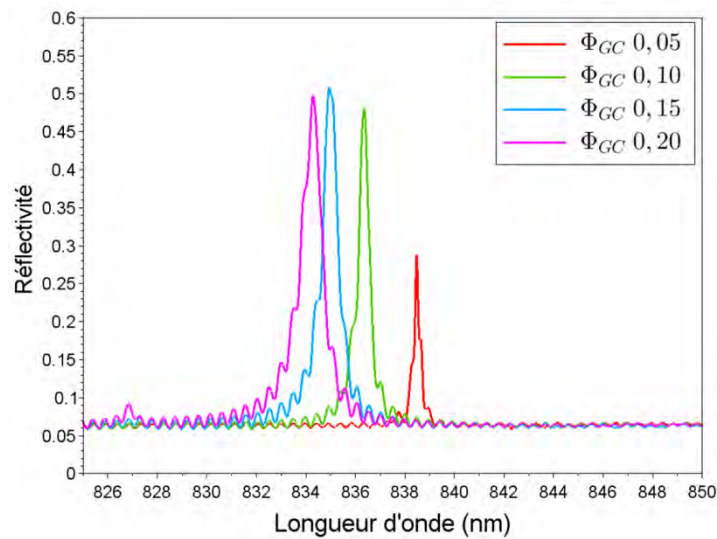


Figure 122 : Courbes des réponses des CRIGFs NIR recouverts de NILUV selon le taux de remplissage codé de leur réseau central GC ( $\phi_{GC}$ ) sur l'échantillon M13\_Z19\_E1.  $\Lambda_{GC} = 522$  nm et  $PS = 1,125$ .

$\Phi_{GC}$	0,05	0,10	0,15	0,2
$\lambda_{R_{max}}$ (nm)	838,5	836,4	834,9	834,3
$n_{eff}$	1,606	1,602	1,600	1,598
$R_{max}$	0,287	0,481	0,509	0,497
FWHM ( $R_{max}$ ) (nm)	0,25	0,48	0,67	0,94
Q ( $R_{max}$ )	3354	1742	1256	888

Tableau 21 : Récapitulatif des caractéristiques des pics de résonance obtenus sur la figure 121.

### 1.4 Conclusion sur les CRIGFs/ $Si_3N_4$

Les résultats obtenus par les CRIGFs/ $Si_3N_4$  mettent en avant de meilleures réflectivités et de meilleures finesses spectrales en comparaison des premiers CRIGFs élaborés. Cependant, pour terminer cette étude, il serait intéressant de réaliser des CRIGFs à partir du moule utilisé dernièrement (arborant de faibles taux de remplissage 0,20, 0,15, 0,10 et 0,05) et de les encapsuler avec cette fois-ci de la silice. Une fois créés, ils pourront être comparés directement avec ceux encapsulés dans la résine puisqu'ils présenteront les mêmes taux de remplissage. Cela permettrait de mieux comprendre l'impact de la qualité du dépôt de silice sur les performances des CRIGFs.

## 2. Conclusion sur les CRIGFs NIR

La flexibilité et la stabilité de la SNIL nous a permis de développer une nouvelle configuration de CRIGFs NIR sur  $Si_3N_4$  afin d'augmenter les performances de ces derniers. Au final trois différents procédés de fabrication ont été testés (Tableau 22).




CRIGF/ $SiO_2$	CRIGF/ $Si_3N_4$	
Réseaux gravés dans la silice	Réseaux gravés dans le nitrure Encapsulés dans la silice	Réseaux gravés dans le nitrure Encapsulés dans la résine
		

Tableau 22 : Récapitulatif des différents CRIGFs NIR fabriqués par les différents procédés SNIL développés.

Au final, le procédé SNIL a permis de fabriquer avec un fort rendement de nombreux CRIGFs NIR comparé au procédé de lithographie électronique. De plus, les diverses expériences menées dans cette partie ont démontré la flexibilité de notre procédé SNIL. Des CRIGFs ont été structurés dans deux différents matériaux sans modifier fondamentalement le procédé initial. Cette polyvalence nous a permis, premièrement de contourner les limites technologiques imposées par la nanoimpression et deuxièmement, d'explorer et d'exploiter des solutions pour la conception de nos CRIGFs autrefois inenvisageables avec la lithographie électronique.

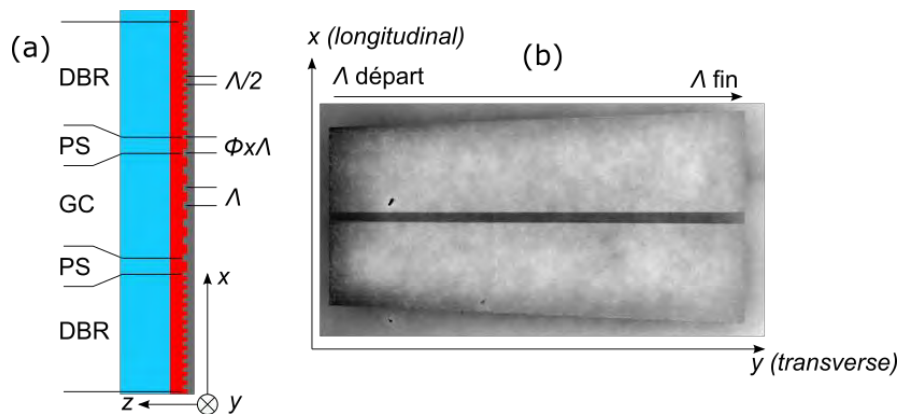
Les prochains échantillons doivent être structurés dans le nouveau bâti de gravure « Etchlab 200 » pour profiter d'un meilleur contrôle et d'une meilleure répétabilité des gravures par rapport à celui utilisé le long de cette thèse. Cela devrait ouvrir notamment la voie à des réseaux gravés plus profondément et à un meilleur contrôle du compromis entre largeur spectrale et réflectivité maximale.

## 3. GCRIGF

L'un des avantages des CRIGFs par rapport aux GMRFs (Guided Mode Resonance Filter) est leur grande acceptation angulaire qui permet pour un alignement simple dans des systèmes de diodes laser en cavité étendue. On peut également faire des cavités courtes stabilisées en fréquence sur la résonance des CRIGFs. Mais contrairement aux GMRFs, les CRIGFs ne sont pas accordables en

longueur d'onde. Or, il serait intéressant de concevoir un filtre optique mêlant la stabilité du CRIGF et l'accordabilité du GMRF. C'est de ce constat qu'a émergé le concept de Graded Cavity Resonator Integrated Grating Filter (GCRIGF) [91].

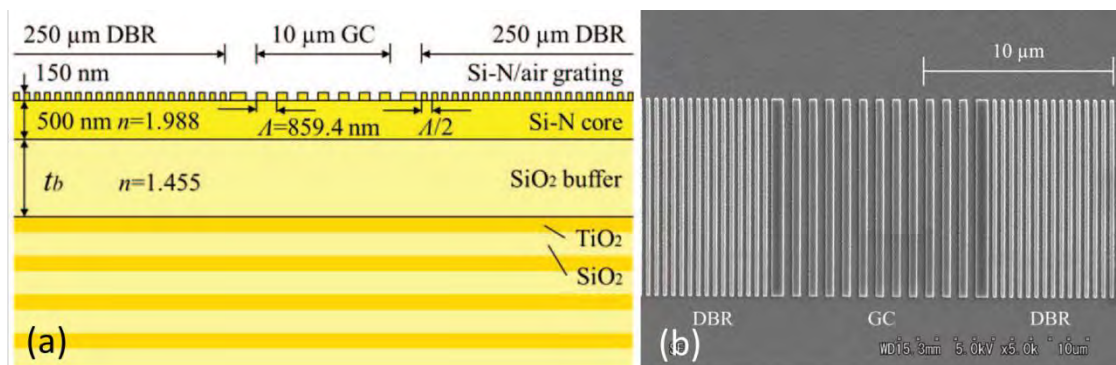
Le principe du GCRIGF repose sur un gradient homothétique de la période du GC le long de la direction transverse des CRIGFs, c'est-à-dire la direction parallèle aux traits des réseaux (Figure 123). Il permet une accordabilité de la longueur d'onde de résonance par déplacement mécanique le long de cette direction. Cette partie est consacrée à l'étude de ce composant.



**Figure 123 :** (a) Schéma d'un CRIGF à gradient avec le substrat en verre (bleu), le guide d'onde gravé en Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (rouge) et la couche supérieure de résine NILUV (gris). (b) Image au microscope optique d'un GCRIGF.

### 3.1 Concept et caractéristiques

Comme vu précédemment, le principal intérêt du CRIGF par rapport au GMRF est son excellente acceptation angulaire [6]. Cependant, cette caractéristique lui coûte de n'être plus accordable spectralement comme le GMRF. En effet, la longueur d'onde de résonance de ce dernier est facilement accordable par l'angle d'incidence. Des études ont été menées pour pallier cette lacune. En effet, Kintaka et al. ont modifié quelque peu le design du CRIGF en décalant la position du GC par rapport aux DBRs [92] pour permettre une accordabilité mais de seulement quelques nanomètres (7 nm) et les caractéristiques du pic de résonance du filtre (FWHM, réflectivité maximale...) varient grandement sur la gamme accordable.



**Figure 124 :** (a) Configuration des différentes couches constituant le CRIGF accordable selon [93]. (b) Image MEB d'une partie du CRIGF.

De même, de faibles accordabilités ont été mesurées sur des CRIGFs au design identique gravés sur un réflecteur large bande constitué de plusieurs bicouches TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> [93]. Le CRIGF en nitrure de silicium et le réflecteur sont séparés par une couche de SiO<sub>2</sub> (Figure 124). C'est l'épaisseur

de cette dernière qui permet une accordabilité là encore faible (4 nm) et avec des largeurs de raies qui varient entre 0,2 nm et 8 nm.

De nombreux gradients de période ont été proposés pour divers composants optiques périodiques comme le GMRF [94]. Cependant, il a été démontré que les performances des CRIGFs sont étroitement liées à la stabilité de la cavité Fabry-Pérot formée par les DBRs.

Le gradient de période peut compromettre la stabilité de la cavité Fabry-Pérot (formée par les réflecteurs de Bragg) qui localise le mode au niveau du GC. En effet, un gradient de période supprimerait l'invariance de la structure CRIGF dans la direction transverse. De plus, il est déjà très complexe de modéliser en trois dimensions les propriétés optiques des CRIGFs [Voir 0 section 2]. Modéliser un CRIGF avec un tel gradient de période paraît alors quasiment impossible. On ne peut donc pas se reposer sur des simulations numériques. C'est pourquoi des essais de conceptions de GCRIGFs ont été menés au sein du laboratoire, pour savoir si expérimentalement ces composants fonctionnent.

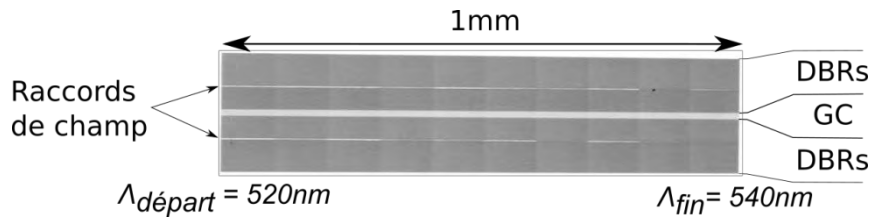
Le GCRIGF est constitué comme un CRIGF classique d'un réseau central GC de deux zones d'adaptation de phase PS et de deux réflecteurs de Bragg DBRs (Figure 123a). Cependant, dans les GCRIGFs, la période du GC ( $\Lambda_{GC}$ ) démarre avec une valeur initiale nommée  $\Lambda_{\text{départ}}$ . Cette valeur augmente le long de l'axe  $y$  selon un gradient donné pour atteindre finalement une valeur finale de période nommée  $\Lambda_{\text{fin}}$  (Figure 123b). La période du DBR et la taille des zones de phase PS changent aussi selon le gradient puisqu'elles sont directement proportionnelles à la période du GC.

Plusieurs GCRIGFs avec des gradients plus ou moins prononcés ont été donc fabriqués, certains via la lithographie électronique d'autres avec le procédé SNIL.

### 3.2 Validation du concept

Les premiers GCRIGFs ont été structurés grâce à la lithographie électronique lors de la thèse de Xavier Buet. Le procédé technologique des GCRIGFs est décrit dans la thèse de ce dernier [5] et rappelé sur la figure 10 section 4 du 0. Pour résumer, un bicouche de  $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$  est déposé par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) sur un substrat de verre. L'ensemble est ensuite recouvert d'une couche de PMMA (poly-methyl-metacrylate) qui sert de résine pour la lithographie électronique. Une fine couche d'aluminium est ajoutée sur la résine pour diminuer les effets de charges lors de l'insolation. Cette dernière est effectuée dans un masqueur électronique RAITH 150 par champ de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ , ce qui explique la présence de raccord de champ au sein des GCRIGFs (Figure 125). La résine est révélée puis, pour finir, une gravure ICP-RIE (Inductively Coupled Plasma – Reactive Ion Etching) est effectuée pour définir les gradients sur la couche de  $\text{SiO}_2$ . Après suppression de la résine, un bicouche antireflet  $\text{Si}_3\text{N}_4(64 \text{ nm})/\text{SiO}_2(104 \text{ nm})$  est ensuite ajouté sur la face arrière de l'échantillon.

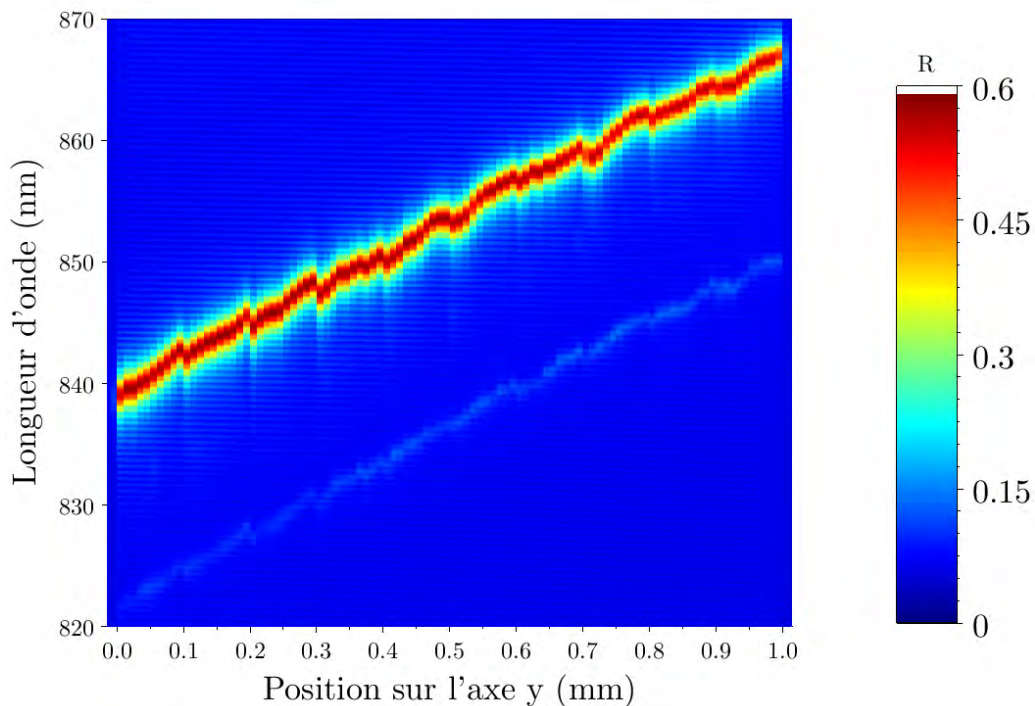
## GCRIGF



**Figure 125 :** Image au microscope optique (x12) d'un GCRIGF fabriqué par lithographie électronique.

Le réseau central de ces GCRIGFs est composé de 21 périodes, les DBRs comportent, quant à eux, 800 périodes (400 de part et d'autres du GC). Les zones d'adaptations de phase, situées entre le réseau central et les réflecteurs de Bragg, ont une longueur de  $L_{ps}=1,05 \times \Lambda_{GC}$ . Un seul type de GCRIGF a été fabriqué par lithographie électronique. Sa période de départ est égale à  $\Lambda_{départ}=520$  nm et celle de fin à  $\Lambda_{fin}=540$  nm (Figure 125). Le taux de remplissage est de  $\phi_{GC}=0,80$  pour les GCs et de  $\phi_{DBR}=0,50$  pour les réflecteurs de Bragg. Le GCRIGF mesure 1 mm de long et entre 220 et 230  $\mu$ m de large selon la période du GC.

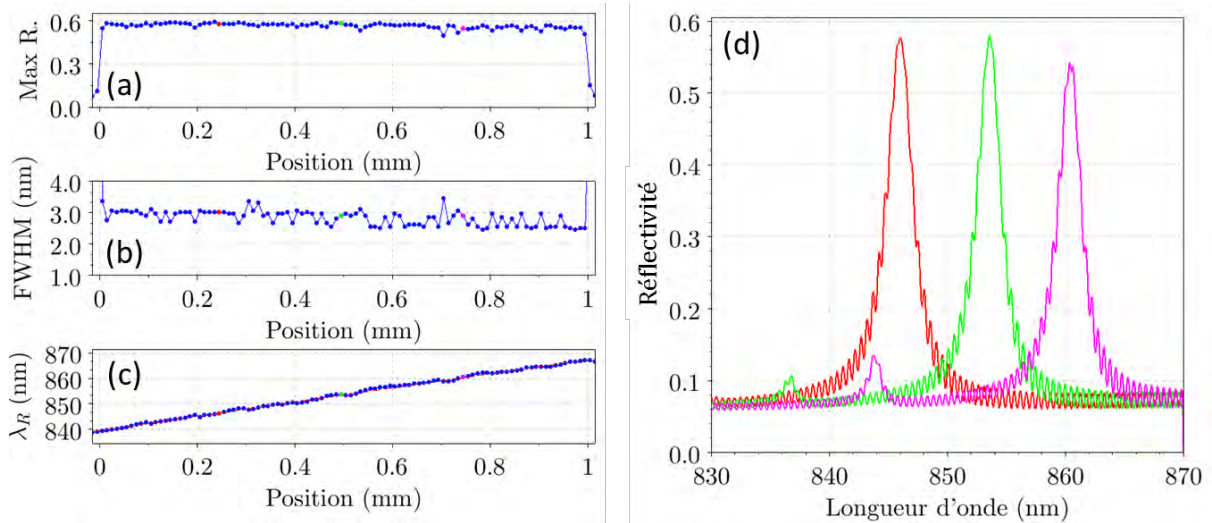
Le banc optique réalisé durant ma thèse pour les caractérisations des CRIGFs NIR (voir chapitre 1 section 4.1) a permis d'effectuer une caractérisation fine de cet échantillon. Des mesures de réflectivité ont été réalisées tout le long de l'axe y avec un pas de 10  $\mu$ m.



**Figure 126 :** Cartographie de la réflectivité le long de l'axe y du GCRIGF fabriqué par lithographie électronique. Période de début,  $\Lambda_{départ}=520$  nm. Période de fin,  $\Lambda_{fin}=540$  nm.

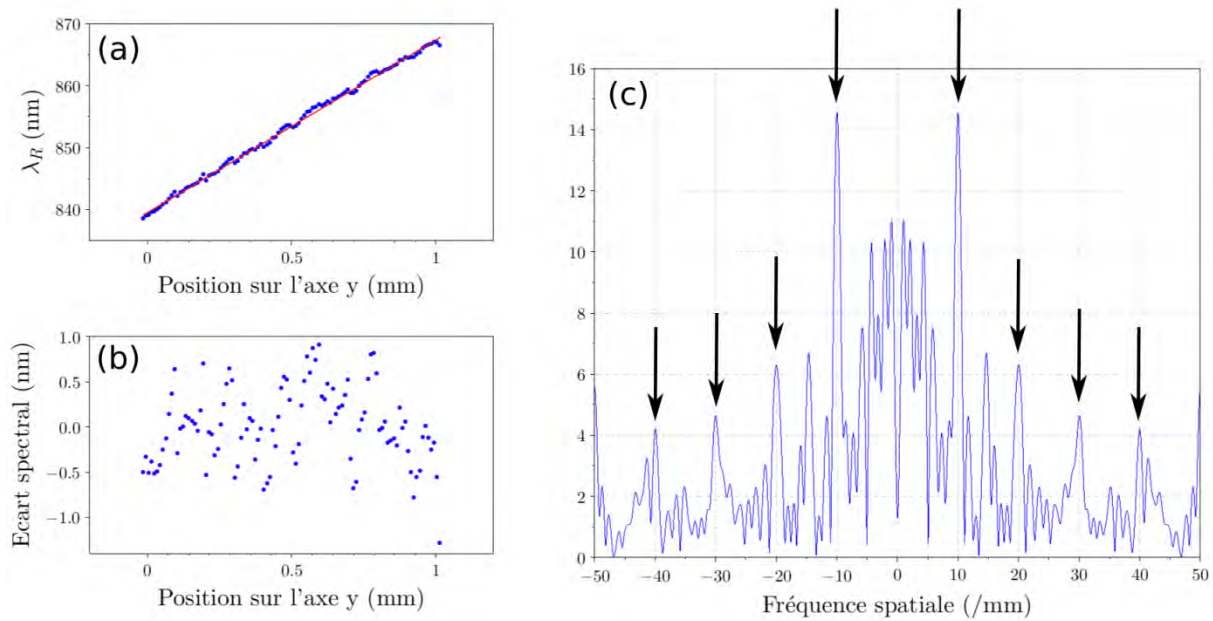
La figure 126 montre la cartographie issue de ces mesures. On peut voir que la longueur d'onde du pic de résonance change selon la position y le long du gradient. L'accordabilité de la longueur d'onde avec la période du réseau central (GC) est clairement démontrée. L'accordabilité s'étend de 839 à 867 nm soit sur une gamme de 28 nm comme illustré dans la figure 127c. La réflectivité est stable tout le long du filtre et a une valeur moyenne de 56% (Figure 127a). La largeur spectrale à mi-hauteur

(FWHM) a une moyenne de 2,8 nm (Figure 127b). Ces résultats sont altérés par la présence des raccords de champs le long de l'axe y (Figure 125) qui introduisent des défauts dans les réseaux.



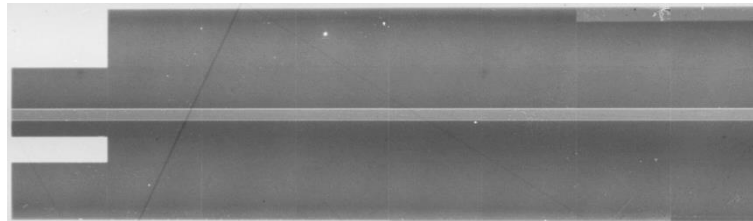
**Figure 127 :** (a) Courbe des maxima de réflectivité le long du GCRIGF. (b) Courbe de la largeur spectrale à mi-hauteur le long du GCRIGF. (c) Courbe de la longueur d'onde de résonance le long du GCRIGF. (d) Courbes de réflectivité aux positions indiquées par les points rouge, vert et rose sur les courbes (a), (b) et (c).

Des inhomogénéités apparaissent sur la courbe de résonance. Pour connaître l'origine de ces artefacts, une régression linéaire a été effectuée sur la courbe représentant les maxima de résonance (en rouge sur la figure 128a). Cette régression a été soustraite à la courbe de résonance initiale (en bleu sur figure 128a). Une transformée de Fourier a été ensuite calculée à partir de la courbe représentant l'écart spectral (Figure 128b). Elle nous permet de tracer la fréquence spatiale du signal et présente deux pics intenses à  $-10 \text{ mm}^{-1}$  et  $10 \text{ mm}^{-1}$  (Figure 128c). Ces fréquences correspondent exactement à la période de  $100 \mu\text{m}$  des raccords de champs présents à l'intérieur du GCRIGFs.



**Figure 128 :** (a) Courbe de la longueur de résonance le long du GCRIGF avec sa régression linéaire en rouge. (b) Différence entre la courbe de résonance et sa régression linéaire. (c) Courbe de la transformée de Fourier de la courbe (b).

Avec ce premier échantillon, la validité du concept de GCRIGF a pu être démontrée. Cependant, le manque de répétabilité et de fiabilité de ce procédé de fabrication entièrement basé sur de la lithographie électronique n'a pas permis de mener une étude plus approfondie sur les GCRIGFs. En effet, peu de GCRIGFs à la sortie de la lithographie ont été opérationnels et certains d'entre eux n'ont pas été structurés entièrement (Exemple sur la figure 129)



**Figure 129 :** Image (x400) d'un GCRIGF incomplet à la sortie du masquer électronique.

### 3.3 Etude approfondie des GCRIGFs

#### 3.3.a Fabrication par SNIL

Le processus de fabrication est le même que celui des CRIGFs/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> encapsulés dans la résine NILUV comme décrit dans la section 1.3 de ce chapitre. Une couche de 170 nm de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ( $n_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 1,94$  à  $\lambda = 850$  nm) est déposée par ICP-PECVD sur un substrat en verre (AF-32 SCHOTT [90]). La couche de nitrure est structurée à partir du procédé de SNIL. Un moule souple est fabriqué lors d'une TNIL par le biais d'un moule dur en silicium sur lequel les motifs des GCRIGFs sont définis par lithographie électronique. Le moule souple est ensuite déposé sur le substrat nitrure/verre préalablement recouvert de 90 nm de résine NILUV100. Une UVNIL permet de transférer les motifs des GCRIGFs dans la résine, puis dans le guide d'onde en nitrure à la suite de deux gravures ICP-RIE. Après suppression de la résine restante, la profondeur de gravure des réseaux atteint les 60 nm (Figure 130). Les réseaux de nitrure sont ensuite recouverts par une couche de 110 nm de la même résine NILUV100. Cette dernière couche est aplanie et insolée dans l'équipement d'UVNIL. Un système



antireflet constitué de deux couches ( $\text{Si}_3\text{N}_4(64 \text{ nm})/\text{SiO}_2(104 \text{ nm})$ ) est ajouté sur la face arrière de l'échantillon par PECVD. Au final, les mesures au profilomètre mécanique montrent des épaisseurs de résine homogènes au niveau des DBRs, mais un léger épaissement de 20 nm apparaît aux GCs ainsi qu'aux bords de chaque GCRIGF.

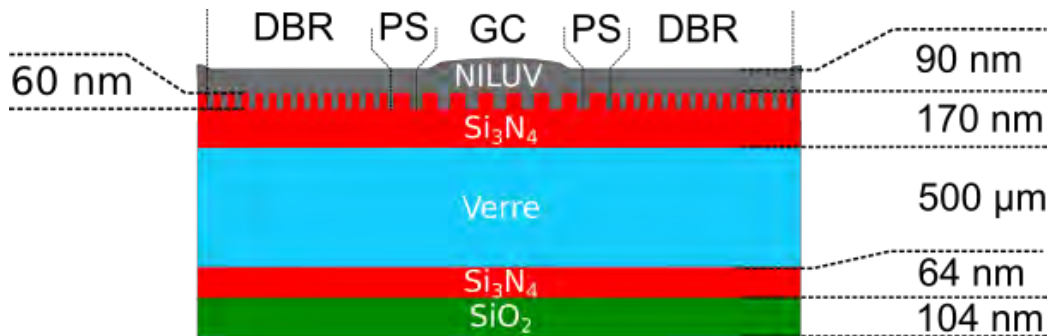


Figure 130 : Schéma représentant les différentes couches constituant le composant GCRIGF

Les caractéristiques des CRIGFs NIR développés plus tôt [Voir chapitre 1 section 3.2] ont été reprises pour l'élaboration des GCRIGFs. Ces derniers sont donc composés d'un GC long de  $21 \Lambda_{GC}$ . Les zones d'adaptations de phase ont pour coefficient  $PS=1,125$ . Les DBRs, quant à eux, comportent de part et d'autre du GC 300 périodes  $\Lambda_{DBR}$ . Le taux de remplissage codé des GCs sera de  $\phi_{GC}=0,20$  et ceux des DBRs à  $\phi_{DBR}=0,39$  pour viser 0,50.

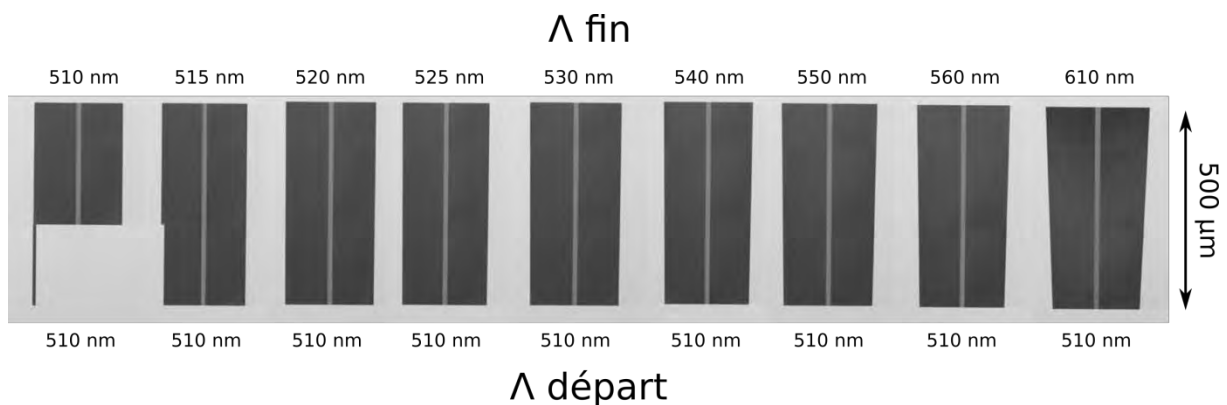


Figure 131 : Images au microscope optique (x300) du moule dur représentant les 9 GCRIGFs avec les 9 périodes de fin différentes. Les GCRIGFs 510 et 515 nm ne sont sortis que partiellement.

Sur un même moule, neuf GCRIGFs ont été fabriqués avec différents gradients le long de la direction transverse pour une longueur d'onde de résonance autour de 850 nm. La période de départ est la même pour les neuf GCRIGFs,  $\Lambda_{départ}=510 \text{ nm}$ . Par contre, les périodes de fin sont différentes  $\Lambda_{fin} = 510$  (sans gradient, la référence), 515, 520, 525, 530, 540, 550, 560 et 610 nm (Figure 131). La longueur des GCRIGFs est de  $500 \mu\text{m}$ . Les GCRIGFs 510 et 515 nm ne sont sortis que partiellement de la lithographie électronique lors de la fabrication du moule dur. Nous observons aussi des raccords de champ perpendiculaires aux lignes des réseaux (Figure 132). Plus le gradient est fort, plus le décalage entre les réseaux au niveau des raccords de champ est grand. Ces défauts sont dus à un problème lors du paramétrage de l'insolation électronique.

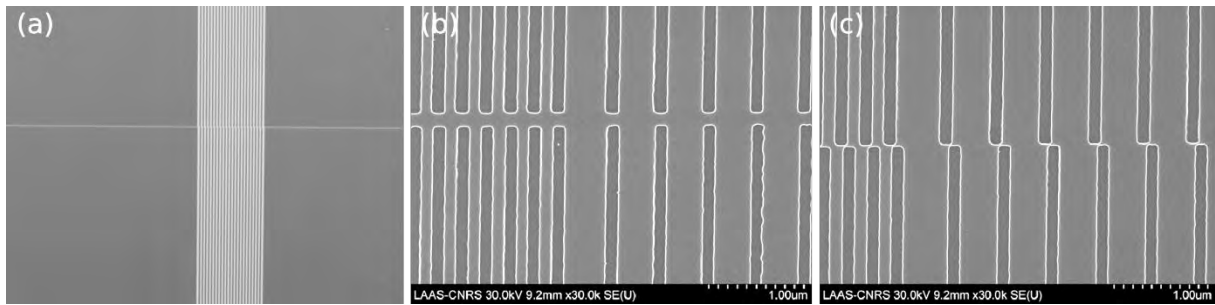


Figure 132 : (a) Image d'un raccord de champ sur moule mère (x800). (b) Images au MEB d'un raccord de champ sur moule mère pour le gradient 515 nm (c) pour le gradient 540 nm.

### 3.3.b Caractérisations

La figure 133 montre la réponse spectrale typique de chacun des 9 GCRIGFs fabriqués. Des pics très fins ( $FWHM=0,6$  nm) sont observés tout le long des gradients 510 nm et 515 nm. De manière générale, les valeurs typiques de réflectivité obtenues se trouvent entre de 40% et 50%. Elles sont peu ou prou identiques à celles trouvées pour des CRIGFs NIR classiques issus de la même filière de fabrication. Cependant, pour les GCRIGFs à fort gradient, la réflectivité est plus faible et les pics sont plus larges.

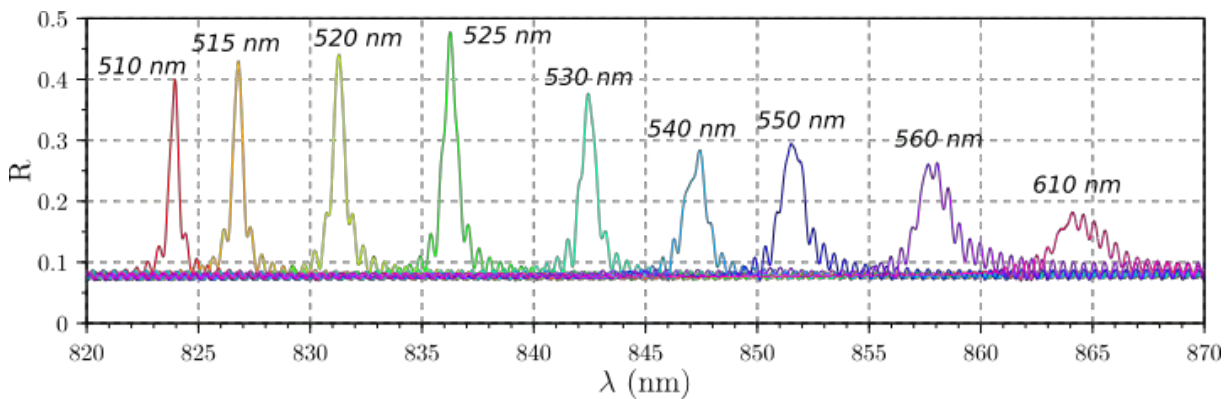
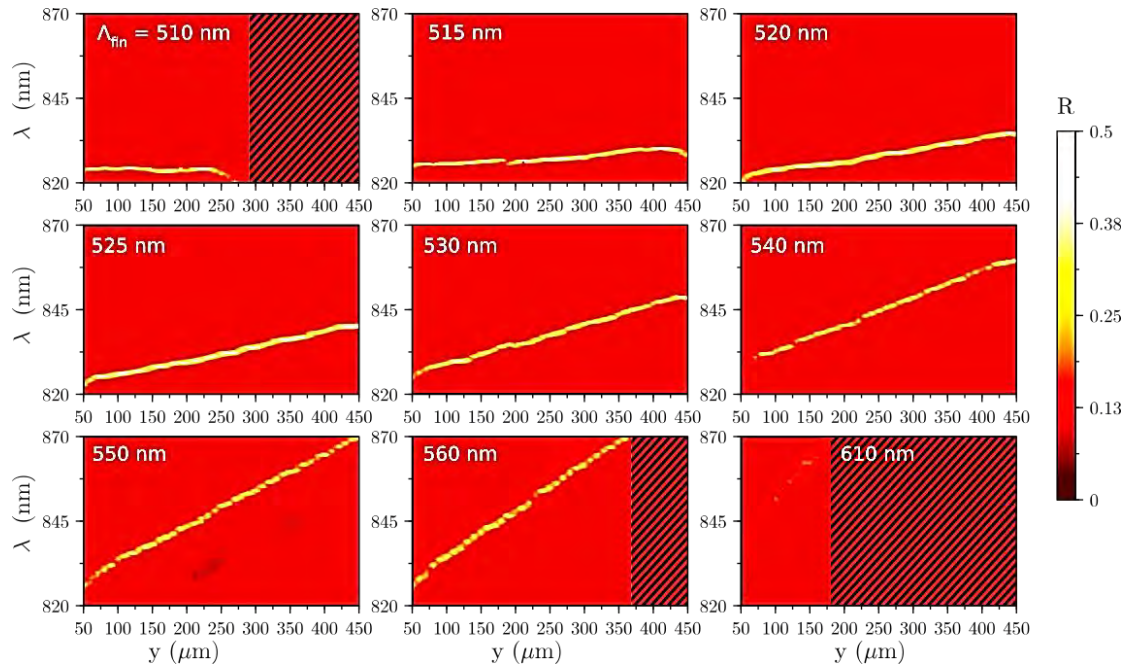


Figure 133 : Courbes représentant les réflectivités typiques de chaque gradient selon leur période de fin  $\Lambda_{fin}$ .

Des mesures tous les 10  $\mu\text{m}$  ont été faites le long de l'axe y sur le réseau central des 9 GCRIGFs. La figure 134 représente les cartographies de chaque GCRIGF en fonction de la position du faisceau le long de l'axe y. Les parties hachurées correspondent aux zones défectueuses des différents GCRIGFs (Figure 131) ou à des gammes spectrales hors d'atteinte pour la source accordable ([820 : 870] nm) utilisée sur le banc de caractérisation. Comme pour les GCRIGFs par lithographie électronique, la longueur d'onde du pic de résonance dépend de la période du GC. La plus grande accordabilité est obtenue par le GCRIGFs 550 nm avec une gamme d'accordabilité dépassant les 40 nm. Les accordabilités des autres GCRIGFs sont limitées par la longueur des gradients en y (500  $\mu\text{m}$ ) ou par la source laser ( $\lambda > 870$  nm).



**Figure 134 :** Cartographies des spectres de résonance des différents GCRIGFs le long de l'axe  $y$ . Les parties hachurées correspondent aux parties défectueuses du composant ou aux réponses spectrales hors gamme de la source laser.

### 3.3.c Analyses

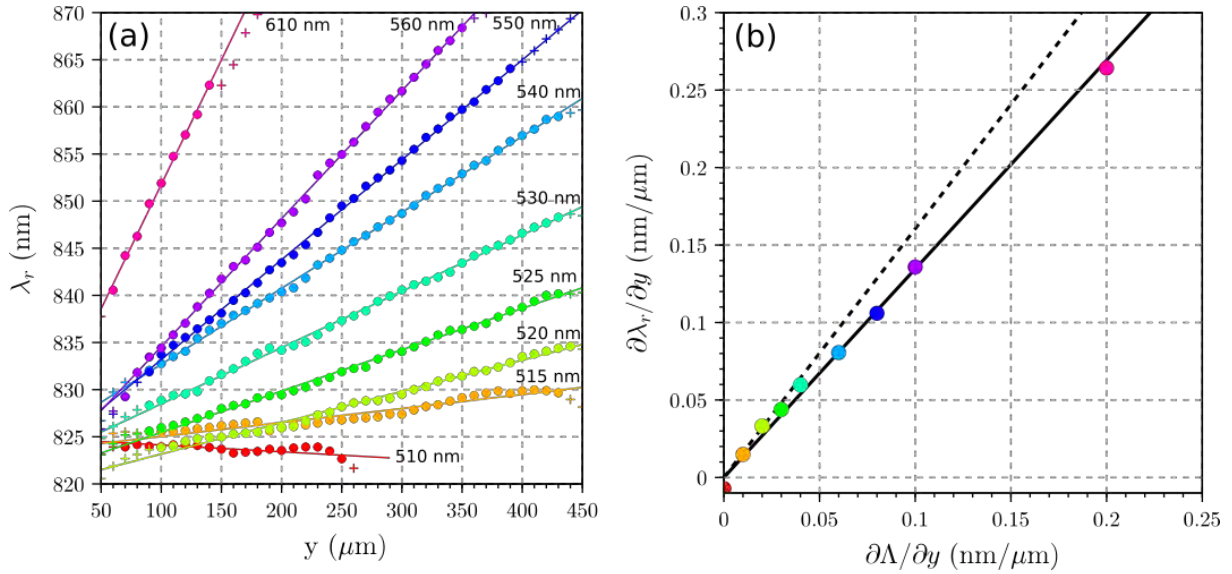
Cette partie se concentre sur l'analyse des GCRIGFs et de leurs réponses spectrales. Dans un premier temps, une étude sera menée sur l'accordabilité de la longueur d'onde. Puis, l'impact du gradient des réseaux sur la valeur de la réflectivité et la largeur spectrale sera étudié.

#### i Accordabilité de la longueur d'onde de résonance

Il a été déjà démontré au début de cette thèse que la résonance spectrale des CRIGFs est dépendante de la résonance du mode guidé induit par le réseau coupleur (GC). Comme pour les GMRFs, la longueur d'onde de résonance  $\lambda_r$  peut s'exprimer par :

$$\text{Équation 3} \quad \lambda_r = n_{\text{eff}} \times \Lambda_{GC}$$

Où  $n_{\text{eff}}$  est l'indice effectif du mode guidé et  $\Lambda_{GC}$  la période du GC. Ainsi, lorsque  $n_{\text{eff}}$  est constant et qu'il y a une variation linéaire le long de l'axe  $y$  de la période du réseau centrale  $\Lambda_{GC}$ , une variation linéaire de  $\lambda_r$  le long de l'axe  $y$  est attendue. La figure 135a montre l'évolution de la longueur d'onde du pic de résonance le long de l'axe  $y$  des 9 gradients présentés précédemment. Une régression linéaire a été calculée pour chacune de ces courbes (courbes pleines). Seules les mesures issues des zones uniformes des GCRIGFs ont été conservées (points sur la figure 135a) pour la régression linéaire. Par conséquent, les points situés au niveau des zones défectueuses, c'est-à-dire proche des bords des GCRIGFs, sont ignorés (croix). Ainsi, les points de mesures expérimentaux semblent bien en adéquation avec les différentes régressions linéaires et montrent que la longueur d'onde de résonance  $\lambda_r$  varie bien de manière linéaire le long de l'axe  $y$  des gradients.



**Figure 135 :** (a) Les maxima des longueurs d'onde des pics de résonance des 9 GCRIGFs le long de l'axe  $y$ . Les courbes pleines correspondent aux régressions linéaires des mesures expérimentales (points). Les croix correspondent aux mesures proches des bords du GCRIGFs et ne sont pas prises en compte. (b) Le gradient d'accordabilité en fonction du gradient de période. Les points correspondent aux régressions linéaires de la figure de gauche. Les lignes représentent l'évolution théorique en ne prenant en compte que l'indice effectif du guide d'onde (tirets) et en prenant en compte la dispersion du guide d'onde (trait plein).

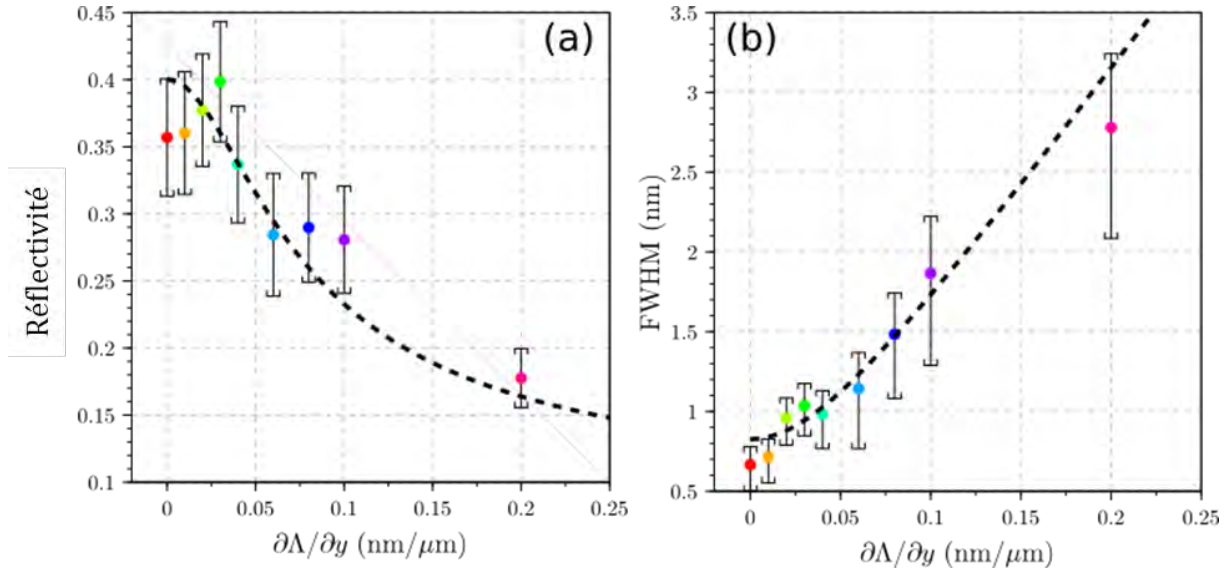
La figure 135b représente le gradient d'accordabilité  $\partial\lambda_r/\partial y$  exprimé en  $nm/\mu m$  en fonction du gradient  $\partial\Lambda/\partial y$  de la période du GC exprimé en  $nm/\mu m$ . Si nous prenons en compte l'équation 3, une courbe affine avec une pente égale à  $n_{eff} = 1,61$  est attendue (ligne en tirets). Mais, cette hypothèse surestime le gradient d'accordabilité trouvé expérimentalement (points colorés). Pour expliquer cela, l'équation 3 doit être reprise et réévaluée à l'aide d'une différentiation appropriée. En effet,  $n_{eff}$  n'est pas une constante mais une fonction de  $\lambda_r$  et dépend donc indirectement de la position sur l'axe  $y$ . Ainsi l'équation 3 différentiée en fonction de  $y$  devient :

$$\text{Équation 4} \quad \frac{\partial\lambda_r}{\partial y} = n_{sg} \times \frac{\partial\Lambda}{\partial y} \quad \text{avec} \quad n_{sg} = n_{eff} \times \left(1 - \frac{\lambda_r}{n_{eff}} \times \frac{dn_{eff}}{d\lambda}\right)^{-1}$$

Cette équation est similaire à l'expression de l'intervalle spectral libre (FSR pour Free Spectral Range) d'une diode laser ou d'un résonateur où l'indice de groupe, et non l'indice effectif, doit être pris en compte. Ici, nous avons un indice que l'on peut appeler l'indice de groupe spatial ( $n_{sg}$  pour spatial group index) à la place de l'indice de groupe (qui est en fait un indice de groupe spectral). Si on calcule l'indice effectif du mode guidé et sa dépendance spectrale on obtient alors la valeur  $n_{sg}=1,35$  (ligne pleine sur la figure 135b). Cette valeur est proche de celle calculée,  $1,37$ , en utilisant les épaisseurs nominales des différentes couches de nos composants et en prenant en compte la dispersion des matériaux, validant ainsi l'analyse proposée.

## ii Réflectivité et largeur spectrale

Dans cette partie, la réflectivité et la largeur spectrale sont étudiées en fonction du gradient de période du réseau central. La figure 136 représente la réflectivité et la largeur à mi-hauteur (FWHM pour Full Width at Half Maximum) des pics de résonance en fonction du gradient de période du GC ( $\partial\Lambda/\partial y$ ). Chaque point coloré représente la médiane des valeurs obtenues pour chaque GCRIGF. Les crochets englobent toutes les valeurs expérimentales. Comme prévu, la réflectivité diminue et la largeur spectrale augmente avec le gradient de période.



**Figure 136 :** La réflectivité (a) et la largeur à mi-hauteur (FWHM) (b) en fonction du gradient de période du réseau central GC. Les points colorés correspondent à la médiane des valeurs expérimentales, les crochets englobent toutes les valeurs expérimentales. Les courbes en pointillés représentent les résultats du modèle utilisant l'équation 7.

Pour comprendre ces observations, nous simplifions le problème avec une modélisation 1D de la réflectivité du GCRIGF. Considérons, tout d'abord, un faisceau Gaussien d'intensité  $I(y)$  exprimée comme :

$$\text{Équation 5} \quad I(y) = I_0 \times \exp \left[ -2 \left( \frac{y-y_0}{w_0} \right)^2 \right]$$

Où  $w_0$  est le « waist » du faisceau et  $y_0$  le centre de la Gaussienne. La réflectivité d'un CRIGF suit un modèle de type Fano. Cependant, ce modèle reste proche du modèle Gaussien, ce dernier est donc utilisé pour simplifier les calculs. Ainsi, admettons que la réflectivité spectrale d'un CRIGF peut être modélisée par :

$$\text{Équation 6} \quad R = R_b + R_0 \times \exp \left[ -2 \left( \frac{\lambda - \lambda_r}{\Delta\lambda} \right)^2 \right]$$

Où  $R_b$  est la réflectivité de la ligne de base,  $R_0$  l'amplitude de la résonance et  $\Delta\lambda$  la largeur spectrale. La longueur d'onde de résonance varie linéairement le long de l'axe  $y$  du gradient de période comme démontré précédemment. Puis, nous considérons que la réflectivité totale du GCRIGF est la somme des réflectivités locales pondérées par l'intensité locale du faisceau. Par de simples calculs nous trouvons donc :

Équation 7

$$R_g(\lambda) := \frac{\int I(y)R(y, \lambda)dy}{\int I(y)dy} = R_b + R_0 \times \frac{\Delta\lambda}{\left( \Delta\lambda^2 + \left( w_0 * \frac{\partial\lambda_r}{\partial y} \right)^2 \right)^{1/2}} \times \exp \left[ \frac{-2 \times (\lambda - \lambda_r)^2}{\Delta\lambda^2 + \left( w_0 \times \frac{\partial\lambda_r}{\partial y} \right)^2} \right]$$

Où la longueur d'onde de résonance du GCRIGF a été définie par  $\lambda_r = \lambda(y_0)$ . En tenant compte de la réflectivité de la ligne de base mesurée à  $R_b=0,08$  (Figure 133), nous avons pu ajuster nos mesures expérimentales avec ce modèle (courbes en pointillés sur la figure 136). Nous obtenons ainsi, un

« waist » du faisceau de  $w_0=9,6 \mu\text{m}$ , une amplitude de résonance de  $R_0=0,3$  et une largeur spectrale de  $\Delta\lambda=0,7 \text{ nm}$ , valeurs tout à fait réalistes. Ainsi, le modèle développé semble bien reproduire les résultats expérimentaux (points sur la figure 136).

Les dénominateurs mis en jeu dans l'équation 7 permettent de prévoir deux régimes différents. Les deux dépendent du « waist »  $w_0$ , de la largeur spectrale  $\Delta\lambda$  et du gradient d'accordabilité  $\partial\lambda_r/\partial y$ . Pour des petits « waists », des gradients peu prononcés et des grandes largeurs spectrales ( $\Delta\lambda \gg w_0 \times \partial\lambda_r/\partial y$ ), la largeur spectrale et la réflectivité du GCRIGF sont similaires à celles des CRIGFs classiques. A l'inverse, quand le gradient est plus fort, les variations de longueur d'onde à l'intérieur du « waist » du faisceau ( $w_0 \times \partial\lambda_r/\partial y$ ) ne peuvent plus être négligées par rapport à la largeur de raie initiale ( $\Delta\lambda$ ). Dans ce cas, la largeur spectrale augmente et la réflectivité chute par rapport aux CRIGFs classiques.

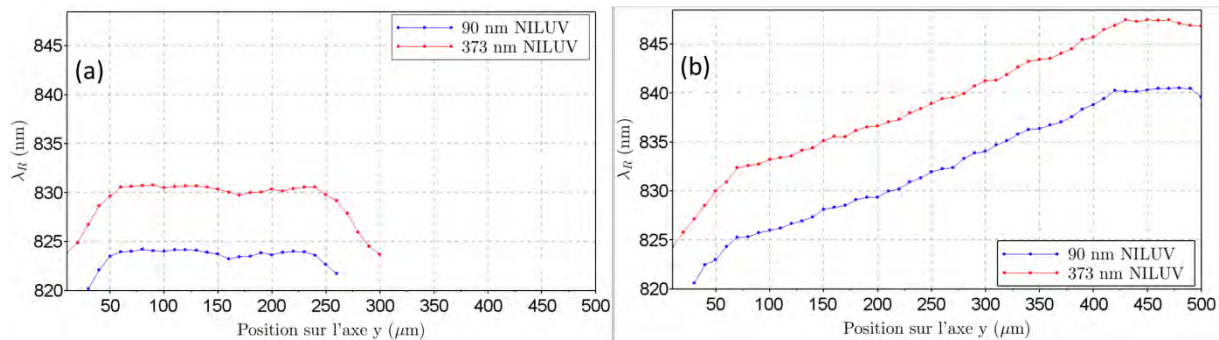
### iii Influence de la couche de résine NILUV

Lors des mesures au profilomètre mécanique de la couche de résine NILUV sur les GCRIGFs fabriqués par SNIL, nous avons aperçu que cette dernière n'était pas uniforme sur toute la surface des GCRIGFs. En effet, un surplus de résine de 20 nm apparaît aux niveaux des GCs ainsi qu'aux extrémités des gradients, surplus non négligeable par rapport à l'épaisseur totale de la résine (90 nm). Ceci pourrait entraîner une diminution de l'indice effectif et expliquer la diminution de la longueur d'onde de résonance que l'on observe aux extrémités des gradients (voir la figure 134 et la figure 135a). Cette hypothèse est renforcée par le fait que nous n'observons pas ces baisses sur les GCRIGFs fabriqués via lithographie électronique (Figure 126).

Pour vérifier cette hypothèse, les 90 nm de résine NILUV ont été délaqués pour être remplacés par une couche plus épaisse. Les effets de bord devraient diminuer ou dans le pire des cas être les mêmes que les précédents. Leurs proportions par rapport à l'épaisseur totale de résine seraient donc plus petites et négligeables. De plus, la limite entre le haut de la résine et l'air étant plus éloignée du cœur du guide, les variations d'épaisseur devraient avoir un impact beaucoup plus faible sur l'indice effectif du mode guidé et donc sur la longueur d'onde de résonance. Pour avoir les mêmes performances en matière de réflectivité hors résonance, des simulations ont été effectuées. Ainsi, une réflectivité hors résonance théorique nulle est obtenue pour une épaisseur de résine NILUV de 373 nm. Pour atteindre cette épaisseur, c'est la résine NILUV500 qui est utilisée. La résine est enduite par tournette avec une vitesse de rotation de 4050 tr/min, une accélération 5000 tr/min/s pendant 30 secondes. Le recuit est effectué à 60°C pendant 5 minutes. Puis, une impression est effectuée avec un film de Zeonorfilm® vierge pour aplanir la couche. Les mesures au profilomètre nous indiquent en effet que la couche est plane sur toute la surface des GCRIGFs.

La figure 137 compare les maxima des longueurs d'ondes en fonction de la position du faisceau laser le long de l'axe y pour deux GCRIGFs, le GCRIGFs sans gradients ( $\Lambda_{\text{fin}} = 510 \text{ nm}$ ) et le GCRIGFs avec  $\Lambda_{\text{fin}} = 525 \text{ nm}$  et ce pour les deux épaisseurs de résine déposées (90 nm en bleu, 373 nm en rouge). On remarque de suite que la réponse spectrale des gradients recouverts d'une couche de résine plus épaisse (lignes rouges) est décalée vers les grandes longueurs d'onde. En effet, une plus grande épaisseur de résine induit un indice effectif plus grand et donc un décalage vers les grandes longueurs d'onde. L'épaisseur de la résine permet ainsi d'effectuer un ajustement de la longueur d'onde de résonance en toute fin de procédé et ce après un premier jeu de caractérisation. Dans notre cas, un décalage de 7 nm est observé entre les deux épaisseurs de résines. De plus, avec

plus d'attention, on peut observer que les courbes d'un même gradient peuvent se superposer parfaitement. Les défauts sont positionnés exactement aux mêmes endroits que ce soit au centre des GCRIGFs ou aux bords de ceux-ci. Ils ne dépendent donc pas de la résine, ni de son épaisseur, ni de son état de surface. Au final, nous ne savons pas d'où proviennent ces déviations en longueur d'onde aux bords des gradients qui sont propres aux GCRIGFs fabriqués par le procédé SNIL. Des caractérisations complémentaires sont à prévoir afin d'évaluer l'état des réseaux sur toute la longueur du gradient (profondeur et profil des réseaux). Des déformations locales pourraient apparaître sur la surface du composant. Ces dernières ont été déjà observées sur les CRIGFs classiques mais leurs conséquences sur le filtrage n'étaient pas significatives. Ici, comme la surface du composant est plus grande, ces déformations peuvent être accentuées et n'être plus négligeables.



**Figure 137 :** Longueurs d'onde des réflectivités maximales des GCRIGFs en fonction de la position le long de l'axe y. (a) 510 nm et (b) 525 nm. Les courbes bleues représentent les GCRIGFs recouverts d'une couche de résine de NILUV de 90 nm, les courbes rouges de 373 nm.

Cependant, cette expérience nous a permis de dégager deux avantages sur l'utilisation de la résine NILUV comme matériau pour encapsuler les réseaux CRIGFs. Le premier repose sur le fait que la résine peut être supprimée et enduite de nouveau sur l'échantillon sans dégrader la réponse spectrale des filtres. Cette propriété peut s'avérer être très pratique si une erreur est survenue lors de l'enduction (mauvais paramétrage de l'enduction, défauts dans la résine...). Deuxièmement, la réponse spectrale peut être ajustée précisément post-procédé avec le dépôt de la résine. En effet, un écart de 7 nm sur la longueur d'onde de résonance a été observé sur nos échantillons (Figure 137) pour une différence d'épaisseur de couche de 280 nm environ, soit une accordabilité de 0,025 nm/nm d'épaisseur de couche. Comme la précision de l'enduction centrifuge est estimée à 10 nm, nous pouvons simplement, grâce à l'épaisseur de la couche de résine obtenir 28 réponses spectrales différentes sur une gamme de 7 nm, soit une précision de recalage de la réponse des filtres de 0,25 nm environs. Ceci permet d'ajuster finement la longueur d'onde de résonance des filtres fabriqués et peut éviter ainsi de recommencer une nouvelle session de procédé de fabrication.

### 3.4 Conclusion sur les GCRIGFs

Les premiers GCRIGFs ont été fabriqués par lithographie électronique et présentaient des résultats prometteurs. Cependant, ce procédé a été remplacé par le procédé SNIL développé dans cette thèse dès que celui-ci a été stabilisé.

La souplesse du procédé SNIL a ainsi permis de fabriquer de manière fiable et avec un bon rendement des filtres CRIGFs accordables grâce à un gradient de la période du GC. Plusieurs GCRIGFs ont été expérimentés avec différents gradients pour une même période de départ ( $\Lambda_{\text{départ}} = 510$  nm). Tous sont fonctionnels et présentent de larges gammes d'accordabilité. La plus grande plage

d'accordabilité de la longueur d'onde a été estimée à plus de 40 nm mais la source laser utilisée ne permettait pas d'obtenir tout le spectre de certains gradients. Nous pouvons donc penser que les gammes d'accordabilité peuvent être beaucoup plus grandes.

Un modèle simplifié a permis d'expliquer l'accordabilité obtenue en fonction du gradient de période du GC. Ce même modèle, a montré que la réflectivité (20-40%) et la largeur spectrale (FWHM=[0,7 ; 2,5] nm) des GCRIGFs dépendent de plusieurs paramètres, le « waist » du faisceau, la largeur de raie initiale et le gradient d'accordabilité  $\partial\lambda_r/\partial y$ . Quand le « waist » et le gradient d'accordabilité sont faibles, la réponse spectrale équivaut à celle d'un CRIGF classique. Lorsque ce n'est plus le cas, la réflectivité du pic diminue et la largeur spectrale augmente par rapport à celles des CRIGFs classiques.

## 4. CRIGFs MIR structurés dans l'arséniure de gallium

### 4.1 Présentation du Projet CALITREC

Cette partie de la thèse s'inscrit dans le cadre du projet ANR (Agence Nationale de la Recherche) CALITREC sous la supervision de Philippe ADAM de la DGA (Délégation Générale de l'Armement). Ce projet a pour but de développer une nouvelle gamme de sources laser en cavité externe émettant dans le moyen infrarouge (MIR). La longueur d'onde visée est 4,6  $\mu\text{m}$ . Ce dispositif doit intégrer un laser à cascades quantiques (QCL), une lentille et un CRIGF dans une cavité étendue. Cette source en cavité étendue exploite les propriétés optiques du CRIGF telles qu'une bonne finesse spectrale, une grande réflectivité mais aussi et contrairement aux GMRFs, une très grande acceptation angulaire [6]. L'ensemble constituerait une cavité laser accordable, compacte et stable. Elle serait ensuite intégrée dans des capteurs de gaz.

Pour la réalisation de ce projet, le consortium comprend plusieurs partenaires, chacun ayant un rôle bien défini :

- L'**Institut Fresnel** situé à Marseille pour la modélisation des CRIGFs et de leurs performances dans le MIR.
- Le **Laboratoire d'Analyses et d'Architectures des Systèmes (LAAS)** situé à Toulouse pour la fabrication des CRIGFs et l'intégration de ces filtres dans la cavité externe.
- Le **Laboratoire de Photonique Quantique et Moléculaire (LPQM)** situé dans l'enceinte de CentraleSupélec à Châtenay-Malabry pour la caractérisation des filtres CRIGFs.
- La **start-up MirSense** située à Palaiseau pour la fabrication des QCLs.

Les acquis théoriques et expérimentaux issus des CRIGFs de la gamme NIR ont été repris dans le but de les adapter à la nouvelle gamme MIR. Le processus de fabrication de ces derniers s'articule donc autour de la lithographie par nanoimpression. Cependant, plusieurs éléments comme la fabrication du moule dur ou les procédés des gravures ont été modifiés pour répondre au mieux aux exigences de la filière MIR.

### 4.2 Du CRIGF NIR au CRIGF MIR

Le procédé de lithographie par nanoimpression via moule souple a été repris pour la fabrication des CRIGFs MIR. Cependant, certaines étapes du procédé ont dû être adaptées pour de multiples raisons exposées dans cette partie. Ces modifications prouveront la flexibilité et l'adaptabilité du procédé de nanoimpression SNIL développé dans le chapitre 1 section 2.



Plusieurs composants photoniques à base de semi-conducteurs III-V ont déjà été réalisés par le biais de la NIL. Des UVNILs sont généralement effectuées lorsque des semi-conducteurs III-V sont en jeu car ces derniers sont fragiles et risqueraient de casser lors d'une TNIL où les pressions sont très importantes. C'est pour cela aussi que des moules souples sont préférés aux durs lors de l'UVNIL pour éviter toute contrainte mécanique sur les échantillons due à une poussière ou à un mauvais positionnement des éléments lors de la nanoimpression. Ainsi, Viheriälä et al. a réalisé des réseaux d'une période de 855 nm ( $\phi=0,5$ ) via une UVNIL pour l'élaboration de lasers à rétroaction répartie (DFB lasers) dans le NIR et le MIR (894 nm [95], 975 nm [96] et 2030 nm [97]). Il utilise un moule souple composé d'un substrat en verre sur lequel est déposé deux couches de PDMS (l'une dure, l'une souple) pour structurer un bicouche de résine par le biais d'une UVNIL. Ces résines, déposées sur l'échantillon, servent de masque pour une série de lift-off dont le but final est de graver un multicouche de semiconducteurs III-V épitaxié (GaSb, AlGaAsSb, InGaSb et GaAs par exemple) sur une profondeur de plusieurs micromètres. Des filtres CSG-DR (Chirped Sampled Gratings Distributed Reflector) de période de 240 nm ( $\phi=0,5$ ) ont aussi été structurés via une Hard-to-Hard UVNIL [98] dans une résine commerciale pour être finalement définis dans un substrat de phosphure d'indium (InP) par le biais d'un masque de SiN (réponse spectrale = [1520-1560] nm). Cependant, tous ces procédés présentés sont complexes et requièrent de nombreux équipements. Notre procédé a pour avantage d'utiliser la même technique de lithographie (NIL), que ce soit pour la fabrication du moule souple (TNIL) ou pour la structuration de la résine (UVNIL) ce qui concentre les travaux de ces deux étapes sur une seule machine.

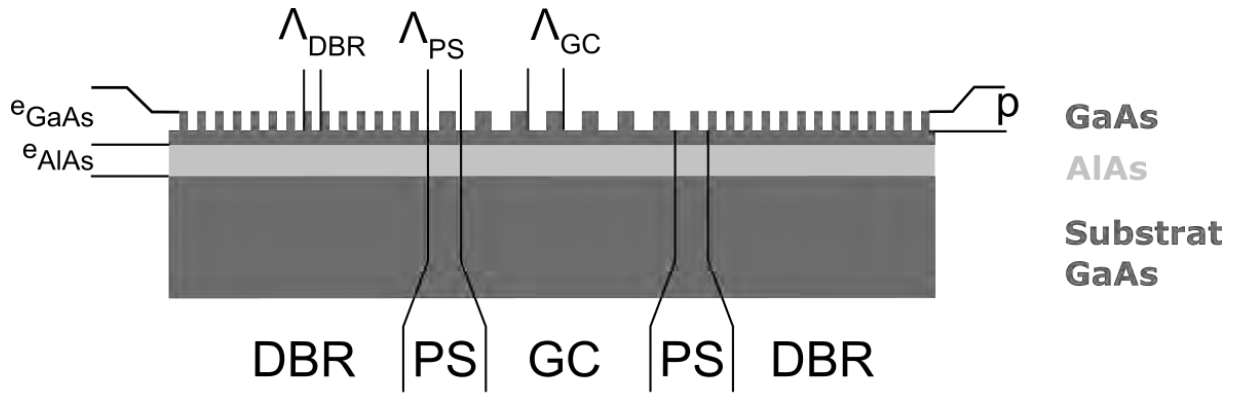
#### 4.2.a Filière GaAs

Comme annoncée dans l'introduction du projet CALITREC, la longueur d'onde visée (4,6  $\mu\text{m}$ ) appartient à la gamme du moyen infrarouge. Cette gamme spectrale ne permet pas d'utiliser le même substrat que pour les CRIGFs NIR (le verre). Le matériau idéal doit être transparent aux longueurs d'ondes concernées. Ce qui est le cas de la filière de l'arséniure de gallium (GaAs), semi-conducteur III-V, qui est couramment utilisée pour le MIR. La filière est mature et bénéficie d'une grande flexibilité d'indice optique. En effet, l'accord de maille entre l'arséniure d'aluminium (AlAs) et le GaAs permet de réaliser les alliages de type arséniure de gallium-aluminium ( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ) et donc d'obtenir n'importe quel indice optique entre  $n_{\text{GaAs}} = 3,32$  et  $n_{\text{AlAs}} = 2,86$ . De plus, le LAAS dispose, pour la réalisation d'épitaxie III-V, de plusieurs bâtis d'épitaxie. Le groupe Photonique a mené et continue de mener un grand nombre d'études dans cette filière ainsi que dans la filière GaSb (en collaboration avec l'IES de Montpellier), comme par exemple la réalisation de VCSELs (Vertical-Cavity Surface-Emitting Lasers) [99], [100], de diodes laser tout cristal photonique sur substrat d'antimoniure de gallium (GaSb) [101], de jonctions tunnels GaAs pour les cellules solaires [102] ou de composants photoniques pour le confinement électrique et optique [103]. La réalisation des CRIGFs se fera ainsi sur substrat GaAs, le guide d'onde et la couche supérieure seront des alliages issus de la technologie III-V déposés par épitaxie par jet moléculaire (MBE pour Molecular Beam Epitaxy).

#### 4.2.b Modélisation des CRIGFs MIR

Avant tout développement technologique, il est nécessaire de modéliser les composants pour pouvoir déterminer leurs performances optiques en fonction de leurs paramètres géométriques.

CRIGFs MIR structurés dans l'arséniure de gallium



**Figure 138** : Schéma présentant les principaux paramètres des CRIGFs MIR:  $p$ , la profondeur de gravure,  $e_{AlAs}$ , l'épaisseur de la couche d'AlAs,  $e_{GaAs}$ , l'épaisseur de la couche de GaAs, et  $\Lambda_{DBR}$ ,  $\Lambda_{GC}$  et  $\Lambda_{PS}$  les périodes respectives des réseaux de Bragg, du réseau central et des zones d'adaptation de phase.

Dans le cadre du projet CALITREC, la conception des CRIGFs a été effectuée par Anne-Laure Fehrembach et Evgueni Popov au sein de l'Institut Fresnel pour obtenir un filtre répondant au cahier des charges de la DGA. C'est-à-dire un CRIGF ayant un pic de résonance à  $4,6 \mu\text{m}$  et une largeur spectrale inférieure à  $3 \text{ nm}$ . Le guide d'onde est constitué par le fond de gravure de la couche supérieure de GaAs ( $n = 3,32$ ) (Figure 138). Il est séparé du substrat en GaAs par une couche d'AlAs ( $n = 2,86$ ) qui doit être suffisamment épaisse ( $e_{AlAs} > 5 \mu\text{m}$ ) pour isoler le guide d'onde du substrat. L'épaisseur de la couche supérieure de GaAs ( $e_{GaAs}$ ) est à déterminer. Pour cela, nous avons fourni des limites technologiques à l'Institut Fresnel pour la conception des CRIGFs, à savoir :

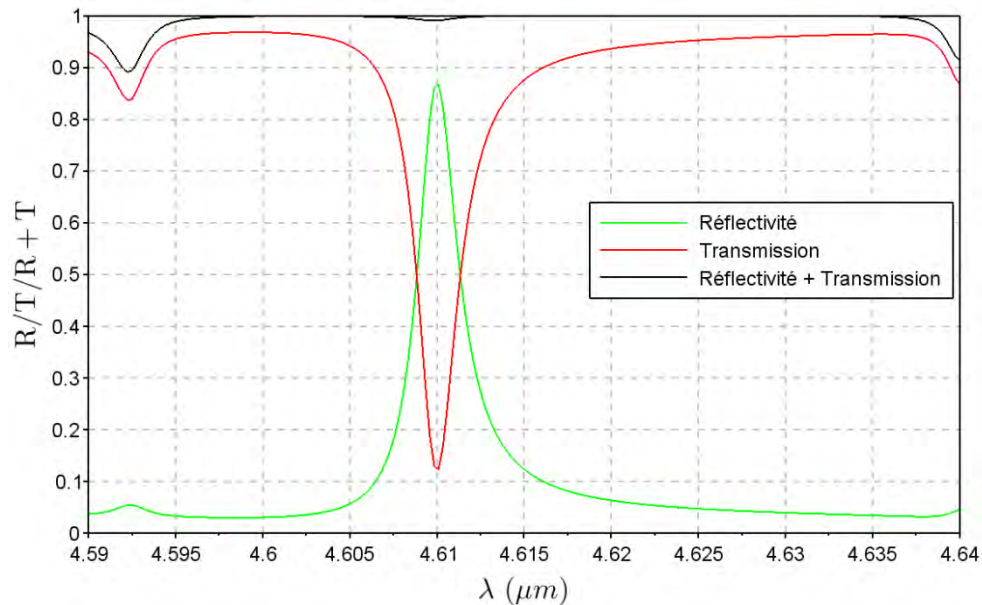
- une épaisseur totale des couches épitaxiées ( $e_{AlAs} + e_{GaAs}$ ) ne dépassant pas les  $10 \mu\text{m}$ ,
- des motifs dont la résolution minimale ne descend pas en dessous des  $200 \text{ nm}$ ,
- une profondeur de gravure en dessous des  $500 \text{ nm}$  ( $p < 500 \text{ nm}$ ).

Ces dimensions caractéristiques doivent permettre de rester compatibles avec les différents procédés de fabrication.

Les résultats apportés par l'Institut Fresnel nous donnent les caractéristiques des CRIGFs (période, nombre de période, épaisseurs des couches...). Plusieurs solutions ont été étudiées, elles présentent toutes un pic très fin résonant autour de  $4,6 \mu\text{m}$  ainsi qu'une réflectivité tendant vers les 100% mais c'est celle dont les paramètres géométriques sont présentés dans le tableau 23 qui a été choisie pour sa ligne de base qui ne dépasse pas les 10% (Figure 139).

Couche	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Zone	Nombre de périodes (N)	$\Lambda$ ( $\mu\text{m}$ )	$\phi$	$p$ ( $\mu\text{m}$ )	Taille totale $N \times \Lambda$ ( $\mu\text{m}$ )
$e_{GaAs}$	2,15	GC	41	$\Lambda = \Lambda_{GC} = 1,46$	$\phi_{GC} = 0,85$	0,536	59,86
$e_{AlAs}$	5,70	DBR	400 (x2 = 800)	$\Lambda_{DBR} = \Lambda_{GC}/2 = 0,73$	$\phi_{DBR} = 0,50$		292 (x2 = 584)
		PS	1 (x2 = 2)	$\Lambda_{PS} = \Lambda_{GC} \times 1,125 = 1,64$	$\phi_{PS} = 0$		1,64 (x2 = 3,28)

**Tableau 23** : Récapitulatif des paramètres des couches épitaxiées et des CRIGFs donnés par la solution choisie.



**Figure 139 :** Spectres théoriques de résonance selon la solution choisie. La réflectivité (courbe rouge) maximale atteinte pour  $\lambda=4,61 \mu\text{m}$  vaut  $R_{\text{max}} = 0,87$  pour une largeur à mi-hauteur de  $\text{FWHM} = 2,9 \text{ nm}$ . Simulations réalisées par l'Institut Fresnel. La transmission (courbe verte) permet d'estimer les pertes (courbe noire) autour de 0,009 au niveau de la longueur d'onde de résonance.

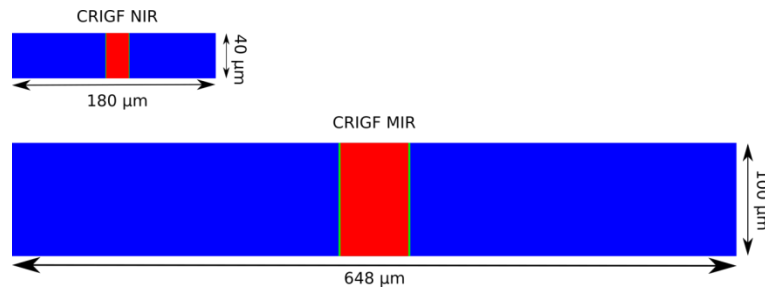
Les CRIGFs MIR ont donc une profondeur de réseaux égale à 536 nm et sont définis sur un bicouche constitué de GaAs ( $e_{\text{GaAs}} = 2,15 \mu\text{m}$ ) et d'AlAs ( $e_{\text{AlAs}} = 5,70 \mu\text{m}$ ) épitaxié sur un substrat GaAs. La structure idéale étant définie, il est maintenant nécessaire d'adapter le procédé de fabrication des CRIGFs pour parvenir à la fabriquer.

#### 4.2.c Fabrication du moule dur MIR

##### i Quelle lithographie pour le moule dur MIR ?

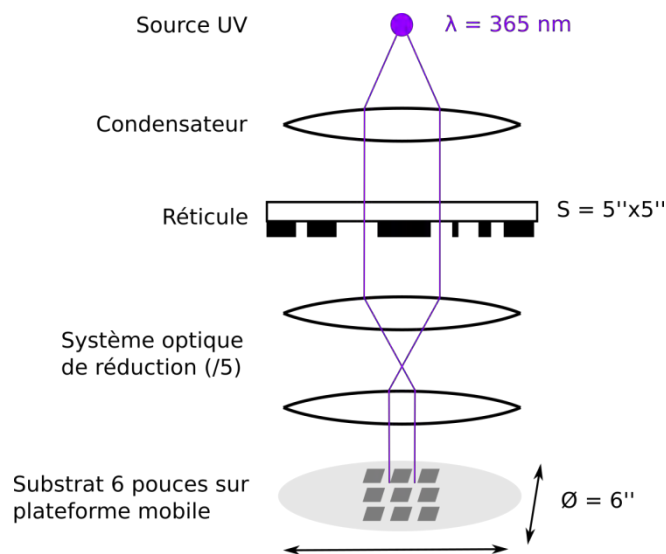
Comme vu dans la partie précédente, les dimensions des CRIGFs MIR, et par conséquent les surfaces à structurer, sont bien plus grandes que celles des CRIGFs NIR comme illustrés sur la figure 140. La surface d'un CRIGF NIR est d'environ  $7200 \mu\text{m}^2$  alors que celle d'un CRIGF MIR est de  $64800 \mu\text{m}^2$ , soit 9 fois plus grande. Avec de telles surfaces, la lithographie électronique sur GaAs serait, en plus d'être très coûteuse, extrêmement longue (>24h) et donc sensible aux dérives aux temps longs. Elle peut être aussi sujette à des défauts occasionnels dus par exemple à des vibrations intempestives qui peuvent déformer les motifs voire même dans certaines cas interrompre la lithographie. Il est donc judicieux de trouver une lithographie alternative pour contourner ces contraintes.

## CRIGFs MIR structurés dans l'arséniure de gallium



**Figure 140** : Illustration des tailles typiques des CRIGFs NIR (haut) et des CRIGFs MIR (bas). Les couleurs désignent les différentes parties des CRIGFS, rouge pour le GC, vert pour le PS (petit et difficilement visible) et bleu pour le DBR.

La lithographie par projection UV peut être une bonne candidate. L'aligneur présent dans la salle blanche du LAAS (Canon FPA-3000i4) permet d'insoler collectivement à travers un réticule une résine photosensible sur une surface maximale d'un substrat 6 pouces à une longueur d'onde de 365 nm (Figure 141). Ce qui donne la possibilité de fabriquer une quantité importante de moules durs en une seule lithographie. De plus, un système d'optiques permet la réduction de la taille des motifs du réticule par cinq. La limite de résolution de l'aligneur donnée par le constructeur est de 350 nm. Le substrat étant sur une plateforme mobile, l'aligneur permet aussi de répéter le même motif sur le substrat (technique du « step-and-repeat »). Cependant, la lithographie par UV nécessite un très bon contrôle des conditions d'insolation, notamment la mise au point sur l'échantillon qui est critique (très faible profondeur de champ). D'expérience, les meilleurs résultats en matière de résolution, de répétabilité et d'homogénéité sont obtenus sur substrats silicium. Notre moule dur a donc pour base un substrat 6 pouces en silicium.



**Figure 141** : Schéma représentatif du principe « step-and-repeat » de la lithographie par projection UV.

La résolution maximale de l'aligneur est de 350 nm. Or, le plus petit motif des CRIGFs MIR est environ égal à 220 nm de large. Il correspond à la largeur des dents du réseau GC ( $\Lambda_{GC} \times (1 - \phi_{GC}) = 1,44 \times 0,15 = 216 \text{ nm}$ ). Une telle résolution paraît difficile à atteindre. Cependant, la résolution de l'aligneur peut être meilleure pour un motif isolé que pour un motif périodique. Les taux de remplissage des GCs étant grands ( $\phi_{GC} = 0,85$ ), les motifs à haute résolution de notre masque sont suffisamment espacés (plus d'un micromètre) pour espérer atteindre la résolution nécessaire.

## ii Réticule

▪ *Fabrication du réticule*

La première étape de la lithographie consiste à fabriquer un réticule qui sera utilisé comme masque lors de l'insolation du moule dur (Figure 142). Il est élaboré via lithographie laser directe (Heidelberg DWL 200) (réticule utilisé dans l'étape ④ figure 142). Sa résolution maximale est de 800 nm. Le but de la lithographie est de constituer un masque de chrome où sont définis les CRIGFs sur un réticule en verre de taille 5x5 pouces carré. L'aligneur disposant d'un système optique permettant la réduction par cinq des motifs inscrit sur le réticule (Figure 141), les motifs définis sur ce réticule sont ainsi agrandis cinq fois par rapport à leur taille de base. Le plus petit motif du réticule est ainsi égal à  $220 \text{ nm} \times 5 = 1100 \text{ nm}$ . Cette valeur est sensiblement plus grande que la limite de résolution de notre lithographie laser ( $> 800 \text{ nm}$ ).

▪ *Définition du masque du réticule*

Plusieurs CRIGFs ont été élaborés avec des caractéristiques différentes. Plusieurs valeurs ont été choisies pour un seul et même paramètre afin de prévenir toute dérive ou décote lors du déroulement du procédé, de la fabrication du réticule à la gravure des réseaux dans la couche de GaAs. Les caractéristiques sélectionnées sont :

- Période du GC :  $\Lambda_{GC} = 1,44 \mu\text{m}$  ; **1,46  $\mu\text{m}$**  ;  $1,48 \mu\text{m}$ .
- Zone d'adaptation de phase (PS) : 0,9 ; 1,0 ; 1,1 ; **1,125** ; 1,2 ; 1,3 ; 1,5.
- Taux de remplissage des GCs :  $\phi_{GC} = 0,65$  ; 0,70 ; 0,75 ; 0,80.
- Taux de remplissage des DBRs :  $\phi_{DBR} = 0,35$  ; 0,45.

Les valeurs en gras sont les valeurs optimales définies par les modélisations de l'Institut Fresnel. D'expérience, les taux de remplissage augmentent avec la lithographie par projection UV (décote positive). C'est pourquoi les valeurs optimales pour les taux de remplissage (**0,85** pour le GC et **0,5** pour les DBRs) n'ont pas été codées et n'apparaissent pas sur le masque. Des valeurs plus faibles ont été choisies pour anticiper ces décotes positives [Pour plus de détails, Voir la section 4.3.c de ce chapitre].

CRIGFs MIR structurés dans l'arséniure de gallium

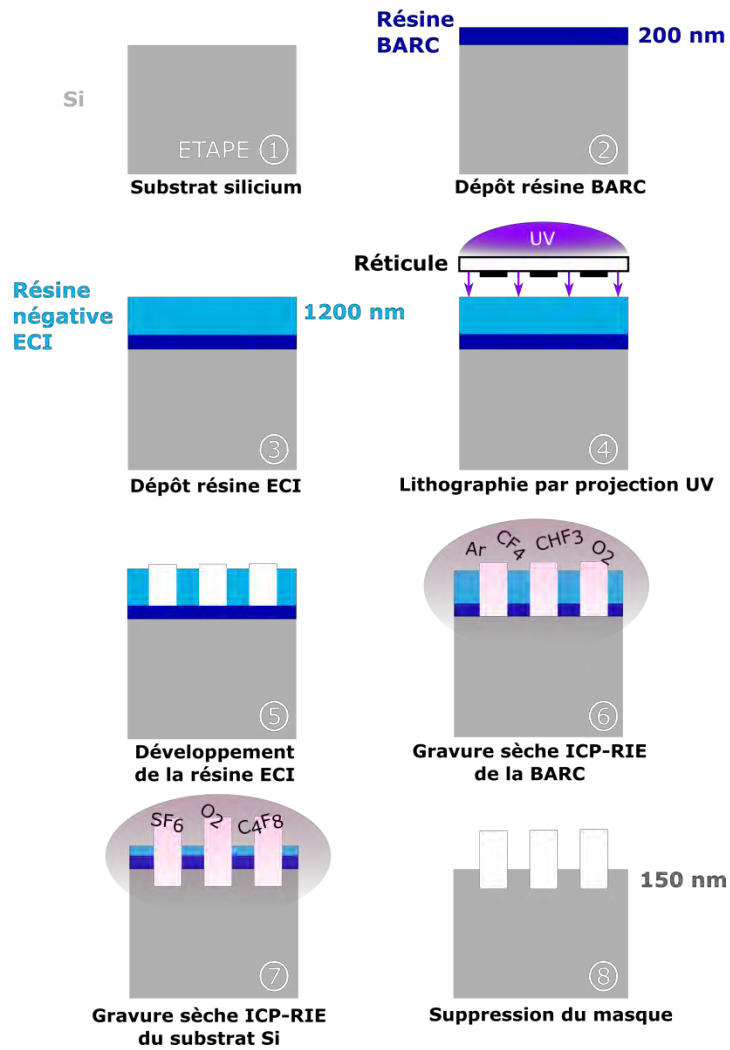
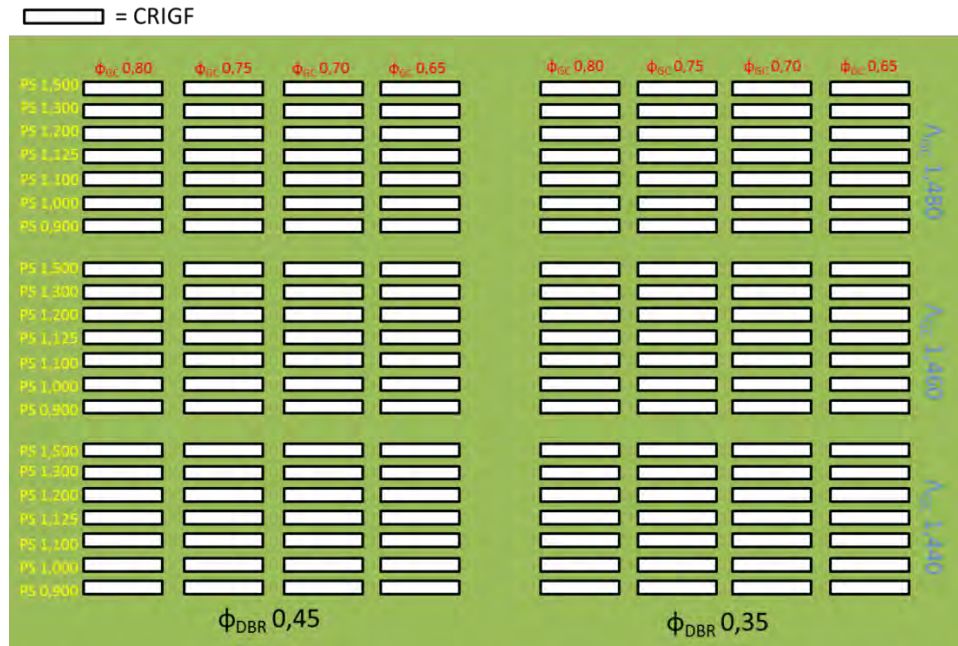


Figure 142 : Résumé du procédé de fabrication des moules durs en silicium pour les CRIGFs MIR.

En croisant tous les paramètres, 168 CRIGFs différents composent le motif original que nous appellerons « bloc » pour la suite des travaux (Figure 143). Ce bloc sera répété deux fois sur le réticule, l'un dirigé verticalement (bloc V), l'autre horizontalement (bloc H) par rapport au sens d'écriture de la lithographie laser. Des différences notables de résolution pourraient être obtenues entre les deux blocs [Voir la section 4.3.b de ce chapitre] puisque l'un des deux blocs sera dessiné dans le sens des traits des réseaux et l'autre à la perpendiculaire.



**Figure 143 :** Schéma représentant un « bloc » de 168 CRIGFs ( $\approx 3,6 \times 5,5 \text{ mm}^2$ ). Les différentes caractéristiques géométriques mises en jeu sont : la période du GC ( $\Lambda_{GC}$ ), la zone d'adaptation de phase (PS), le taux de remplissage du GC ( $\phi_{GC}$ ) et le taux de remplissage des DBRs ( $\phi_{DBR}$ ).

iii Procédé de fabrication du moule dur MIR

Avant la lithographie proprement dite, le substrat 6 pouces en silicium est enduit d'un bicouche de résine (étapes ② et ③ dans la figure 142). Une première couche de résine antireflets AZ® BARLi® 200 [104] (plus connue sous le nom de BARC pour Bottom AntiReflective Coating) est nécessaire. En effet, une partie du rayonnement UV est réfléchi à la surface du substrat en silicium. Ce rayonnement réfléchi interfère avec le rayonnement incident et forment une onde stationnaire. Le profil des creux et des pics d'intensité de cette onde sont répercutés le long des flancs de la résine photosensible diminuant ainsi la résolution de la lithographie [105]. La résine BARC empêche ce phénomène en évitant la réflectivité des rayons UVs sur le substrat. Une couche de résine photosensible négative AZ ECI 3012 est ensuite enduite [106]. Les paramètres des deux enductions sont décrits dans le tableau 24.

Résine	Volume	Vitesse de rotation	Accélération	Temps	Epaisseur	Recuit	
						Température	Temps
BARC	5 mL	3000 rpm	5000 rpm/s	30 s	200 nm	200°C	60 s
ECI	5 mL	3600 rpm	5000 rpm/s	30 s	1200 nm	90°C	60 s

**Tableau 24 :** Récapitulatif des enductions et des recuits des résines BARC et ECI.

Le substrat est ensuite introduit dans l'enceinte de l'aligneur. Un des deux blocs décrit précédemment est insolé et reproduit plusieurs fois sur le substrat (« step-and-repeat »). Les blocs insolés se différencient par la dose UV de la lithographie (12 doses différentes de 500 à 1050 J/m<sup>2</sup>, par pas de 50 J/m<sup>2</sup>) et par la focalisation du faisceau lors de la lithographie (14 focalisations différentes de -0,8 à +0,5 μm, par pas de 0,1 μm). Au final 168 blocs de 168 CRIGFs sont inscrits sur un substrat 6 pouces. Deux substrats 6 pouces ont été insolés de cette manière l'un avec 168 blocs H l'autre avec 168 blocs V. D'après les recommandations du fabricant des résines, un recuit après insolation de 110°C pendant 90 secondes est ensuite effectué. Il est suivi d'une révélation au développeur MF-CD26 (étapes ⑤ dans la figure 142). Les substrats ainsi révélés sont ensuite gravés

par gravure plasma ICP (Trikon Omega-201 ICP-RIE) en trois étapes (étapes ⑥ à ⑧ dans la figure 142). La première étape consiste à graver les 200 nm de BARC avec un mélange de gaz  $O_2/CHF_3/CF_4/Ar$  avec des proportions respectives de 5:1:1:1. La seconde étape est la gravure du silicium avec un mélange de  $C_4F_8/SF_6/O_2$  avec des proportions égales respectivement à 15:10:1. La troisième étape consiste à supprimer les résidus de résines, une suite de nettoyages étant effectuée :

- bain d'acétone puis rinçage à l'éthanol puis à l'eau désionisée (EDI),
- bain de mélange « piranha » (Mélange d' $H_2O_2:H_2SO_4$  1:1) puis rinçage à l'EDI,
- nettoyage au plasma dioxygène ( $O_2$ ) pendant 5 min. Puissance : 800 W.

Après le retrait des résidus de résines, le substrat de moules durs est ensuite clivé en plusieurs échantillons ( $3 \times 4 \text{ cm}^2$ ), plus adaptés à la suite des opérations en particulier la SNIL.

#### iv Préparation du substrat GaAs

Le moule dur étant fabriqué, il est maintenant nécessaire de préparer les substrats GaAs qui accueilleront au final les CRIGFs MIR. Le procédé de fabrication des CRIGFs MIR s'effectuera sur un substrat 4 pouces GaAs poli face arrière afin de pouvoir y déposer la couche antireflet.

#### v Epitaxie

L'épitaxie par jet moléculaire s'effectue dans le bâti MBE (Molecular Beam Epitaxy) Riber 412 présent dans la salle blanche du LAAS. Il comporte toutes les sources nécessaires, les cellules d'effusion, pour notre composant (à savoir des sources de gallium, d'arsenic et d'aluminium). La technique MBE permet la croissance cristalline de plusieurs matériaux par jets moléculaires sur un substrat. Cette technique permet le dépôt de couches très fines (quelques nanomètres) mais requiert en contrepartie un vide extrêmement poussé (ultravide de  $10^{-8}$  à  $10^{-10}$  Torr). Cette méthode d'épitaxie permet le contrôle de la croissance en temps réel grâce au détecteur RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction) captant in situ la diffraction d'électrons de haute énergie en incidente rasante ( $1$  à  $4^\circ$ ). Ce contrôle est nécessaire pour déposer dans un premier temps les  $5,70 \mu\text{m}$  d'AlAs et dans un deuxième temps les  $2,15 \mu\text{m}$  de GaAs. Ces épaisseurs importantes nécessitent une épitaxie longue ( $>10 \text{ h}$ ).

#### vi Masque de Gravure GaAs

La problématique de la structuration des réseaux dans le substrat n'est pas la même pour les CRIGFs MIR que pour les CRIGFs NIR puisque le matériau de la couche supérieure diffère (Figure 144). Pour les CRIGFs NIR, une couche de NILUV est directement enduite pour être ensuite structurée par SNIL et au final être utilisée comme masque de gravure pour la couche supérieure de  $SiO_2$ . L'utilisation de la résine NILUV comme masque de gravure pour la couche de GaAs a été écartée car les gaz utilisés pour la gravure sèche du GaAs (Dichlore principalement) dissolvent très rapidement la résine. Un nouveau matériau doit être donc proposé comme masque de gravure intermédiaire avec une sélectivité suffisante par rapport au GaAs.

Les travaux de Youness Laaroussi [107], ancien doctorant au LAAS, ont été repris pour la gravure du GaAs. Il utilisait une gravure ICP-RIE (Inductively Coupled Plasma – Reactive-Ion Etching) à partir d'un mélange de dichlore ( $Cl_2$ ), de diazote ( $N_2$ ) et d'argon (Ar). Avec ce protocole, il obtenait des réseaux de GaAs avec des flancs verticaux et avec une grande vitesse de gravure ( $1300 \text{ nm/min}$ ). Pour obtenir de tels résultats, il déposait une couche de  $SiO_2$  comme masque de gravure. La sélectivité de la gravure est très grande entre le  $SiO_2$  et le GaAs, elle est de 15:1. Ces conditions nous semblent donc adéquates pour nos gravures, les  $536 \text{ nm}$  de profondeur de gravure dans le GaAs seront normalement faciles à atteindre avec une fine couche de  $SiO_2$ .



De plus, la SNIL peut être utilisée comme procédé de structuration puisque celle-ci a été développée justement sur une couche de  $\text{SiO}_2$  pour les CRIGFs NIR. Une bonne adhérence entre la résine NILUV et la silice a été observée et les paramètres et les limites de gravures NILUV sur  $\text{SiO}_2$  sont d'ores et déjà connus.

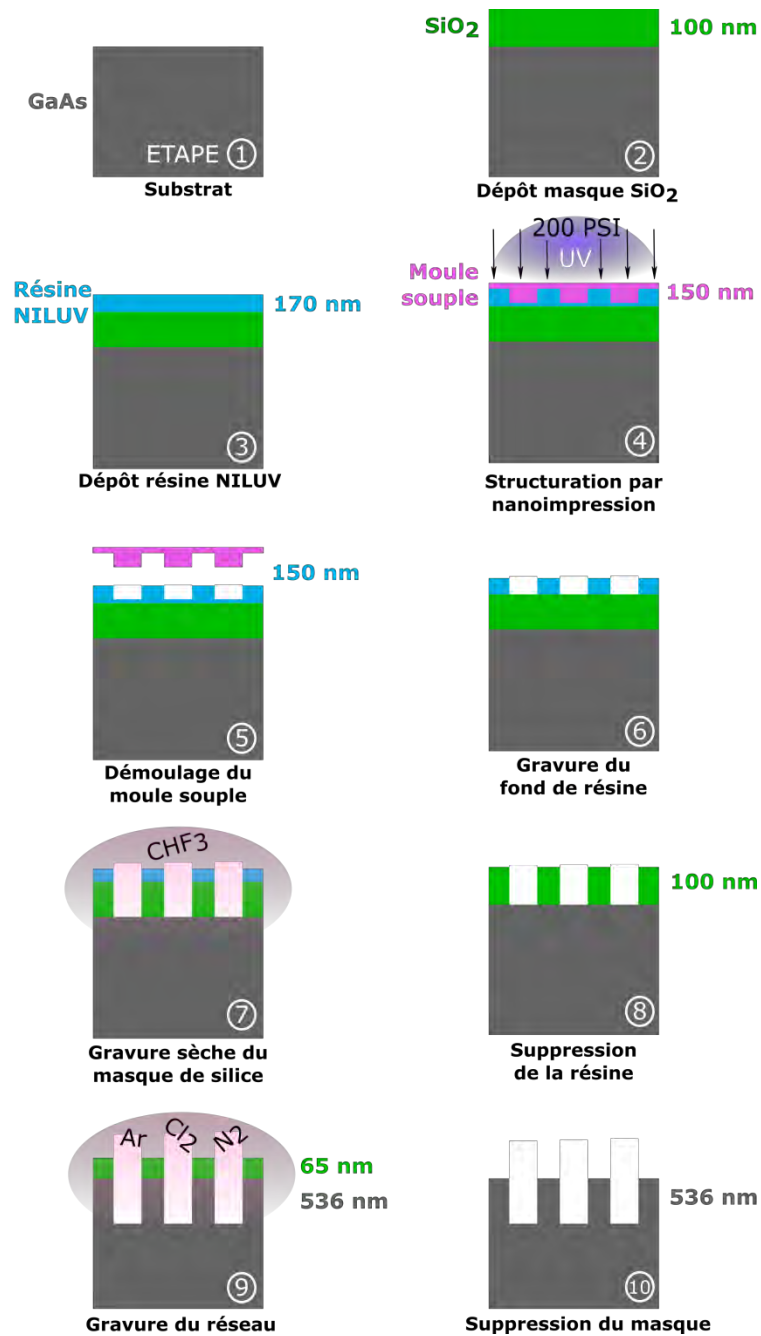


Figure 144 : Résumé du procédé de fabrication des CRIGFs MIR.

La sélectivité entre le  $\text{SiO}_2$  et le GaAs est de 15:1. Pour graver 536 nm de GaAs, un masque d'une épaisseur minimale de 35 nm de  $\text{SiO}_2$  est nécessaire. Au vu des résultats obtenus sur les CRIGFs NIR et des dimensions caractéristiques très grandes des CRIGFs MIR, nous avons choisi de travailler avec un masque de  $\text{SiO}_2$  de 100 nm d'épaisseur qui peut être aisément ouvert avec 170 nm de résine NILUV comme masque. Cette épaisseur de résine implique alors de travailler avec un moule dur de

150 nm de profondeur pour être dans des conditions optimales lors de l'UV NIL. Ce choix permet en d'avoir une certaine marge d'erreur lors des gravures (étape ② et ③ dans figure 144).

Après le dépôt de masque de SiO<sub>2</sub>, le substrat 4 pouces est clivé en plusieurs échantillons (1,5x1,5 cm<sup>2</sup>), plus adaptés à la suite des opérations en particulier la SNIL.

#### vii SNIL pour les CRIGFs MIR

Lorsque le substrat épitaxié est recouvert de silice, le procédé de SNIL peut être effectué (étape ④ et ⑤ dans figure 144). Les motifs les plus petits se situent au niveau des GCs (220 nm environ). Le moule dur étant gravé de 150 nm, le facteur de forme ne sera donc jamais au-dessus de 0,69/1 ce qui est bien en-dessous de la valeur critique obtenue pour les filtres NIR (1,4/1). Les démoulages devraient s'effectuer sans les difficultés rencontrées précédemment. Peu de défauts et d'arrachements devraient être observés. Dès lors, aucune modification n'a été apportée par rapport au procédé développé pour les CRIGFs NIR. Les paramètres des deux lithographies par nanoimpression (TNIL et UVNIL) n'ont pas été modifiés [Voir chapitre 1 section 2.3.d pour la TNIL et section 2.4.a pour l'UVNIL].

#### viii Gravures sèches

Après avoir structuré la couche de résine, une série de cinq gravures doit être effectuée (Étapes ⑥ à ⑩ dans figure 144). Les trois premières permettent le transfert des motifs de la résine NILUV au masque de SiO<sub>2</sub>, ce sont les mêmes que celles décrites dans le chapitre 1 section 2.5. En revanche, les deux dernières sont spécifiques au CRIGFs MIR puisqu'elles servent à graver les réseaux dans la couche de GaAs et à éliminer le reste du masque de SiO<sub>2</sub>.

Le procédé de gravure du GaAs sur masque SiO<sub>2</sub> a été repris de la thèse de Youness Laaroussi [107]. Le protocole de gravure ICP-RIE du GaAs intègre un mélange de différents gaz : dichlore, diazote et argon. Les débits de ces gaz ont été optimisés afin de réduire les effets de tranchées et ainsi obtenir des flancs de gravure verticaux. Les paramètres de la gravure sont décrits dans le tableau 25.

Type de gravure	ICP-RIE		
	Substrat	Masque	
Matériau	GaAs	SiO <sub>2</sub>	
Vitesse de gravure (nm/min)	1300		
Sélectivité du masque	>15:1		
Gaz	Cl <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	Ar
Débit (sccm)	70	15	5
Pression (mTorr)	5		
Température (°C)	30		
Puissance (W)	Plasma	Polarisation substrat	
	500	60	

Tableau 25 : Récapitulatif des paramètres de gravure ICP-RIE du substrat de GaAs à travers le masque de SiO<sub>2</sub>.

La couche de SiO<sub>2</sub> restante est supprimée également par gravure ICP-RIE. Une minute suffit pour supprimer la totalité des résidus sur le substrat de GaAs (Tableau 26).

Type de gravure	ICP-RIE	
Matériau	SiO <sub>2</sub>	
Vitesse de gravure (nm/min)	130	
Gaz	CF <sub>4</sub>	
Débit (sccm)	40	
Pression (mTorr)	5	
Température (°C)	30	
Puissance (W)	Plasma	Polarisation substrat
	500	40

Tableau 26 : Récapitulatif des paramètres de gravure ICP-RIE de la couche restante du masque de SiO<sub>2</sub>.

#### ix Couches antireflets MIR

Pour avoir de meilleures performances optiques, un système antireflet est nécessaire à l'arrière de l'échantillon pour éviter une modulation de type Fabry-Pérot sur la réponse spectrale du filtre. Pour les CRIGFs NIR, un bicouche Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> est déposé en face arrière. Pour cette nouvelle gamme spectrale, les matériaux couramment utilisés comme multicouches antireflet sont l'oxyde d'yttrium (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [108] ou le dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) [109]. Mais ces derniers ne sont pas disponibles au sein du laboratoire. Ainsi, plusieurs solutions de systèmes antireflets ont été envisagées pour les CRIGFs MIR : monocouche, bicouche, réseaux HCG... Les différentes simulations sont détaillées dans l'annexe 1. Au final, un bon compromis a été trouvé avec un dépôt d'une monocouche de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> de 617 nm. Ce système est simple à réaliser et l'antireflet est bien centré autour de la longueur d'onde 4,6 μm et atteint une réflectivité minimale au-dessous de 10<sup>-3</sup>.

### 4.3 Résultats technologiques

#### 4.3.a Epitaxie

Les premiers résultats d'épitaxies nous montrent des épaisseurs tout à fait satisfaisantes (Figure 145a) pour la couche de GaAs et d'AlAs. Cependant, nous observons des dislocations au niveau de la couche d'AlAs dues aux relaxations de contrainte entre le substrat GaAs et la couche d'AlAs [110]. De plus, avec les épaisseurs mises en jeu, l'AlAs peut facilement s'oxyder à l'air [111]. La couche est instable, s'effrite et se décolle du substrat GaAs rendant la suite du procédé impossible.

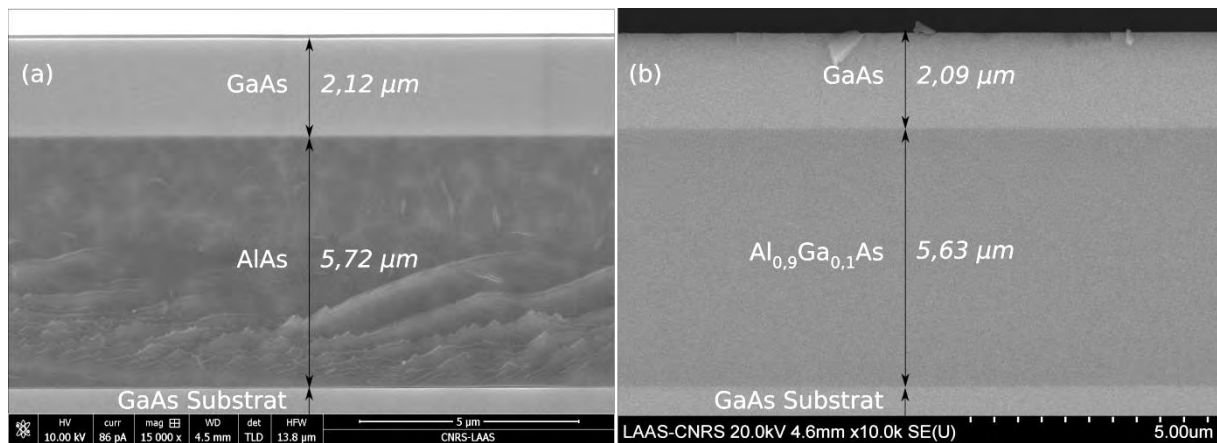
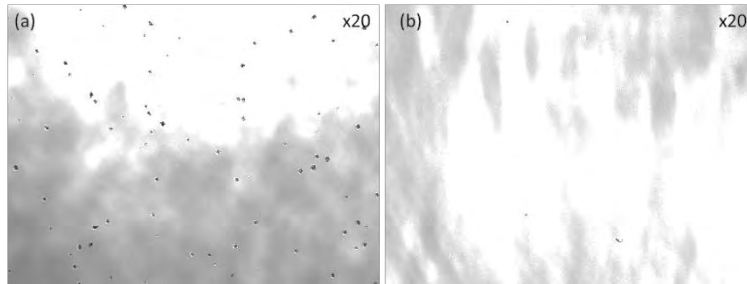


Figure 145 : Images au MEB des différentes couches d'épitaxie. (a) : Avec une couche d'AlAs. (b) : Avec une couche d'Al<sub>0,9</sub>Ga<sub>0,1</sub>As.

Pour empêcher ce phénomène, une petite quantité de gallium a été ajoutée à l'alliage AlAs pour donner une couche d'Al<sub>0,9</sub>Ga<sub>0,1</sub>As. Les contraintes avec le substrat sont moindres, les dislocations ont disparu et la couche épitaxiée reste stable dans le temps (Figure 145b).

Malgré cette amélioration, d'importantes quantités de défauts ovales apparaissent à la surface de la couche de GaAs (Figure 146a). Ils se forment à l'interface  $Al_{0,9}Ga_{0,1}As/GaAs$  sous forme de macles et se propagent à travers la couche de GaAs jusqu'à la surface. Ils sont généralement dus à des impuretés engrangées par la contamination d'une cellule de Knudsen d'un matériau. Ces impuretés peuvent être des particules issues des semi-conducteurs présents dans le bâti comme  $Ga_2O_3$ ,  $As_2O_3$  ou alors des particules carbonées [112]–[114]. Dans notre cas, c'est la cellule d'arsenic qui est contaminée. L'utilisation d'une seconde source d'arsenic dans le bâti d'épitaxie nous a permis d'obtenir des couches épitaxiées de bien meilleure qualité (Figure 146b).



**Figure 146 :** Images au microscope optique confocal (a) du dessus d'un substrat épitaxié comportant des défauts ovales dus à la contamination de la cellule d'arsenic (plaque A599), (b) d'un substrat épitaxié avec la cellule d'arsenic non-contaminée (plaque A745).

Les premières épitaxies ont été effectuées sur des substrats de GaAs dépolis face arrière. Or, un système antireflet est prévu face arrière nécessitant une face polie et propre pour le dépôt des couches antireflets. Les dernières épitaxies ont donc été faites sur des substrats GaAs polis deux faces.

Ainsi, plusieurs substrats ont été épitaxiés durant la thèse. Leurs différents paramètres sont résumés dans le tableau 27. Au final, les valeurs des épaisseurs atteintes dévient au maximum de 10% par rapport à celles souhaitées.

Substrat GaAs épitaxié	Couche séparatrice		$e_{GaAs}$ ( $\mu m$ )	Défauts ovales	Poli deux faces
	$e_{AlAs}$ ( $\mu m$ )	$e_{AlGaAs}$ ( $\mu m$ )			
A366	2,12		5,72	++++	
A427		2,33	6,21	++++	
A544		2,06	5,42	++	
A599		2,19	5,54	+++	Oui
A745		2,09	5,63	+	Oui
Idéal	2,15		5,7	0	Oui

**Tableau 27 :** Récapitulatif des différents substrats épitaxiés. Les épaisseurs des couches idéales correspondent aux valeurs optimales données par les simulations de l'Institut Fresnel.

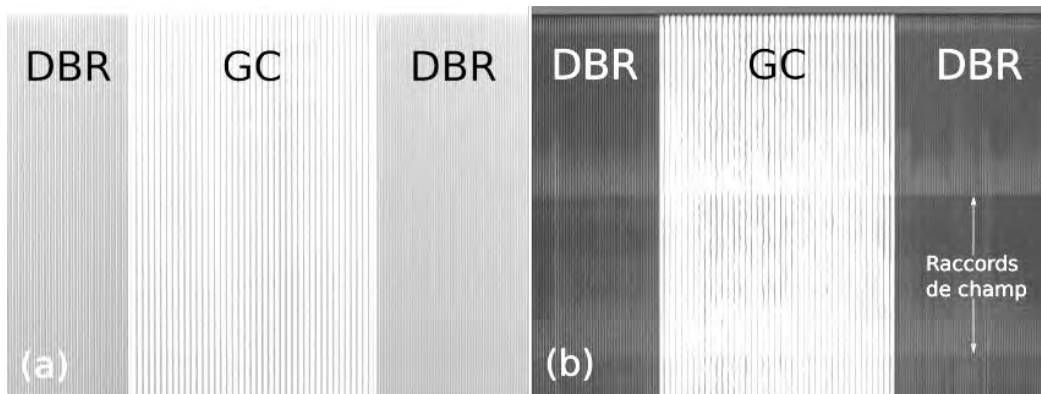
#### 4.3.b Bloc V/BLOC H

Comme expliqué au début de cette partie, plusieurs doses et plusieurs focalisations ont été testées pendant la création des moules durs par lithographie par projection UV. Au final, 168 blocs H et 168 blocs V ont été gravés. Seuls trois blocs ont été sélectionnés car ils présentaient le plus grand nombre de CRIGFs résolus. En effet, beaucoup de CRIGFs n'étaient pas, peu ou mal définis sur le moule dur car les conditions d'insolation et de gravure n'étaient pas les bonnes (surdosage, sous-gravés...). Les trois blocs sélectionnés sont les suivants :

-**L5C6** pour une dose de **750 J/m<sup>2</sup>** et une focalisation de **-0,4  $\mu m$** ,

-**L4C9** pour une dose de **900 J/m<sup>2</sup>** et une focalisation de **-0,3  $\mu m$** ,

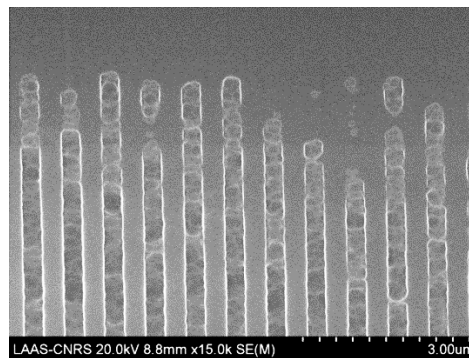
-L5C9 pour une dose de  $900 \text{ J/m}^2$  et une focalisation de  $-0,4 \text{ }\mu\text{m}$ .



**Figure 147** : Images au microscope optique ( $\times 100$ ) de moules durs CRIGFs ( $p = 1,480 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $\phi_{GC} = 0,75$ ,  $\phi_{DBR} = 0,45$ ). (a) : Bloc V, dont le sens d'écriture est perpendiculaire aux lignes des réseaux. (b) : Bloc H, dont le sens d'écriture est parallèle aux lignes des réseaux.

Pour des doses et des focalisations identiques, les CRIGFs des blocs V, ceux dont le champ de balayage d'écriture est perpendiculaire aux lignes des réseaux, sont mieux résolus (Figure 147a). Les CRIGFs des blocs H, ceux dont le champ de balayage d'écriture est parallèle aux lignes des réseaux, présentent de forts raccords de champs au sein des filtres. Ces raccords de champ sont visibles sur l'image au microscope sous la forme de lignes horizontales le long du CRIGF (Figure 147b). De plus, les réseaux des blocs H à forts taux de remplissage ( $\phi_{GC}=0,75$ ) sont mal définis, ils n'apparaissent pas rectilignes. Une insolation par un champ d'écriture perpendiculaire aux lignes des réseaux semble donc préférable pour la fabrication des CRIGFs sur moules durs, c'est pourquoi, uniquement les CRIGFs issus des blocs V ont été gardés pour la suite.

Néanmoins, même sur ces trois blocs V, les CRIGFs avec un taux de remplissage de 0,35 pour les DBRs sont défectueux (Figure 148). Les réseaux ne sont pas bien sortis de la lithographie et les tranchées des réseaux sont discontinues et rugueuses. Elles sont trop fines pour pouvoir être définies correctement sur le moule dur avec les conditions d'insolations décrites précédemment.



**Figure 148** : Exemple de DBRs sur moule dur avec  $\phi_{DBR} = 0,35$ .

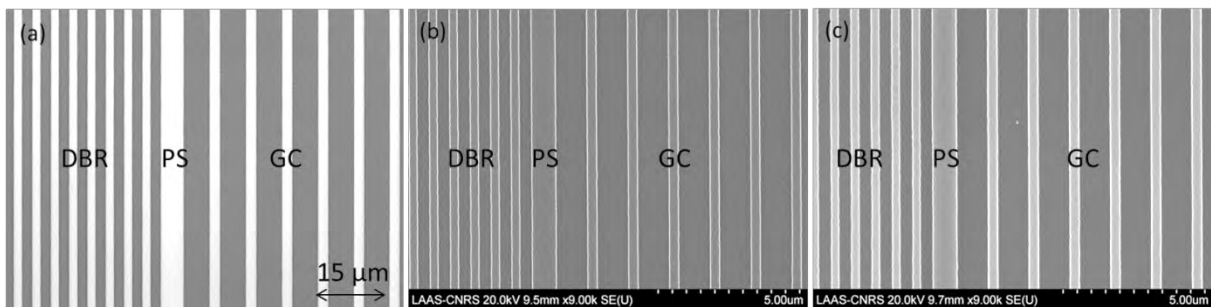
Au final, les caractérisations qui vont suivre (dans les parties 4.3.c et 4.3.c) ont été faites uniquement sur les CRIGFs avec un taux de remplissage DBRs de 0,45 sur les blocs VL5C6, VL5C6 et VL4C9.

#### 4.3.c Taux de remplissage

L'étude suivante permet de suivre l'évolution des différents taux de remplissage tout au long du procédé, du réticule aux échantillons finaux. Le contrôle des taux de remplissage est important. Ceux des GCs permettent l'optimisation du couplage du réseau central au faisceau incident. Ceux des DBRs

permettent de localiser le mode couplé au centre du GC et éviter ainsi des éventuelles pertes aux bords du CRIGFs. Les taux de remplissage optimaux sont estimés, pour rappel, à 0,85 pour les GCs et à 0,5 pour les DBRs. Le but de cette étude est de définir les conditions optimales offrant le meilleur compromis entre une décote la plus faible possible et des valeurs de taux de remplissage les plus proches possibles de celles optimales.

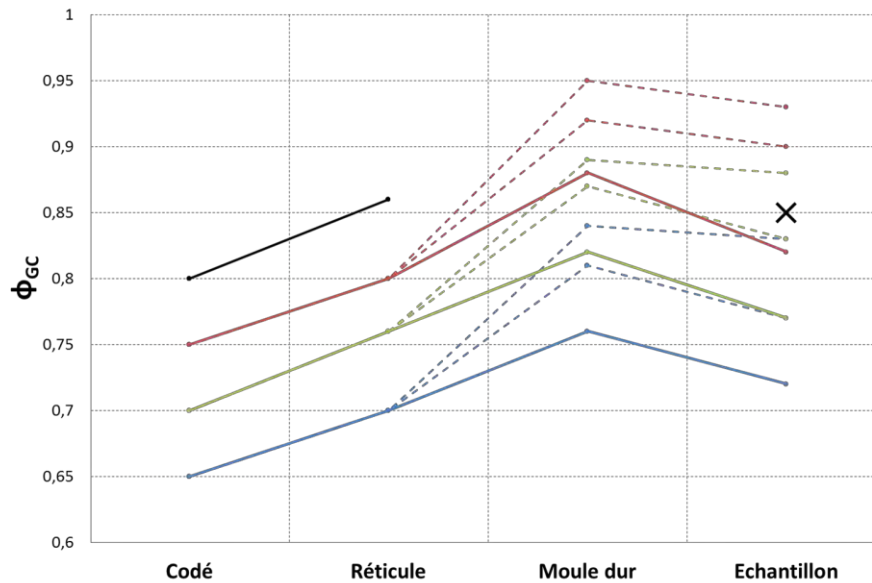
Nous savions d'expérience qu'une décote positive apparaissait lors de procédé impliquant la lithographie par projection UV sur une résine négative. C'est pourquoi différents taux de remplissage légèrement inférieurs aux valeurs optimales ont été choisis pour la modélisation des CRIGFs MIR ( $\phi_{\text{DBR}}=[0,35, 0,45]$  et  $\phi_{\text{GC}}=[0,65, 0,70, 0,75, 0,80]$ ). Les mesures de taux de remplissage ont été faites par microscope optique pour le réticule et par microscope électronique à balayage (MEB) pour les moules durs et les échantillons finaux (Figure 149).



**Figure 149 :** (a) Image au microscope optique du masque du réticule, dépôt de chrome sur verre. (b) Images au MEB du moule dur sur silicium. (c) Image au MEB de l'échantillon final sur GaAs.

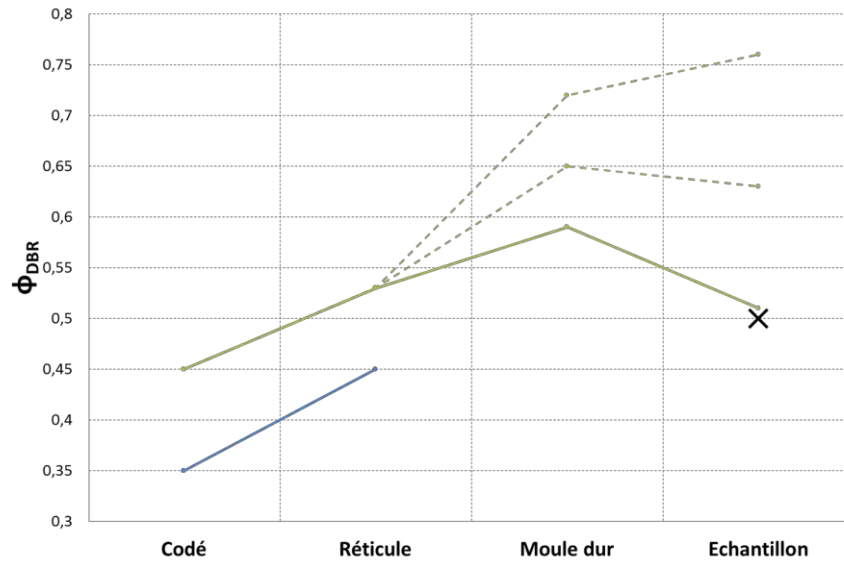
La figure 150 représente l'évolution des taux de remplissage des GCs au cours des différentes étapes procédé de fabrication des CRIGFs MIR, à savoir, les taux codés initialement pour la réalisation du réticule, les taux mesurés directement sur le réticule fabriqué, le taux obtenus sur le moule dur et les taux structurés dans l'échantillon final. Les trois courbes apparaissant à partir du moule dur représentent les différents paramètres de dose et de focalisation présentés dans la section 4.3.b de ce chapitre. Le détail des mesures est présenté dans l'annexe 2. Les courbes pleines correspondent aux conditions de fabrication induisant le moins de décote possible. On peut remarquer qu'une décote positive apparaît lors de la réalisation du réticule et du moule dur alors que la SNIL induit une décote négative. Cependant, celle-ci n'est pas suffisante pour compenser la décote positive des deux premières étapes. Nous nous retrouvons donc finalement avec une légère décote positive dans nos échantillons par rapport aux taux codés initialement.

Les résultats nous ont confirmé qu'il a été judicieux de coder différents taux de remplissage inférieurs à celui ciblé (croix noire sur la figure 150). La gamme de taux de remplissage obtenue sur les échantillons finaux (de 0,72 à 0,93) englobe la valeur ciblée. De plus, ce graphique démontre que pour un même réticule fabriqué on peut obtenir, avec de hauts rendements, une large gamme de taux de remplissage pour le GC en ajustant simplement la dose et la focalisation de l'insolation lors de la lithographie par projection UV.



**Figure 150 :** Évolution du taux de remplissage des GC ( $\phi_{GC}$ ) au cours des différentes étapes du procédé de fabrication des CRIGFs pour plusieurs  $\phi_{GC}$  initialement codés pour la fabrication du réticule ( $\phi_{GC}=[0,65, 0,70, 0,75, 0,80]$ ). La croix noire représente la valeur ciblée sur l'échantillon pour  $\phi_{GC}$ . Les courbes pleines représentent les conditions de fabrication induisant le moins de décote. Les courbes en pointillées correspondent à d'autres paramètres d'insolation.

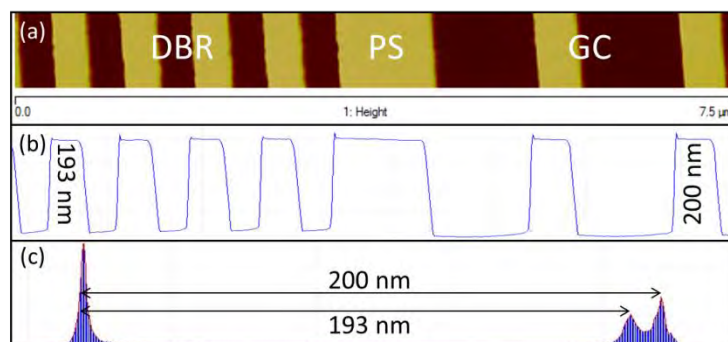
Pour les DBRs, seulement deux taux de remplissage ( $\phi_{DBR}$ ) ont été codés pour le réticule. On peut voir sur la figure 151 que les taux à 0,35 n'ont pas pu être formés sur les moules durs. Cependant, la valeur ciblée de 0,50 est quasiment atteinte avec les conditions d'insolation induisant un minimum de décote. Néanmoins, l'objectif est atteint en bord de la gamme atteignable (ensemble des courbes vertes) par un taux de remplissage codé de 0,45. Ainsi, il serait judicieux de fabriquer un nouveau réticule avec un taux égal à 0,42 voire 0,40 pour que la valeur ciblée soit au centre de la gamme afin de prévenir toute dérive des machines utilisées dans le procédé de fabrication.



**Figure 151 :** Évolution du taux de remplissage des réflecteurs de Bragg DBR ( $\phi_{DBR}$ ) au cours des différentes étapes du procédé de fabrication des CRIGFs pour plusieurs  $\phi_{DBR}$  initialement codés pour la fabrication du réticule ( $\phi_{DBR}=[0,35, 0,45]$ ). La croix noire représente la valeur ciblée sur l'échantillon pour  $\phi_{DBR}$ . Les courbes pleines représentent les conditions d'insolation induisant le moins de décote. Les courbes en pointillées correspondent à d'autres paramètres d'insolation.

#### 4.3.d Gravure du moule dur

Une gravure ICP-RIE est nécessaire pour définir les CRIGFs dans le moule dur. Les profondeurs de gravure ont été mesurées grâce à des mesures au microscope à force atomique (AFM). Les profils et les histogrammes de ces mesures montrent des flancs bien droits (Exemple : figure 152). Cependant, les profondeurs de gravure sont supérieures à celles attendues (200 nm contre 150 nm). Le moule dur a donc été surgravé mais cela ne compromet pas la suite du procédé. Les plus forts facteurs de forme désormais mis en jeu (0,91/1 pour les motifs les plus petits (220 nm)) restent abordables pour la NIL. Comme pour les CRIGFs NIR, nous remarquons des effets d'ARDE sur les moules durs, la profondeur de gravure des GCs est toujours supérieure à celle des DBRs quelle que soit la dose ou la focalisation de la lithographie. L'écart de profondeur de gravure entre les DBRs et les GC se situe autour de 10 nm.



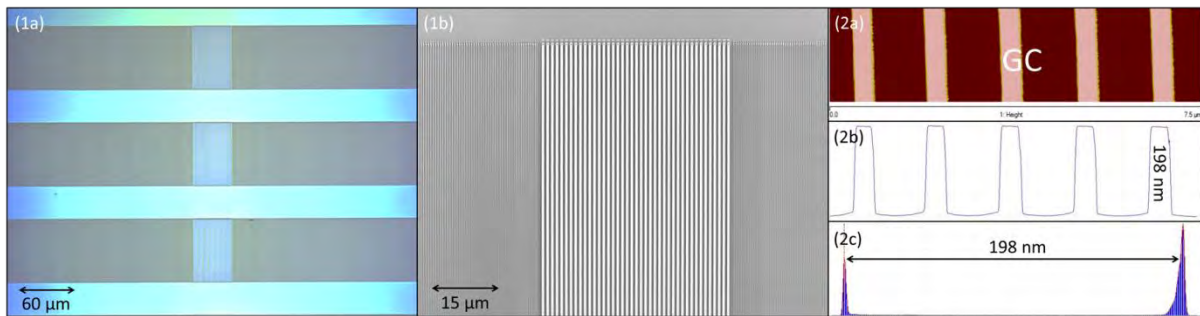
**Figure 152 :** Exemple (a) de mesure au microscope à force atomique (Largeur de balayage : 7,5  $\mu\text{m}$ ) du moule dur sur silicium ( $\lambda_{GC} = 1460 \text{ nm}$ ,  $\phi_{GC} = 0,65$  et  $PS = 1,125$ ). (b) Profil de la mesure. (c) Histogramme des hauteurs mesurées.

#### 4.3.e Procédé SNIL

Les caractéristiques des CRIGFs MIR étant moins critiques que celles des CRIGFs NIR, le procédé SNIL, que ce soit la TNIL ou l'UVNIL, se sont déroulés sans rencontrer de problèmes particuliers. Les motifs sont correctement transférés dans la couche de résine sans avoir à ajouter des détourages autour



des réseaux (Figure 153). Les échantillons de GaAs supportent les pressions mises en jeu et aucun d'entre eux n'a été cassé lors des opérations de nanoimpression.



**Figure 153 :** (1a et 1b) Exemples d'images de CRIGFs MIR structurés dans la résine NILUV. (2a) Image AFM ( $\Lambda_{GC} = 1460$  nm,  $\phi_{GC} = 0,65$  et  $PS = 1,125$ ) (2b) Profil de la mesure. (2c) Histogramme des hauteurs mesurées.

#### 4.3.f Gravures

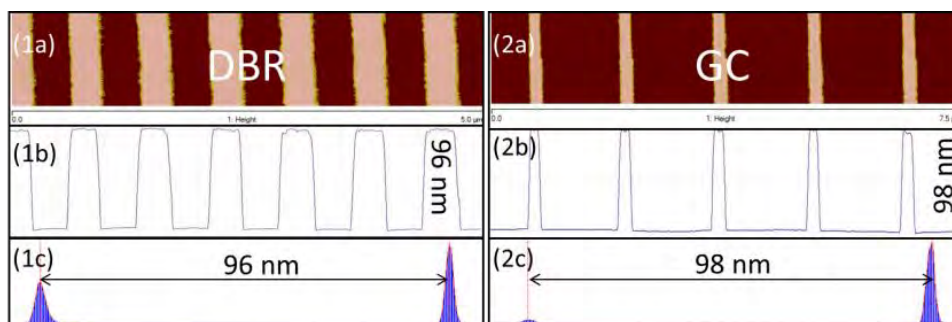
##### i Gravure de fond de résine

L'incertitude sur l'épaisseur exacte du fond de gravure est aisément contournée grâce aux marges prises sur l'épaisseur de résine par rapport à celle strictement nécessaire. Après quelques calibrations, nous avons fixé un temps de gravure de 85 s qui est suffisant pour graver les fonds de gravure dans tous les motifs, indépendamment de leurs facteurs de remplissage exacts.

##### ii Gravure du masque SiO<sub>2</sub>

Une fois les réseaux de NILUV ouverts sur la couche de SiO<sub>2</sub>, la gravure ICP-RIE du masque en silice peut se dérouler. Après plusieurs essais, des réseaux de profondeur légèrement inférieure à 100 nm présentant des flancs verticaux sont obtenus dans la silice avec un temps de gravure établi à 6 minutes (Figure 154).

Le GaAs ne réagit pas aux gaz utilisés lors de la gravure du SiO<sub>2</sub>. Il constitue donc une couche d'arrêt. Les profils des mesures AFM montrent des fonds de gravure extrêmement plats ce qui signifie que la couche de GaAs a bien été atteinte. De plus, la couche d'arrêt a pour avantage de réduire l'écart de profondeur de gravure obtenu lors de la gravure du moule dur entre le GC et les DBRs.



**Figure 154 :** Exemple de mesures à l'AFM de réseaux DBRs (1a) et GCs (2a) dans la couche de silice ( $\Lambda_{GC} = 1460$  nm,  $\phi_{GC} = 0,75$ ). (1b) et (2b) Profil de la mesure. (1c) et (2c) Histogramme des hauteurs mesurées.

##### iii Délaquage de la résine NILUV

Après la gravure du masque, une attaque par plasma O<sub>2</sub> (TEPLA 300) permet de supprimer les potentiels résidus de résine NILUV. Pour ne pas endommager les composés III-V de l'échantillon, la

puissance du plasma est réglée à 400 W pendant 300 s et une cage de Faraday est placée autour de l'échantillon pour réduire la composante physique de la gravure et ainsi privilégier celle chimique.

#### iv Gravure du GaAs

Pour les gravures dans le bâti ICP-RIE, l'échantillon est généralement collé à un suscepteur pour éviter des inhomogénéités thermiques qui apparaissent à la surface de l'échantillon et qui entraînent des modifications de vitesse de gravure. Sur la base des travaux antérieurs [107], nous espérons des temps de gravure autour de 30 secondes. Pour de si courts temps de gravure, l'échantillon n'a pas le temps de monter en température. L'application d'une colle comme l'huile Fomblin® [115] est donc ici inutile. L'échantillon est donc directement posé sur le suscepteur. Nous utilisons un suscepteur de 4 pouces en GaAs pour limiter l'impact de la taille de l'échantillon sur la vitesse de gravure.

La figure 155 montre une observation au MEB d'une coupe FIB d'un de nos composants finaux. On peut y voir les couches d'AlGaAs et de GaAs, où sont gravés les réseaux (GC en rouge, PS en vert et DBR en bleu). Une couche de platine a été déposée sur une petite surface du composant pour un meilleur contraste de l'image. On remarque une bonne verticalité des flancs. On observe aussi que les fonds de gravure sont propres et plats. Ils présentent néanmoins une légère concavité. Cependant, des calculs réalisés par l'Institut Fresnel ont montré que cela n'impactait pas les performances du dispositif. Enfin, on constate la légère surgravure des GCs par rapport aux DBRs due aux effets d'ARDE.

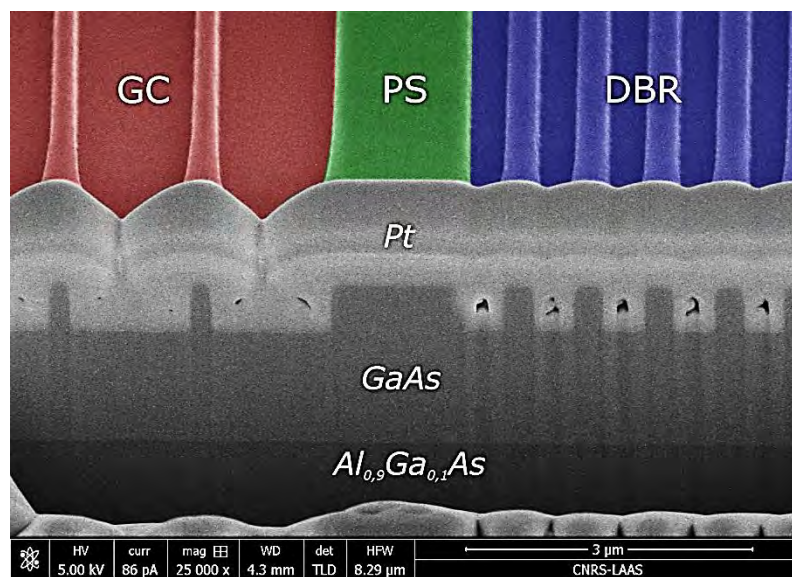


Figure 155 : Coupe FIB d'un CRIGF MIR. Une couche de platine a été déposée à la surface de l'échantillon pour un meilleur contraste.

Pour avoir plus de précisions sur ce dernier phénomène, des images à l'AFM ont été faites. La figure 156 montre en effet un écart de 10% entre la profondeur de gravure du GaAs dans le GC et dans les DBRs. Malheureusement, des DBRs plus profonds auraient été préférables. En effet, ils auraient permis de mieux confiner le mode au centre des GCs et d'espérer de meilleures réflectivités.

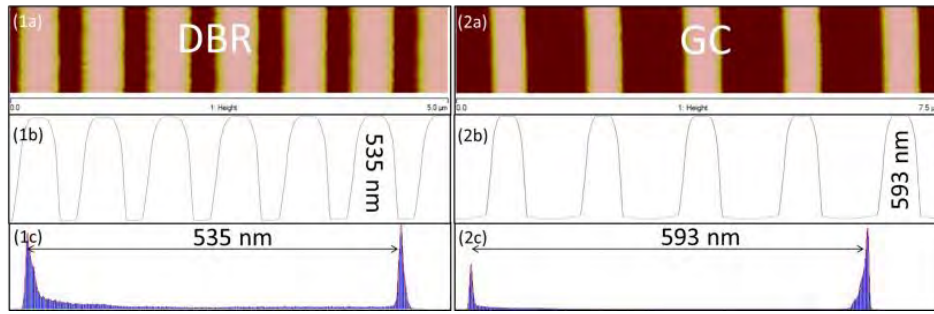


Figure 156 : Exemple de mesure à l’AFM de réseaux DBRs (1a) et GCs (2a) dans la couche de GaAs ( $\Lambda_{GC} = 1460$  nm,  $\phi_{GC} = 0,65$ ). (1b) et (2b) Profil de la mesure. (1c) et (2c) Histogramme des hauteurs mesurées.

La figure 157 représente le temps de gravure en fonction de la profondeur de gravure dans le GaAs. On peut remarquer que la profondeur de gravure varie de manière non négligeable, même avec des différences de temps de gravure faibles voire nulles (50 nm de différence entre deux gravures de 32 s). Ce protocole de gravure ne permet donc pas d’obtenir une profondeur de gravure avec une précision en-dessous de 100 nm ce qui semble indispensable pour atteindre l’objectif des 536 nm. Des tests de détection de fond d’attaque (DFA) ont été effectués pour analyser la gravure avec plus de précision, mais les données récoltées sont peu exploitables du fait de la courte durée de la gravure.

Les écarts de gravure peuvent s’expliquer par la grande vitesse de la gravure (1300 nm/min) couplée à de courts temps de gravure. La cause de cette mauvaise répétabilité vient sans doute du temps de démarrage du plasma qui est variable sur ce type de machine.

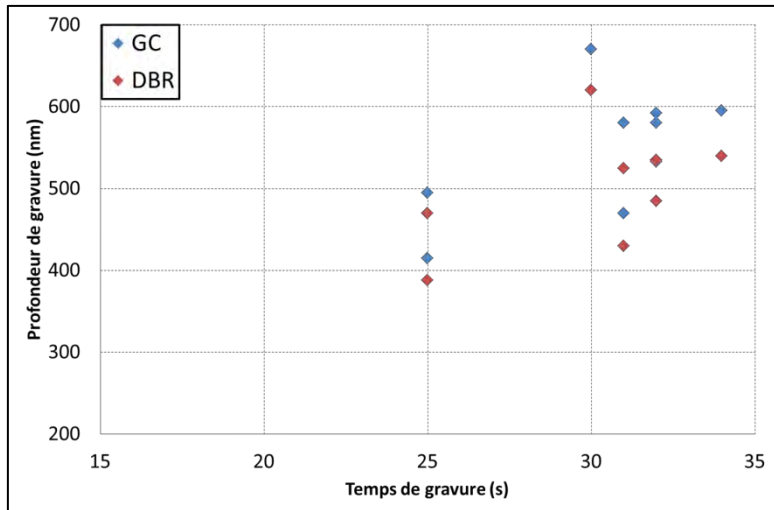


Figure 157 : Profondeur de gravure du GaAs en fonction du temps de gravure dans le bâti ICP-RIE pour les GC (points bleus) et pour les DBRs (points rouges).

Le protocole de gravure développé par Youness Laaroussi permet d’obtenir des réseaux avec de beaux profils. Cependant, les paramètres du protocole ne semblent pas adaptés pour des gravures de courtes durées. La précision nécessaire pour la gravure des CRIGFs n’est pas atteinte. Une modification du mode opératoire semble donc nécessaire à terme pour répondre aux exigences de notre objectif de gravure.

## v Conclusion sur les gravures

Les durées des gravures sont résumées dans le tableau 28. La grande sélectivité de la gravure du GaAs sur le SiO<sub>2</sub> nous permet de garder une certaine marge sur les gravures de la résine NILUV et du masque de SiO<sub>2</sub> comme expliqué précédemment. De même, la gravure du GaAs permet d'obtenir des réseaux avec des flancs droits. Cependant, le protocole nécessite un ajustement pour que la gravure soit répétable et stable pour des temps de gravure courts.

	Temps de gravure (s)
Fond de résine	85
Masque SiO <sub>2</sub>	360
Suppression de la résine	300
Substrat GaAs	32
Suppression du masque	60

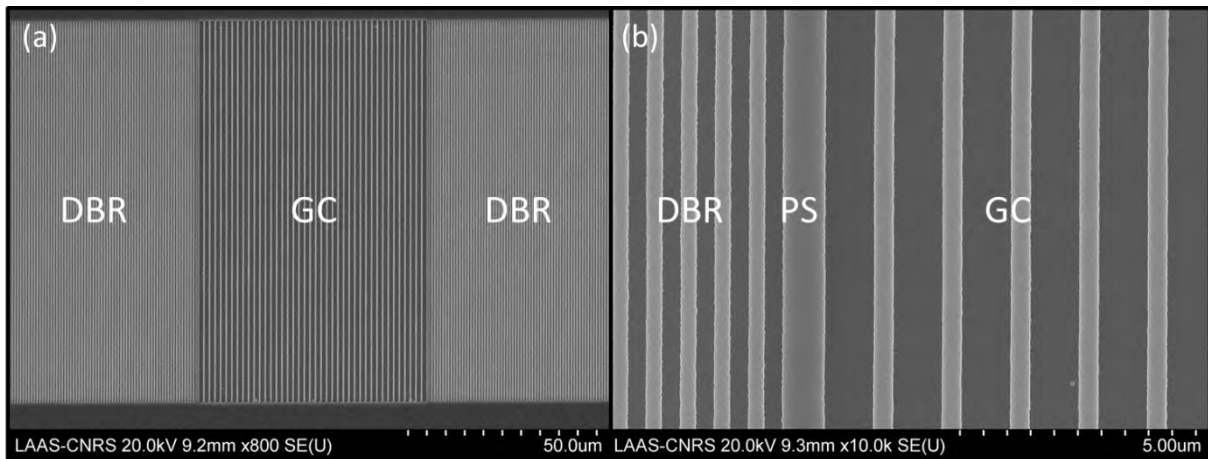
Tableau 28: Tableau récapitulatif des temps de gravure des différentes gravures mises en jeu lors du procédé CRIGFs MIR.

## 4.3.g Conclusions sur le procédé de fabrication

Le tableau 29 récapitule tous les échantillons fabriqués à partir de notre procédé. Tous ces échantillons nous montrent ainsi la grande répétabilité et la stabilité de la méthode employée basée sur la technologie NIL confirmant ainsi le caractère générique de la SNIL vis à vis des matériaux. Hormis les imprécisions de la gravure du GaAs, des CRIGFs à échelle micrométrique peuvent être maintenant produits de manière stable à partir d'un substrat d'arséniure de gallium (Figure 158).

Echantillon	Plaque épitaxiée	e <sub>AlGaAs</sub> (μm)	e <sub>GaAs</sub> (μm)	Défauts ovales	Profondeur GC (nm)	Profondeur DBR (nm)
MIR3	A427	6,21	2,33	++++	492	470
MIR6	A544	5,42	2,06	++	580	525
MIR8	A599	5,54	2,19	+++	470	430
MIR9					595	540
MIR13					580	535
MIR14	A745	5,63	2,09	+	533	485
MIR15					592	535

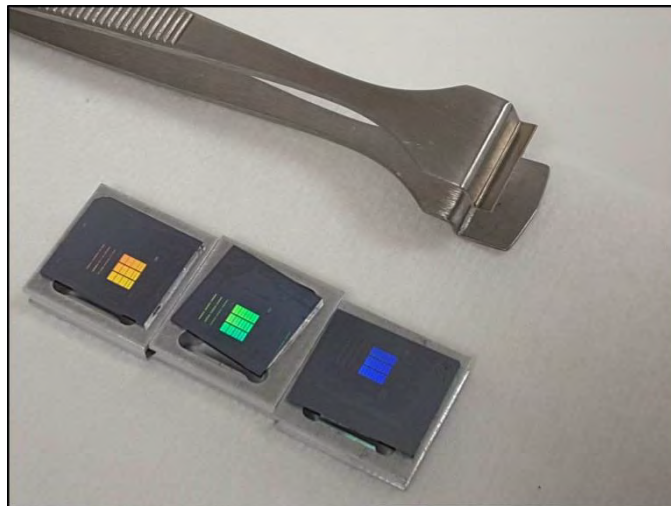
Tableau 29 : Liste des échantillons en GaAs comportant des CRIGFs MIR fonctionnels. Différentes plaques épitaxiées ont été utilisées tout au long de l'étude présentant peu (+) ou beaucoup de défauts ovales (++++).



**Figure 158** : Images au MEB représentant un CRIGFs MIR sur GaAs issus de l'échantillon MIR13 pour différentes échelles (a) x800 et (b) x10000.  $\Lambda_{GC} = 1480$  nm,  $\phi_{GC} = 0,65$ ,  $PS = 1,125$ .

#### 4.4 Caractérisations optiques

Plusieurs blocs de CRIGFs MIR ont été fabriqués sur des petits substrats de GaAs de  $2 \times 2$  cm<sup>2</sup> environ (Figure 159). Ils ont été caractérisés par Thomas Antoni, chargé de recherche au Laboratoire de physique quantique et moléculaire de l'École supérieure normale de Paris-Saclay. Dans cette partie, leur dispositif et résultats expérimentaux sont exposés.

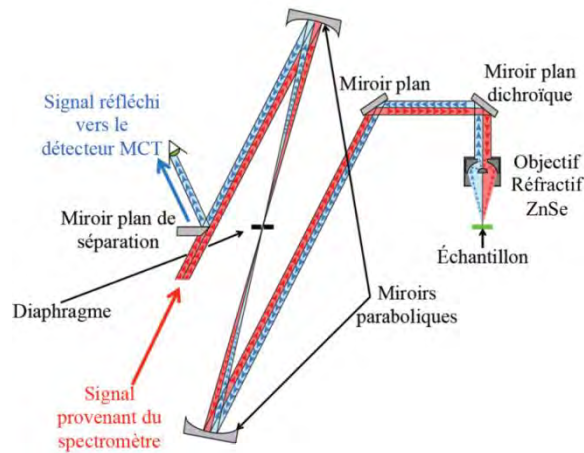


**Figure 159** : Photographie de CRIGFs MIR sur des petits substrats de GaAs. Ces substrats sont collés à des porte-échantillons facilitant leur insertion dans la cavité optique sur le banc de test.

##### 4.4.a Dispositif expérimental

Dans le cadre du projet CALITREC, la caractérisation des CRIGFs MIR a été confiée au LPQM. La figure 160 montre le schéma du dispositif expérimental mis en place par l'équipe de Thomas Antoni. Il est composé d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (ou FTIR pour Fourier Transform InfraRed spectroscopy), d'un détecteur MCT (pour Mercury Cadmium Telluride (HgCdTe) en anglais et tellurure de mercure-cadmium en français), d'un objectif réfractif en ZnSe de 18 mm de distance de travail, d'un diaphragme et d'un système de miroirs plans et paraboliques. Au départ, le banc de test comportait un objectif Cassegrain mais les paramètres de l'objectif (ouverture numérique/angle d'incidence) ne permettait pas d'acquérir de signaux satisfaisants. L'équipe du LPQM s'est alors équipée de plusieurs objectifs réfractifs avec différentes focales pour obtenir le meilleur résultat

possible. Les meilleures caractérisations ont été obtenues avec un objectif de 18 mm de distance de travail offrant une ouverture numérique de 0,08.



**Figure 160** : Schéma du dispositif expérimental mis en place par le LPQM pour la caractérisation des CRIGFs MIR. Les rayons rouges sont les rayons incidents et les rayons bleus, ceux réfléchis.

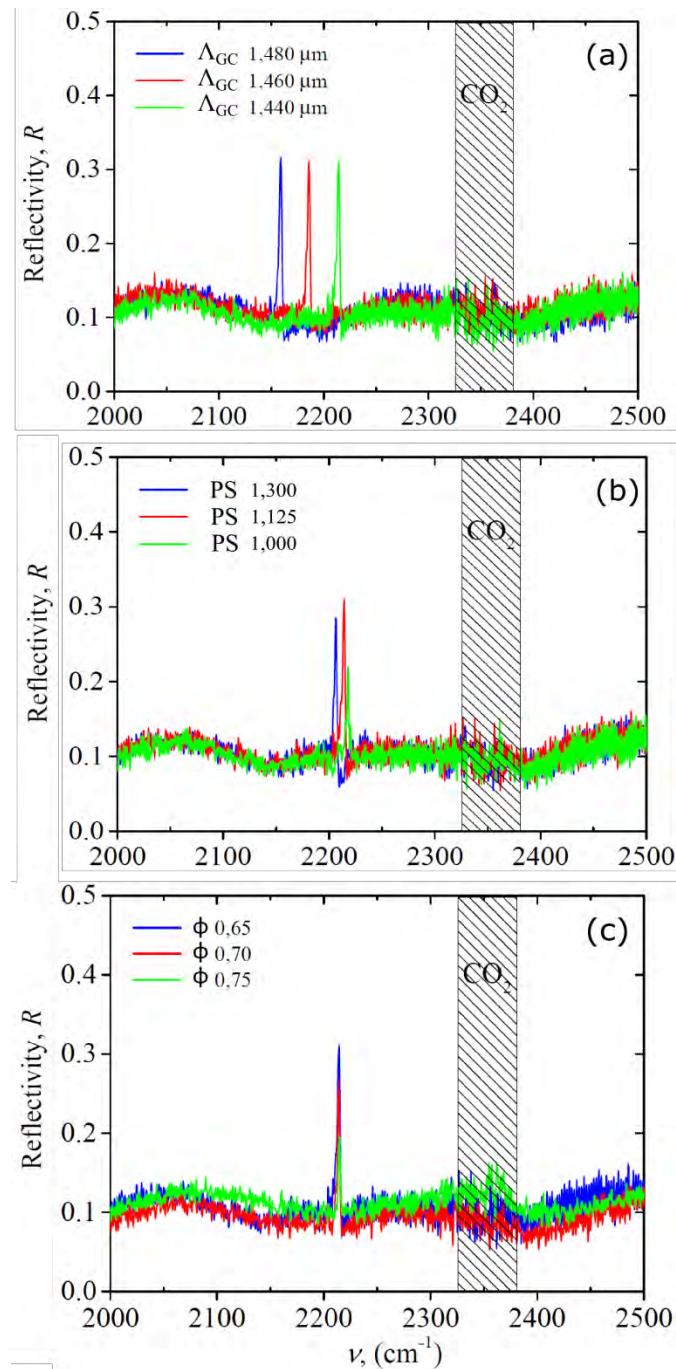
#### 4.4.b Résultats expérimentaux

Plusieurs types de caractérisations ont été menées par le LPQM. Différentes caractéristiques des CRIGFs ont pu être analysées, à savoir, la période, la zone d'adaptation de phase et le taux de remplissage. La résolution des mesures est de  $1 \text{ cm}^{-1}$  et la réflectivité a été obtenue en utilisant un miroir d'or comme référence. Néanmoins, la mesure de la référence nécessite un changement de la focalisation pour passer du miroir d'or à l'échantillon, ce qui peut entraîner un désaccord entre les deux mesures, les futurs échantillons comporteront une surface d'or pour simplifier la mesure de la référence. Les caractérisations qui vont suivre ont toute été effectuées sur l'échantillon qui donnait de meilleurs résultats à savoir le MIR14 (Tableau 29).

La figure 161 montre le profil des pics de résonance selon les différentes caractéristiques des CRIGFs MIR. La longueur d'onde du pic de résonance dépend de la période du réseau central, c'est bien ce qui ressort des résultats obtenus (Figure 161a). Plus la période est grande, plus le nombre d'onde est petit et donc plus la longueur d'onde est grande. Ici, les pics varient entre un nombre d'onde de  $2160$  et de  $2215 \text{ cm}^{-1}$ , équivalant respectivement à  $4,63 \mu\text{m}$  et à  $4,51 \mu\text{m}$  soit une accordabilité sur la longueur d'onde de  $120 \text{ nm}$  pour une différence entre les périodes de  $40 \text{ nm}$ . Les maxima de réflectivité sont égaux (au dessus de  $30\%$ ) quelque soit la période du réseau central et ne dépendent donc pas de la période. La largeur des pics à mi hauteur (FWHM) est égal à  $4 \text{ cm}^{-1}$  ce qui correspond à  $8,17 \text{ nm}$  en termes de longueur d'onde. De plus, nous observons que la proportionnalité entre la longueur d'onde émise et la période du réseau central est respectée ( $\lambda = n_{\text{eff}} \times \Lambda_{\text{GC}}$ ) puisque l'écart entre deux pics consécutifs est le même ( $28 \text{ cm}^{-1}$ ).

On constate sur la figure 161b que la réflectivité dépend de la zone d'adaptation de phase. Les résultats expérimentaux concordent avec les simulations effectuées par l'Institut Fresnel et les résultats précédents : la réflectivité optimale est obtenue pour une zone d'adaptation de phase de longueur  $L_{\text{PS}} = 1,125 \times \Lambda_{\text{GC}}$ .

La figure 161c montre les pics de réflectivité de CRIGFs ayant des taux de remplissage au niveau des GCs différents. Contrairement à ce qui a été envisagé par les simulations numériques, c'est le plus faible des taux qui donne la meilleure réflectivité.



**Figure 161** : Réflectivité ( $R$ ) en fonction du nombre d'onde ( $\nu$ ). Mesures effectuées par le LPQM. Polarisation TE. Objectif de 18 mm de distance de travail. Echantillon MIR14. **(a)** selon la période du GC.  $\phi_{GC} = 0,65$  et  $PS = 1,125$ . **(b)** selon la zone d'adaptation de la phase.  $\phi_{GC} = 0,65$  et période 1440 nm. **(c)** selon le taux de remplissage du GC.  $\Lambda_{GC} = 1440$  nm et  $L_{PS} = 1,125 \times \Lambda_{GC}$ .

La figure 162 représente la cartographie des réflectivités maximales sur la surface du réseau résonant. Elle permet de s'apercevoir que les réflectivités maximales (zones rouges) se situent au centre du GC alors qu'elles s'effondrent lorsque que les DBRs sont atteints (zones bleues). Nous pouvons évaluer la compacité du composant en comparant la surface « fonctionnelle » (c'est-à-dire

la surface où est localisé le mode) et la longueur d'onde de travail élevée au carré ( $\lambda^2 = 4,51^2 \mu\text{m}^2$ ). Ainsi, la surface fonctionnelle a été estimée à  $1125 \mu\text{m}^2$  c'est-à-dire approximativement  $55\lambda^2$ .

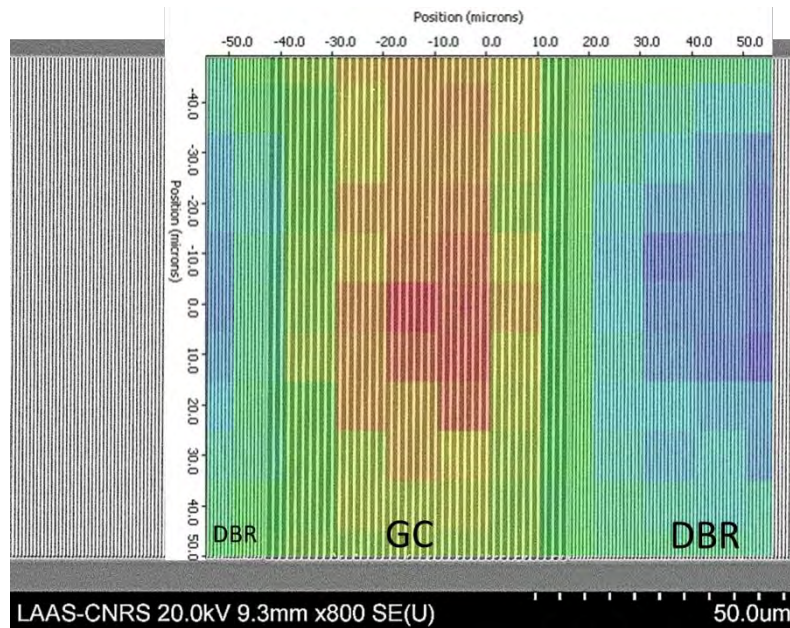


Figure 162 : Cartographie de la réflectivité maximale en fonction du positionnement sur une image MEB du CRIGF MIR.

Les premiers spectres montrent des pics avec une réflectivité légèrement supérieure à 30% avec une ligne de base élevée aux alentours des 10 +/- 3%. Les simulations prédisaient que la ligne de base devait être dix fois plus faible mais de nouvelles simulations de l'Institut Fresnel nous indiquent qu'un petit décalage au niveau de l'indice optique ou des épaisseurs des couches peut entraîner une ligne de base avec de telles valeurs. De plus, les mesures des pics de réflectivité restent pour l'instant sujette à caution. En effet, le banc de caractérisation monté au LPQM ne permet pas de collecter l'ensemble du faisceau réfléchi. De meilleures réflectivités pourraient donc être obtenues avec un dispositif adapté. Cependant, la largeur spectrale mesurée est bien plus grande que celle attendue et les meilleures réflectivités sont obtenues pour des taux de remplissages dans les GCs plus faibles que prévu dans les simulations (Figure 161c). C'est-à-dire que les coefficients de couplage offrent de meilleurs résultats pour des valeurs plus importantes que prévu. Ces éléments tendent à dire que les pertes dans la structure CRIGF MIR sont plus importantes que celles envisagées. La rugosité des matériaux peut être à l'origine de ces pertes mais les différentes mesures AFM et FIB des échantillons montrent des surfaces planes et lisses semblant discréditer cette hypothèse. Une autre possibilité serait une moins bonne efficacité que prévue pour les réflecteurs de Bragg. Les études d'optimisation sont en cours.

Quoi qu'il en soit, les caractérisations du LPQM démontrent que les CRIGFs MIR présentent des signatures spectrales fines dans le moyen infrarouge autour de 4,5-4,6  $\mu\text{m}$ . Et les résultats ont été nettement améliorés avec la qualité des plaques épitaxiées présentant de moins en moins de défauts ovales et des épaisseurs de couches plus fidèles à la modélisation.

#### 4.5 Conclusions et perspectives

Le développement des CRIGFs MIR a nécessité de travailler sur plusieurs points : l'épitaxie des couches, le transfert de la technologie SNIL du NIR au MIR et les différentes gravures.

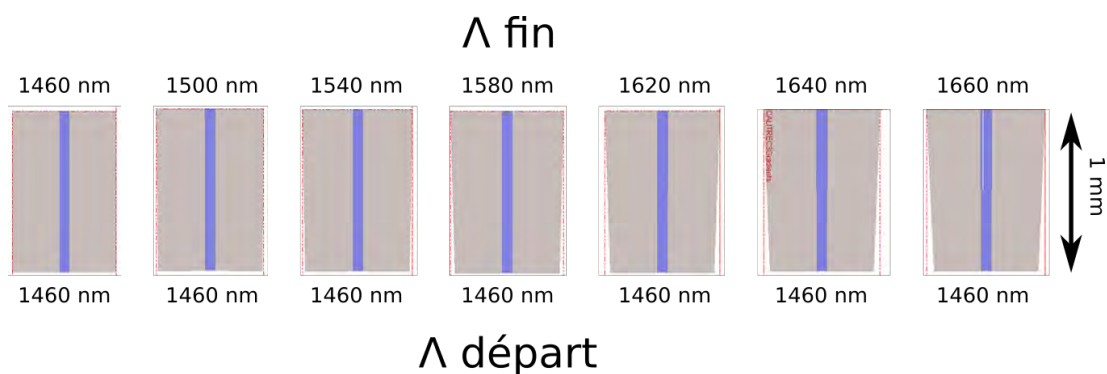


Les premières épitaxies ont révélé des problèmes de stabilité au niveau des couches réalisées. Nous avons pu observer au cours de nos premiers tests que la couche d'arséniure d'aluminium se désagrégait. La couche a été stabilisée par l'ajout de gallium réduisant ainsi les relaxations de contrainte. De même, la quantité de défauts ovales, observés à la surface de nos échantillons, a été grandement diminuée par le changement de cellule d'arsenic. Au final, les couches épitaxiées GaAs et  $\text{Al}_{0,9}\text{Ga}_{0,1}\text{As}$  sont réalisées avec un nombre de défauts à la surface négligeable et avec une marge d'erreur de 10% sur l'épaisseur.

Une fois de plus, le caractère générique de la SNIL a été démontré car le transfert de la filière NIR à MIR s'est effectué sans aucune difficulté. Aucune modification du procédé SNIL n'a été opérée mis à part l'adaptation de l'épaisseur de résine NILUV nécessaire pour la gravure du  $\text{SiO}_2$ . De nombreux CRIGFs MIR ont pu être fabriqués bien que les filtres soient réalisés dans la filière GaAs et présentent des dimensions micrométriques plutôt que nanométriques

Les performances optiques des CRIGFs MIR, mesurées par le LPQM, montrent des pics de résonances fins (FWHM = 8 nm) autour de  $4,6 \mu\text{m}$  (facteur de qualité de l'ordre de 575). Les réflectivités maximales des pics se situent aux alentours de 30% avec une ligne de base de 10%. Cependant, ces valeurs de réflectivité restent provisoires, des doutes subsistent concernant la méthode de mesure.

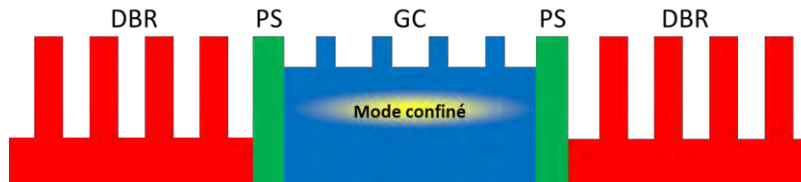
Ces résultats nous permettent donc d'envisager le développement de GCRIGFs MIR. Les premiers ont déjà été modélisés pour la fabrication d'un réticule pour la lithographie par projection UV (Figure 163). Comme leurs homologues fabriqués pour la gamme NIR [Voir la section 3 de ce chapitre], ils ont tous la même période de départ ( $\Lambda_{\text{départ}} = 1460 \text{ nm}$ ) et diffèrent par leur période de fin ( $\Lambda_{\text{fin}} = 1460$  (sans gradient, la référence), 1500, 1540, 1580, 1620, 1640 et 1660 nm). Le gradient s'effectue sur une longueur de 1 mm. On attend une accordabilité sur plusieurs centaines de nanomètres avec ce genre de composant.



**Figure 163 :** Image représentant les différents GCRIGFs MIR modélisés pour l'obtention d'un réticule pour la lithographie par projection UV.

Les temps de gravures de la NILUV et de la couche de silice ont été établis (respectivement 85 et 360 secondes) et sont stables. Cependant, le protocole de gravure du GaAs sur un masque de  $\text{SiO}_2$  développé par Youness Laaroussi, a été créé pour des profondeurs de gravure importantes. La gravure est très sélective (15:1) et ne semble pas adaptée pour notre processus qui demande des temps de gravure trop courts ( $\approx 30$  secondes). Avec ce procédé, il nous est alors impossible d'avoir une précision meilleure que 100 nm. Il paraît donc indispensable à l'avenir de modifier le procédé de gravure pour permettre d'obtenir des résultats précis et répétables pour des gravures courtes. Par

exemple, une diminution de la puissance ICP ou une réduction de la quantité de gaz de  $N_2$  permettrait d'avoir une gravure moins « physique » et donc moins rapide [116]. Cependant, les flancs des réseaux perdraient en verticalité et un rééquilibrage des gaz serait alors nécessaire pour garder le profil vertical des réseaux. Une autre solution serait de réduire la température au niveau de l'échantillon lors de la gravure comme Carlström et al. dans la filière InP [117]. Cette solution dans notre laboratoire semble possible car le bâti de gravure ICP-RIE est relié à un système de refroidissement. Mais la marge de manœuvre semble faible car la température actuelle de la gravure est de 35°C et le système ne permet pas d'atteindre des valeurs bien en deçà de cette valeur.



**Figure 164 :** Schéma illustrant un CRIGF à deux niveaux de gravure. Les réseaux DBRs (rouges) sont plus profondément gravés que ceux des GCs (bleus).

Les réseaux GCs sont gravés plus profondément que ceux des DBRs à cause des effets d'ARDE. Pour éviter ce phénomène, un nouveau protocole de gravure a été pensé. Il a pour but de graver plus profondément les DBRs que les GCs (Figure 164). Il présente une étape de photolithographie en plus. Juste après la structuration du masque de  $SiO_2$ , le composant est recouvert d'une résine UV, la SPR700 [118]. Une insolation aux UVs est ensuite effectuée à travers un réticule qui protège uniquement les réseaux GCs des rayons UV. La résine est révélée, les réseaux DBRs sont donc découverts. Une première gravure est effectuée pour graver profondément les DBRs. La résine est ensuite retirée de l'échantillon et une deuxième gravure est effectuée pour graver les GCs. Le masque de  $SiO_2$  est ensuite supprimé. Avec cette nouvelle configuration, nous espérons de meilleurs résultats optiques grâce à un mode plus confiné dans le guide d'onde. Les principales difficultés de ce nouveau procédé semblent résider dans l'alignement du réticule sur nos échantillons, la surface des réseaux centraux étant petite. Un nouveau type de CRIGFs a été donc expérimenté avec des zones d'adaptation de phase plus larges (jusqu'à 32 fois plus large que les précédentes) qui selon les simulations n'impacteraient pas les performances du composant. Les premiers tests ont été effectués sur des CRIGFs NIR (Figure 165).



**Figure 165 :** Image au microscope optique d'un CRIGF NIR avec de grandes zones d'adaptation de phase.

Outre le problème lié à la dimension des motifs, l'alignement du masque de photolithographie peut devenir complexe à cause des déformations des motifs aux grandes échelles qui risquent d'apparaître lors de la nanoimpression. De telles déformations rendraient l'alignement du masque de photolithographie sur les CRIGFs imprimés quasiment impossible et il paraît difficile d'adapter le réticule par rapport à ce phénomène. Des tests sont à prévoir pour quantifier ces effets.

Au final, grâce au caractère générique de la SNIL, nous espérons pouvoir développer des filtres pour n'importe quelle gamme de longueur d'onde en modifiant les paramètres géométriques

des CRIGFs et les matériaux utilisés pour les façonner. Les limites se réduiraient à la résolution de la SNIL et à la disponibilité des matériaux nécessaires pour la gamme de longueur d'onde choisie.



# Conclusion générale

Lors de cette thèse, un nouveau procédé de fabrication a été développé pour la réalisation des filtres optiques CRIGFs. Ce procédé a pour avantage, par rapport à la lithographie électronique habituellement utilisée dans ce cas-là, d'être peu coûteux et à fort rendement. Ces caractéristiques intéressantes ont été obtenues grâce à la lithographie par nanoimpression via moule souple (SNIL) utilisée dans ce nouveau procédé pour la structuration des motifs des CRIGFs. Ces derniers sont nanométriques et, contrairement aux dernières études menées au laboratoire sur la nanoimpression, à échelles multiples. Malgré ces contraintes, les CRIGFs réalisés par SNIL présentent des caractéristiques optiques (réflectivité et FWHM) équivalentes voire supérieures ( $Q \approx 4000$ ) à ceux précédemment obtenus à travers la filière de lithographie électronique. Pour atteindre ce résultat, de nombreuses avancées ont été faites lors du développement de la technologie SNIL.

- Grâce aux divers protocoles de mesures mis en place pour caractériser les différents paramètres géométriques des CRIGFs, nous avons pu quantifier les décotes et la répétabilité de chaque étape constituant le procédé de fabrication (fabrication du moule dur par lithographie électronique, réplique des motifs du moule dur dans la couche de résine et gravures pour structurer le substrat) afin de les compenser dès la fabrication du moule dur pour finalement obtenir les valeurs souhaitées sur le composant final.
- Durant cette thèse, une nouvelle résine photosensible a été développée au sein du LAAS, la NILUV. Ce développement en interne a permis d'explorer des voies auparavant inaccessibles et de n'être plus dépendants des résines commerciales. La fabrication de la NILUV est peu coûteuse et cette résine « maison » permet de transférer fidèlement les motifs des CRIGFs sur une large gamme d'épaisseurs en ajustant la recette de la résine afin de répondre aux exigences données par le procédé SNIL.

Cette filière de fabrication a ensuite été utilisée pour fabriquer de manière répétable et fiable plusieurs séries de CRIGFs et donc d'étudier en détail leurs caractéristiques. Grâce à cette fiabilité et cette facilité de fabrication, nous avons pu valider les modèles de composants innovants et leurs protocoles de conceptions. Par exemple, nous avons pour la première fois pu étudier en détail le fonctionnement de filtres à gradient et quantifier leurs performances.

De même, la versatilité de la technologie de SNIL a permis le transfert du procédé de manière très simple pour réaliser des CRIGFs fonctionnant dans le moyen infrarouge, malgré les différences de dimensions et de matériaux. L'exploitation de ces nouveaux composants est en cours au laboratoire afin de réaliser des sources laser accordables particulièrement adaptées pour la spectroscopie.

De façon assez immédiate, la mise en place de cette filière technologique ouvre de nombreuses perspectives à propos des CRIGFs réalisés au laboratoire. Plusieurs types de travaux sont simultanément en cours :

- quantification précise et expérimentale de la réflectivité réelle des DBRs de bord de cavité.

## *Conclusion générale*

- recherche des performances ultimes dans les cavités laser en couplant des filtres à très faible largeur de raie avec la réalisation de réseaux enterrés dans de la silice,
- travaux portant sur la réalisation de CRIGFs avec cavités Fabry-Perot larges (zones d'adaptation de phase de très grande taille),
- travaux sur la génération de modes optiques de meilleure qualité par l'utilisation de réseaux de couplage apodisés...

La simplicité de réalisation des filtres par SNIL ouvre pour ainsi dire un espace de créativité pour les concepteurs des filtres. Par exemple, il serait intéressant d'étudier la fabrication de CRIGFs sur des matériaux électro-optiques comme le niobate de lithium qui permettrait une accordabilité de la réponse spectrale en fonction du champ électrique appliqué sur le composant.

De manière plus prospective, de nouvelles géométries seraient intéressantes à étudier : réseaux bidimensionnels, réseaux courbés, réseaux à pas variables... Ces solutions paraissent intéressantes pour les composants, mais la compatibilité de la SNIL avec ces géométries demande à être étudiée.

Dans un premier temps en effet, des travaux doivent être menés pour améliorer le procédé établi. Parmi les premiers pouvant être mis en place, il sera certainement intéressant d'améliorer la reproductibilité et la facilité de la phase de démoulage. Cela sera sans doute possible en mettant en place des outils robotisés pour cette étape. Dans le même temps, un travail d'adaptation et d'optimisation des procédés de gravure pourra être mené. La reproductibilité du procédé SNIL permettra avantageusement de réaliser simplement et rapidement de nombreux échantillons de test.

De façon plus générique, il semble important de maîtriser les effets de déformation apparaissant lors des démoulages ou de la phase de la TNIL, ainsi que de maîtriser finement les effets d'épaisseur de fond de résine, peut-être via l'ajout de motifs de gestion de ces effets autour des motifs d'intérêt proprement dit. Leur maîtrise est en tout cas un point clé qui permettra à terme d'utiliser la lithographie SNIL comme première étape de masquage dans un procédé multi-niveau. À terme, il sera aussi certainement intéressant de lever le verrou de l'alignement de la lithographie SNIL sur des motifs préexistants.







# Bibliographie

- [1] S. Ura, J. Inoue, K. Kintaka, et Y. Awatsuji, « Proposal of small-aperture guided-mode resonance filter », in *2011 13th International Conference on Transparent Optical Networks*, 2011, p. 1-4.
- [2] K. Kintaka, T. Majima, J. Inoue, K. Hatanaka, J. Nishii, et S. Ura, « Cavity-resonator-integrated guided-mode resonance filter for aperture miniaturization », *Opt Express*, vol. 20, n° 2, p. 1444–1449, janv. 2012.
- [3] J. Inoue *et al.*, « Aperture Miniaturization of Guided-Mode Resonance Filter by Cavity Resonator Integration », *Appl. Phys. Express*, vol. 5, n° 2, p. 022201, 2012.
- [4] R. Laberdesque *et al.*, « High-order modes in cavity-resonator-integrated guided-mode resonance filters (CRIGFs) », *J Opt Soc Am A*, vol. 32, n° 11, p. 1973–1981, nov. 2015.
- [5] X. Buet, « Nouvelles architectures de réseaux résonants pour la stabilisation de diodes laser », Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2012.
- [6] X. Buet, E. Daran, D. Belharet, F. Lozes-Dupuy, A. Monmayrant, et O. Gauthier-Lafaye, « High angular tolerance and reflectivity with narrow bandwidth cavity-resonator-integrated guided-mode resonance filter », *Opt Express*, vol. 20, n° 8, p. 9322–9327, avr. 2012.
- [7] X. Buet *et al.*, « Wavelength-stabilised external-cavity laser diode using cavity resonator integrated guided mode filter », *Electron. Lett.*, vol. 48, n° 25, p. 1619–1621(2), déc. 2012.
- [8] S. Ura, S. Murata, Y. Awatsuji, et K. Kintaka, « Design of resonance grating coupler », *Opt Express*, vol. 16, n° 16, p. 12207–12213, août 2008.
- [9] K. Kintaka, Y. Kita, K. Shimizu, H. Matsuoka, S. Ura, et J. Nishii, « Cavity-resonator-integrated grating input/output coupler for high-efficiency vertical coupling with a small aperture », *Opt Lett*, vol. 35, n° 12, p. 1989–1991, juin 2010.
- [10] R. Laberdesque, « Etude des propriétés spectrales et spatiales de réflecteurs et coupleurs résonants », Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Toulouse, Toulouse, 2016.
- [11] N. Rassem, A.-L. Fehrembach, et E. Popov, « Waveguide mode in the box with an extraordinary flat dispersion curve », *J Opt Soc Am A*, vol. 32, n° 3, p. 420–430, mars 2015.
- [12] S. Ura, K. Mori, R. Tsujimoto, J. Inoue, et K. Kintaka, « Position Dependence of Coupling Efficiency of Grating Coupler in Waveguide Cavity », in *2017 IEEE 67th Electronic Components and Technology Conference (ECTC)*, 2017, p. 1619–1626.

## Bibliographie

- [13] P. C. Chaumet, G. Demésy, O. Gauthier-Lafaye, A. Sentenac, E. Popov, et A.-L. Fehrembach, « Electromagnetic modeling of large subwavelength-patterned highly resonant structures », *Opt Lett*, vol. 41, n° 10, p. 2358–2361, mai 2016.
- [14] K. Kintaka *et al.*, « Potential characterization of free-space-wave drop demultiplexer using cavity-resonator-integrated grating input/output coupler », *Opt Express*, vol. 18, n° 24, p. 25108–25115, nov. 2010.
- [15] S. Ura, K. Shimizu, Y. Kita, K. Kintaka, J. Inoue, et Y. Awatsuji, « Integrated-Optic Free-Space-Wave Coupler for Package-Level On-Board Optical Interconnects », *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 17, n° 3, p. 590–596, mai 2011.
- [16] S. Ura, K. Kintaka, J. Inoue, T. Ogura, K. Nishio, et Y. Awatsuji, « Reflection-phase variation of cavity-resonator-integrated guided-mode-resonance reflector for guided-mode-exciting surface laser mirror », in *2013 IEEE 63rd Electronic Components and Technology Conference*, 2013, p. 1874–1879.
- [17] T. Majima *et al.*, *Proposal of crossed cavity-resonator-integrated guided-mode resonance filter*. 2011.
- [18] H. Kawata, I. Matsumura, H. Yoshida, et K. Murata, « Fabrication of 0.2  $\mu\text{m}$  Fine Patterns Using Optical Projection Lithography with an Oil Immersion Lens », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 31, n° 12S, p. 4174, 1992.
- [19] Z. W. Chen, G. A. C. Jones, et H. Ahmed, « Nanowriter: A new high voltage electron beam lithography system for nanometer-scale fabrication », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Process. Phenom.*, vol. 6, n° 6, p. 2009–2013, 1988.
- [20] W. Chen et H. Ahmed, « Fabrication of 5-7 nm wide etched lines in silicon using 100 keV electron-beam lithography and polymethylmethacrylate resist », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, n° 13, p. 1499–1501, 1993.
- [21] H. G. Craighead, R. E. Howard, L. D. Jackel, et P. M. Mankiewich, « 10 nm linewidth electron beam lithography on GaAs », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 42, n° 1, p. 38–40, 1983.
- [22] A. Naber, H. Kock, et H. Fuchs, « High-Resolution Lithography with Near-Field Optical Microscopy », *Scanning*, vol. 18, n° 8, p. 567–571, 1996.
- [23] S. Wegscheider, A. Kirsch, J. Mlynek, et G. Krausch, « Scanning near-field optical lithography », *Thin Solid Films*, vol. 264, n° 2, p. 264–267, 1995.
- [24] S. Y. Chou, P. R. Krauss, et P. J. Renstrom, « Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 67, n° 21, p. 3114–3116, 1995.
- [25] L. G. Baraldi, R. E. Kunz, et J. Meissner, « High-precision molding of integrated optical structures », 1993, p. 21.
- [26] M. T. Gale, L. G. Baraldi, et R. E. Kunz, « Replicated microstructures for integrated optics », 1994, p. 2.

## Bibliographie

- [27] A. Kumar et G. M. Whitesides, « Features of gold having micrometer to centimeter dimensions can be formed through a combination of stamping with an elastomeric stamp and an alkanethiol “ink” followed by chemical etching », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 63, n° 14, p. 2002-2004, 1993.
- [28] L. B. Goetting, T. Deng, et G. M. Whitesides, « Microcontact Printing of Alkanephosphonic Acids on Aluminum: Pattern Transfer by Wet Chemical Etching », *Langmuir*, vol. 15, n° 4, p. 1182-1191, 1999.
- [29] P. M. S. John et H. G. Craighead, « Microcontact printing and pattern transfer using trichlorosilanes on oxide substrates », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 68, n° 7, p. 1022-1024, 1996.
- [30] J. L. Wilbur, A. Kumar, H. A. Biebuyck, E. Kim, et G. M. Whitesides, « Microcontact printing of self-assembled monolayers: applications in microfabrication », *Nanotechnology*, vol. 7, n° 4, p. 452, 1996.
- [31] Y. Xia, E. Kim, M. Mrksich, et G. M. Whitesides, « Microcontact Printing of Alkanethiols on Copper and Its Application in Microfabrication », *Chem. Mater.*, vol. 8, n° 3, p. 601-603, 1996.
- [32] Y. Xia, E. Kim, et G. M. Whitesides, « Microcontact Printing of Alkanethiols on Silver and Its Application in Microfabrication », *J. Electrochem. Soc.*, vol. 143, n° 3, p. 1070-1079, 1996.
- [33] J. Haisma, M. Verheijen, K. van den Heuvel, et J. van den Berg, « Mold-assisted nanolithography: A process for reliable pattern replication », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 14, n° 6, p. 4124-4128, 1996.
- [34] M. Bender, M. Otto, B. Hadam, B. Vratzov, B. Spangenberg, et H. Kurz, « Fabrication of nanostructures using a UV-based imprint technique », *Microelectron. Eng.*, vol. 53, n° 1, p. 233-236, 2000.
- [35] H. Tan, A. Gilbertson, et S. Y. Chou, « Roller nanoimprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 16, n° 6, p. 3926-3928, 1998.
- [36] S. H. Ahn et L. J. Guo, « High-Speed Roll-to-Roll Nanoimprint Lithography on Flexible Plastic Substrates », *Adv. Mater.*, vol. 20, n° 11, p. 2044-2049, 2008.
- [37] J. Hou, Y. Chen, Y.-S. Li, X. Weng, H. Li, et C. Pereira, « Reliability and Performance of Flexible Electrophoretic Displays by Roll-to-Roll Manufacturing Processes », *SID Symp. Dig. Tech. Pap.*, vol. 35, n° 1, p. 1066-1069, 2004.
- [38] X. Wang, H. Zang, et P. Li, « Roll-to-Roll Manufacturing Process for Full Color Electrophoretic Film », *SID Symp. Dig. Tech. Pap.*, vol. 37, n° 1, p. 1587-1589, 2006.
- [39] T. Bailey *et al.*, « Step and flash imprint lithography: Template surface treatment and defect analysis », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 18, n° 6, p. 3572-3577, 2000.
- [40] I. McMackin *et al.*, « Step and Repeat UV nanoimprint lithography tools and processes », 2004, p. 222.

## Bibliographie

- [41] X. D. Huang, L.-R. Bao, X. Cheng, L. J. Guo, S. W. Pang, et A. F. Yee, « Reversal imprinting by transferring polymer from mold to substrate », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct.*, vol. 20, n° 6, p. 2872, 2002.
- [42] B. Yang et S. W. Pang, « Multiple level nanochannels fabricated using reversal UV nanoimprint », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 24, n° 6, p. 2984-2987, 2006.
- [43] N. Kehagias, M. Zelsmann, C. M. S. Torres, K. Pfeiffer, G. Ahrens, et G. Gruetzner, « Three-dimensional polymer structures fabricated by reversal ultraviolet-curing imprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 23, n° 6, p. 2954-2957, 2005.
- [44] N. Kehagias *et al.*, « Reverse-contact UV nanoimprint lithography for multilayered structure fabrication », *Nanotechnology*, vol. 18, n° 17, p. 175303, 2007.
- [45] I. Maximov *et al.*, « Nanoimprint lithography for fabrication of three-terminal ballistic junctions in InP/GaInAs », *Nanotechnology*, vol. 13, n° 5, p. 666, 2002.
- [46] D. J. Resnick *et al.*, « Imprint lithography for integrated circuit fabrication », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 21, n° 6, p. 2624-2631, 2003.
- [47] W. Wu *et al.*, « Large area high density quantized magnetic disks fabricated using nanoimprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 16, n° 6, p. 3825-3829, 1998.
- [48] D. Falconnet *et al.*, « A Novel Approach to Produce Protein Nanopatterns by Combining Nanoimprint Lithography and Molecular Self-Assembly », *Nano Lett.*, vol. 4, n° 10, p. 1909-1914, 2004.
- [49] J. G. Goodberlet, J. T. Hastings, et H. I. Smith, « Performance of the Raith 150 electron-beam lithography system », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 19, n° 6, p. 2499-2503, 2001.
- [50] P. B. Fischer et S. Y. Chou, « 10 nm electron beam lithography and sub-50 nm overlay using a modified scanning electron microscope », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, n° 23, p. 2989-2991, 1993.
- [51] A. N. Broers, J. M. E. Harper, et W. W. Molzen, « 250 Å linewidths with PMMA electron resist », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 33, n° 5, p. 392-394, 1978.
- [52] K. Sharshavina, « Nouveaux concepts de filtres spectraux ultra-sélectifs pour spectroscopie embarquée », Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2016.
- [53] S. Park, H. Schiff, H. H. Solak, et J. Gobrecht, « Stamps for nanoimprint lithography by extreme ultraviolet interference lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 22, n° 6, p. 3246-3250, 2004.

## Bibliographie

- [54] G. Luo *et al.*, « Scanning probe lithography for nanoimprinting mould fabrication », *Nanotechnology*, vol. 17, n° 12, p. 3018, 2006.
- [55] M. D. Austin, W. Zhang, H. Ge, D. Wasserman, S. A. Lyon, et S. Y. Chou, « 6 nm half-pitch lines and 0.04  $\mu\text{m}^2$  static random access memory patterns by nanoimprint lithography », *Nanotechnology*, vol. 16, n° 8, p. 1058, 2005.
- [56] H. Schulz *et al.*, « Master replication into thermosetting polymers for nanoimprinting », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 18, n° 6, p. 3582-3585, 2000.
- [57] L. Chen, X. Deng, J. Wang, K. Takahashi, et F. Liu, « Defect control in nanoimprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 23, n° 6, p. 2933-2938, 2005.
- [58] J. Chen, « Soft UV nanoimprint lithography : a versatile technique for the fabrication of plasmonic biosensors », Thèse de doctorat, Université Paris Sud - Paris XI, 2011.
- [59] K. Pfeiffer *et al.*, « Polymer stamps for nanoimprinting », *Microelectron. Eng.*, vol. 61, p. 393-398, 2002.
- [60] A. Finn, B. Lu, R. Kirchner, X. Thrun, K. Richter, et W.-J. Fischer, « High aspect ratio pattern collapse of polymeric UV-nano-imprint molds due to cleaning », *Microelectron. Eng.*, vol. 110, p. 112-118, 2013.
- [61] S. H. Ahn et L. J. Guo, « Large-Area Roll-to-Roll and Roll-to-Plate Nanoimprint Lithography: A Step toward High-Throughput Application of Continuous Nanoimprinting », *ACS Nano*, vol. 3, n° 8, p. 2304-2310, 2009.
- [62] R. Magnusson *et al.*, « Fabrication of Guided-Mode Resonance Elements by Nanoimprint Lithography », *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 10, n° 3, p. 1606-1615, mars 2010.
- [63] E. Roy, Y. Kanamori, M. Belotti, et Y. Chen, « Enhanced UV imprint ability with a tri-layer stamp configuration », *Microelectron. Eng.*, vol. 78, p. 689-694, 2005.
- [64] J. Y. Shin, J. Y. Park, C. Liu, J. He, et S. C. Kim, « Chemical structure and physical properties of cyclic olefin copolymers (IUPAC Technical Report) », *Pure Appl. Chem.*, vol. 77, n° 5, janv. 2005.
- [65] Topas Advanced Polymers, « TOPAS COC Polymers », *topas.com*. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.topas.com/products/topas-coc-polymers>. [Consulté le: 23-sept-2017].
- [66] MITSUI CHEMICALS AMERICA, « APEL™ Cyclo Olefin Copolymer (COC) », *mitsuichemicals.com*. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.mitsuichemicals.com/apel.htm>. [Consulté le: 23-sept-2017].
- [67] Zeon, « Non-Elastomer Products », *zeonchemicals.com*. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.zeonchemicals.com/products/non-elastomers/>. [Consulté le: 23-sept-2017].

## Bibliographie

- [68] M. Beck *et al.*, « Improving stamps for 10 nm level wafer scale nanoimprint lithography », *Microelectron. Eng.*, vol. 61-62, p. 441-448, 2002.
- [69] D. Truffier-Boutry *et al.*, « Mold cleaning and fluorinated anti-sticking treatments in nanoimprint lithography », *Microelectron. Eng.*, vol. 86, n° 4, p. 669-672, 2009.
- [70] C.-W. Wu, Y.-K. Shen, S.-Y. Chuang, et C. S. Wei, « Anti-adhesive effects of diverse self-assembled monolayers in nanoimprint lithography », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 139, n° 1, p. 145-151, 2007.
- [71] W. Zhou *et al.*, « Characterization of anti-adhesive self-assembled monolayer for nanoimprint lithography », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, n° 5, Part 2, p. 2885-2889, 2008.
- [72] Y. Kawaguchi, F. Nonaka, et Y. Sanada, « Fluorinated materials for UV nanoimprint lithography », *Microelectron. Eng.*, vol. 84, n° 5, p. 973-976, 2007.
- [73] W.-S. Kim, D.-G. Choi, et B.-S. Bae, « Ultraviolet-nanoimprint of 40 nm scale patterns using functionally modified fluorinated hybrid materials », *Nanotechnology*, vol. 17, n° 13, p. 3319, 2006.
- [74] D.-Y. Khang, H. Kang, T.-I. Kim, et H. H. Lee, « Low-Pressure Nanoimprint Lithography », *Nano Lett.*, vol. 4, n° 4, p. 633-637, 2004.
- [75] M. Bender *et al.*, « High resolution lithography with PDMS molds », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 22, n° 6, p. 3229-3232, 2004.
- [76] H. Makhloufi, « Epitaxie de nouvelles hétérostructures pour la filière GaAs : puits/boîtes quantiques GaInAs sur surface structurées et alliage GaAsBi », Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2013.
- [77] A. Lauvergne, « Développement et optimisation de procédé de nanoimpression », IUT Midi-Pyrénées Mesures Physiques, Rapport de stage, 2016.
- [78] Micro Resist Technology, « micro resist technology GmbH ». [En ligne]. Disponible sur: <http://www.microresist.de/en>. [Consulté le: 23-sept-2017].
- [79] Nanonex, « Nanonex Materials », *nanonex.com*. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.nanonex.com/resists.htm>. [Consulté le: 23-sept-2017].
- [80] K. D. Sattler, K. D. Sattler, et K. D. Sattler, *Handbook of nanophysics*. Boca Raton, FL: CRC Press/Taylor & Francis, 2011.
- [81] J. Yeom, Y. Wu, et M. A. Shannon, « Critical aspect ratio dependence in deep reactive ion etching of silicon », in *TRANSDUCERS, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 12th International Conference on, 2003*, 2003, vol. 2, p. 1631-1634 vol.2.
- [82] Y. Hirai *et al.*, « Mold Surface Treatment for Imprint Lithography », *J. Photopolym. Sci. Technol.*, vol. 14, n° 3, p. 457-462, 2001.

## Bibliographie

- [83] Y. Hirai, T. Konishi, T. Yoshikawa, et S. Yoshida, « Simulation and experimental study of polymer deformation in nanoimprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 22, n° 6, p. 3288-3293, 2004.
- [84] H. Schulz, M. Wissen, et H.-C. Scheer, « Local mass transport and its effect on global pattern replication during hot embossing », *Microelectron. Eng.*, vol. 67, p. 657-663, 2003.
- [85] C. Gourgon *et al.*, « Influence of pattern density in nanoimprint lithography », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 21, n° 1, p. 98-105, 2003.
- [86] T. Konishi, T. Kanakugi, H. Toyota, H. Kawata, et Y. Hirai, « Nanoimprint lithography for high aspect ratio patterns », in *Digest of Papers. 2004 International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 2004.*, 2004, p. 126-127.
- [87] H. Gao, H. Tan, W. Zhang, K. Morton, et S. Y. Chou, « Air Cushion Press for Excellent Uniformity, High Yield, and Fast Nanoimprint Across a 100 mm Field », *Nano Lett.*, vol. 6, n° 11, p. 2438-2441, 2006.
- [88] J. Campos, « Etude des cavités membranaires GaAs à autocollimation », Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2011.
- [89] Z. Wang, J. Chu, Q. Wang, R. Zhang, et Y. Cui, « Fabrication of nanochannels using underexposed nanoimprint method », *IET Micro Nano Lett.*, vol. 10, n° 1, p. 34-36, 2015.
- [90] SCHOTT, « AF 32® eco Thin Glass », *us.schott.com*. [En ligne]. Disponible sur: [http://www.us.schott.com/advanced\\_optics/english/syn/advanced\\_optics/products/optical-materials/thin-glass/thin-glass-af-32-eco/index.html](http://www.us.schott.com/advanced_optics/english/syn/advanced_optics/products/optical-materials/thin-glass/thin-glass-af-32-eco/index.html). [Consulté le: 23-sept-2017].
- [91] S. Augé, A. Monmayrant, S. Pelloquin, J. B. Doucet, et O. Gauthier-Lafaye, « Tunable graded cavity resonator integrated grating filters », *Opt Express*, vol. 25, n° 11, p. 12415-12420, mai 2017.
- [92] K. Kintaka, K. Asai, K. Yamada, J. Inoue, et S. Ura, « Grating-Position-Shifted Cavity-Resonator-Integrated Guided-Mode Resonance Filter », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 29, n° 2, p. 201-204, janv. 2017.
- [93] K. Yanagida, K. Mori, M. Nakata, J. Inoue, S. Ura, et K. Kintaka, « Characterization of CRIGF integrated on DBR substrate », in *2016 IEEE CPMT Symposium Japan (ICSJ)*, 2016, p. 173-176.
- [94] P. Srinivasan, M. K. Poutous, Z. A. Roth, Y. O. Yilmaz, R. C. Rumpf, et E. G. Johnson, « Spatial and spectral beam shaping with space-variant guided mode resonance filters », *Opt Express*, vol. 17, n° 22, p. 20365-20375, oct. 2009.
- [95] J. Telkkälä *et al.*, « Distributed Feedback Laser Diodes Emitting at 894 nm Suitable for Atomic Clock Applications Fabricated Using Nanoimprint Lithography », in *Conference on Lasers and Electro-Optics 2010*, 2010, p. JTuD102.
- [96] J. Viheriälä *et al.*, « Applications of UV-nanoimprint soft stamps in fabrication of single-frequency diode lasers », *Microelectron. Eng.*, vol. 86, n° 3, p. 321-324, 2009.

## Bibliographie

- [97] J. Viheriälä, K. Haring, S. Suomalainen, R. Koskinen, T. Niemi, et M. Guina, « High Spectral Purity High-Power GaSb-Based DFB Laser Fabricated by Nanoimprint Lithography », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 28, n° 11, p. 1233-1236, juin 2016.
- [98] H. Yoshinaga *et al.*, « Single-stripe tunable laser with chirped sampled gratings fabricated by nanoimprint lithography », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 53, n° 8S2, p. 08MB05, 2014.
- [99] Y. Laaroussi *et al.*, « Oxide-confined mid-infrared VCSELs », *Electron. Lett.*, vol. 48, n° 25, p. 1616-1618, déc. 2012.
- [100] L. Marigo-Lombart *et al.*, « Single lithography-step self-aligned fabrication process for Vertical-Cavity Surface-Emitting Lasers », *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 61, p. 35-38, 2017.
- [101] B. Adelin *et al.*, « Electrically pumped all photonic crystal 2nd order DFB lasers arrays emitting at 2.3  $\mu\text{m}$  », *APL Photonics*, vol. 2, n° 3, p. 036105, 2017.
- [102] K. Louarn *et al.*, « Modelling of interband transitions in GaAs tunnel diode », *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 31, n° 6, p. 06LT01, 2016.
- [103] S. Calvez *et al.*, « Vertically Coupled Microdisk Resonators Using AlGaAs/AlOx Technology », *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 27, n° 9, p. 982-985, mai 2015.
- [104] Microchemicals, « AZ Barli », *microchemicals.com*. [En ligne]. Disponible sur: [http://www.microchemicals.com/products/photoresists/antireflective\\_coating/azr\\_barli\\_ii.html](http://www.microchemicals.com/products/photoresists/antireflective_coating/azr_barli_ii.html). [Consulté le: 23-sept-2017].
- [105] S. S. Sethi, R. G. Distasio, D. H. Ziger, J. E. Lamb III, et T. D. Flaim, « Use of antireflective coatings in deep-UV lithography », 1991, p. 30-40.
- [106] Microchemicals, « AZ® ECI 3000 », *microchemicals.com*. [En ligne]. Disponible sur: [http://www.microchemicals.com/products/photoresists/az\\_eci\\_3027.html](http://www.microchemicals.com/products/photoresists/az_eci_3027.html). [Consulté le: 23-sept-2017].
- [107] Y. Laaroussi, « Nouvelles approches technologiques pour la fabrication de lasers à emission verticale dans le moyen infrarouge », Thèse de doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2012.
- [108] G. Eisenstein, S. K. Korotky, L. W. Stulz, R. M. Jopson, et K. L. Hall, « Antireflection coatings on lithium niobate waveguide devices using electron beam evaporated yttrium oxide », *Electron. Lett.*, vol. 21, n° 9, p. 363-364, avr. 1985.
- [109] C. Martinet, V. Paillard, A. Gagnaire, et J. Joseph, « Deposition of SiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub> thin films by plasma enhanced chemical vapor deposition for antireflection coating », *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 216, p. 77-82, 1997.
- [110] S. Adachi, « GaAs, AlAs, and Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As: Material parameters for use in research and device applications », *J. Appl. Phys.*, vol. 58, n° 3, p. R1-R29, 1985.



## Bibliographie

- [111] J. A. Taylor, « An XPS study of the oxidation of AlAs thin films grown by MBE », *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 20, n° 3, p. 751-755, 1982.
- [112] M. Bafleur et A. Munoz-Yague, « Crystal, impurity-related and growth defects in molecular beam epitaxial GaAs layers », *Thin Solid Films*, vol. 101, n° 4, p. 299-310, 1983.
- [113] Y. G. Chai, Y. Pao, et T. Hierl, « Elimination of “pair” defects from GaAs layers grown by molecular beam epitaxy », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 47, n° 12, p. 1327-1329, 1985.
- [114] S.-L. Weng, « Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and particulates: The origins of oval defects in GaAs-related molecular-beam epitaxy », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Process. Phenom.*, vol. 5, n° 3, p. 725-729, 1987.
- [115] Solvay, « Fomblin® PFPE Lubricants », *solvay.com*. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.solvay.com/en/markets-and-products/featured-products/Fomblin-PFPE-Lubricants.html>.
- [116] J. W. Lee *et al.*, « Cl<sub>2</sub>-Based Dry Etching of GaAs, AlGaAs, and GaP », *J. Electrochem. Soc.*, vol. 143, n° 6, p. 2010-2014, 1996.
- [117] C. F. Carlström *et al.*, « Comparative study of Cl<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>, and Cl<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> inductively coupled plasma processes for etching of high-aspect-ratio photonic-crystal holes in InP », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 26, n° 5, p. 1675-1683, 2008.
- [118] Microfabrication Materials Technologies, « Dow® SPR700 Positive Photoresist », *micromaterialstech.com*. [En ligne]. Disponible sur: <http://micromaterialstech.com/products/gi-line-broadband-photoresists/dow-spr700-series-photoresist/>.
- [119] B. Harbecke, « Coherent and incoherent reflection and transmission of multilayer structures », *Appl. Phys. B*, vol. 39, n° 3, p. 165-170, 1986.
- [120] J. R. Meyer-Arendt, *Introduction to classical and modern optics*. J. R. Meyer-Arendt, Introduction to classical and modern optics, 4th ed., (Addison-Wesley, 1994). Englewood Cliffs, N.J. : Prentice Hall, c1995., 1995.
- [121] K. Luke, Y. Okawachi, M. R. E. Lamont, A. L. Gaeta, et M. Lipson, « Broadband mid-infrared frequency comb generation in a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> microresonator », *Opt Lett*, vol. 40, n° 21, p. 4823-4826, nov. 2015.
- [122] Y. Kanamori, M. Sasaki, et K. Hane, « Broadband antireflection gratings fabricated upon silicon substrates », *Opt Lett*, vol. 24, n° 20, p. 1422-1424, oct. 1999.
- [123] Y. Zhou, M. Moewe, J. Kern, M. C. Y. Huang, et C. J. Chang-Hasnain, « Surface-normal emission of a high-Q resonator using a subwavelength high-contrast grating », *Opt Express*, vol. 16, n° 22, p. 17282-17287, oct. 2008.
- [124] T. Ansbaek, I. S. Chung, E. S. Semenova, O. Hansen, et K. Yvind, « Resonant MEMS Tunable VCSEL », *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 19, n° 4, p. 1702306-1702306, juill. 2013.
- [125] C. Chase, Y. Rao, W. Hofmann, et C. J. Chang-Hasnain, « 1550 nm high contrast grating VCSEL », *Opt Express*, vol. 18, n° 15, p. 15461-15466, juill. 2010.



# Annexe 1. Les systèmes antireflets

## 1. Méthode des matrices de transfert

Pour définir les paramètres des couches antireflets, la méthode des matrices de transfert a été reprise [119]. Elle permet de calculer les indices optiques optimaux pour avoir un système antireflet efficace sur une couche d'un matériau d'indice optique donné ( $n_s$ ). Cependant, il n'est pas toujours évident de trouver les bons matériaux associés aux indices calculés.

Une monocouche antireflet est constituée d'une couche quart d'onde avec pour un indice optique idéal ( $n_1$ ) égal à la racine carré des deux couches ( $n_0$  et  $n_s$ ) qui l'entourent [120] (Figure 166a).

Équation 8 
$$n_1 = \sqrt{n_0 * n_s}$$

Pour nos filtres CRIGFs, le milieu initial est l'air ( $n_0 = 1$ ). Nous obtenons donc :

Équation 9 
$$n_1 = \sqrt{n_s}$$

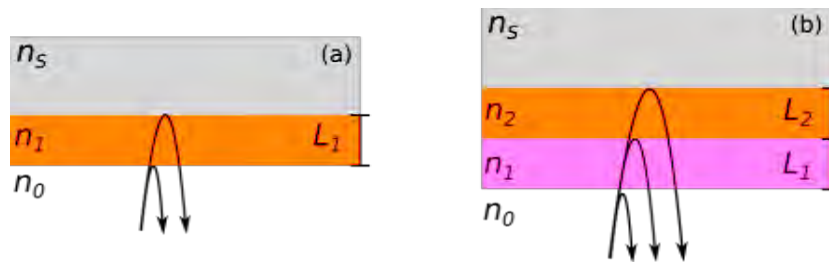


Figure 166 : Schémas représentant les paramètres de la monocouche (a) et du bicouche (b) antireflet.

Un bicouche antireflet peut être aussi envisagé. Il est composé de deux couches quart d'onde (Figure 166b). La relation entre les indices optiques est alors :

Équation 10 
$$\frac{n_1^2 * n_s}{n_2^2} = n_0 \leftrightarrow \sqrt{n_s} = \frac{n_2}{n_1} \text{ pour } n_0 = 1$$

## 2. Systèmes antireflets pour CRIGFs NIR

Les paramètres du système antireflet pour les CRIGFs NIR ont été évalués par une série de simulations numériques utilisant la méthode des matrices de transfert présentée précédemment. Ainsi, pour notre gamme de longueur d'onde, nous utilisons un bicouche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $n_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 1,97$ ) et de  $\text{SiO}_2$  ( $n_{\text{SiO}_2} = 1,47$ ). Les valeurs d'épaisseurs retenues lors des simulations sont répertoriées dans le tableau suivant :

Fonction	Position	Matériau	Epaisseur
Substrat	Substrat	Verre AF32	500 $\mu\text{m}$
Système antireflet	Face arrière	$\text{Si}_3\text{N}_4$	164 nm
		$\text{SiO}_2$	113 nm

Tableau 30 : Résultats des simulations des différentes épaisseurs de couches constituant le système antireflet à l'arrière des échantillons comportant les CRIGFs NIR.

Les couches sont déposées par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD, pour Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition) et sont caractérisées par la suite par

ellipsométrie avec une précision de quelques nanomètres. Les premiers essais de dépôt ont donné des couches avec des écarts parfois importants par rapport aux valeurs ciblées. Par exemple, les épaisseurs de la plaque SP01 sont résumées dans le tableau 31 :

Fonction	Position	Matériau	Epaisseur
Substrat	Substrat	Verre AF32	500 $\mu\text{m}$
Système antireflet	Face arrière	$\text{Si}_3\text{N}_4$	124 nm
		$\text{SiO}_2$	193 nm

Tableau 31 : Epaisseurs mesurées à l'ellipsomètre pour la plaque SP01.

La plaque a été ensuite découpée pour former plusieurs échantillons. Cependant, les écarts des épaisseurs des couches sont trop importants par rapport aux valeurs attendues rendant le système antireflet inefficace aux longueurs d'onde de travail (courbe bleue dans sur la figure 167a). Des simulations numériques ont été effectuées pour établir un nouveau bicouche  $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$  afin de corriger l'antireflet de la plaque SP01 (Figure 167c). Ainsi, une structure antireflet de quatre couches se situe en face arrière de la plaque SP01 qui permet d'atteindre des réflectivités proche de  $10^{-3}$  autour de 850 nm (courbe rouge sur la figure 167a).

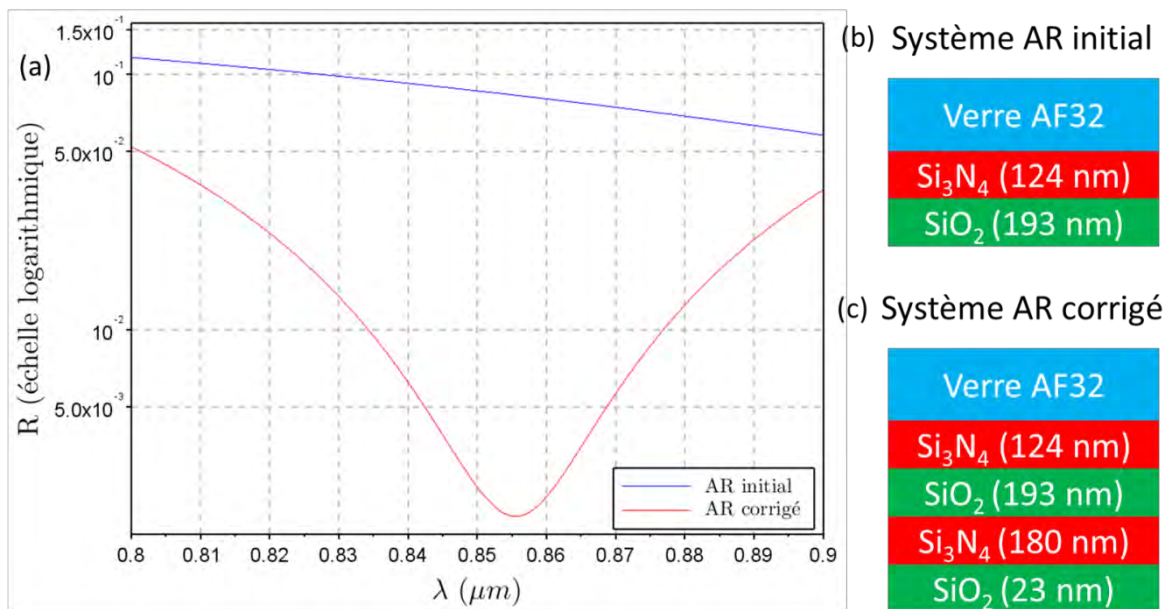


Figure 167 : (a) : Réflectivité (échelle logarithmique) en fonction de la longueur d'onde pour (b) le système antireflet initial constitué d'un simple bicouche et (c) le système antireflet corrigé avec le rajout d'un nouveau bicouche.

Les épaisseurs des couches déposées sur les plaques suivantes sont bien plus proches de celles obtenues par les modélisations. Cependant, elles seront peu utilisées car les nouvelles configurations de CRIGFs développées ultérieurement demandent des épaisseurs de couches différentes.

### 3. Systèmes antireflets pour CRIGFs MIR

Selon la méthode des matrices de transfert, pour un système antireflet monocouche sur substrat GaAs ( $n_{\text{GaAs}} = 3,309$ ), l'indice optique idéal de la couche quart d'onde est égal à :

$$\text{Equation 11} \quad n_1 = \sqrt{n_s} = \sqrt{n_{\text{GaAs}}} \cong 1,84$$

## Annexe 1. Les systèmes antireflets

Un candidat prometteur est le nitrure de silicium qui a un indice optique  $n_{Si_3N_4} \approx 1,8635$  [121] pour une longueur d'onde de 4,6  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de la couche quart d'onde doit être égale à :

$$\text{Équation 12} \quad L_1 = \frac{\lambda}{4 * n_1}$$

Dans notre cas :

$$L_{Si_3N_4} = \frac{\lambda}{4 * n_{Si_3N_4}} = 617 \text{ nm}$$

Les caractéristiques de la monocouche antireflet sont répertoriées dans le tableau 32.

	Longueur d'onde visée	Indice optique idéal	Matériau choisi	Indice optique du matériau choisi	Épaisseur
<b>Antireflet Simple couche</b>	4,6 $\mu\text{m}$	1,84	$Si_3N_4$	1,86 @ 4,6 $\mu\text{m}$	617 $\mu\text{m}$

Tableau 32 : Récapitulatif des paramètres de la couche antireflet pour les CRIGFs MIR

Par ailleurs, pour un système antireflet bicouche nous devons trouver un rapport d'indice  $n_2/n_1$  égal à 1,84 (Équation 10). Les épaisseurs des couches sont ensuite données par l'équation 12.

Une autre approche consiste à structurer la face arrière pour obtenir un antireflet efficace. Par exemple, des réseaux de plots appelés SWS surfaces (subwavelength structured surfaces) ont été développés pour diminuer la réflectivité du silicium [122]. Pour notre gamme de longueur d'onde, des structures appelés HCG (High Contrast Grating) ont été développés principalement comme réflecteurs pour les VCSELs [123]–[125]. Ces réflecteurs présentent des cartographies de réflectivité qui montrent des plages de très faibles réflectivités. Ces couches structurées pourraient donc être employées avantageusement comme couches antireflets en face arrière pour nos composants. Pour notre part, des simulations ont été effectuées avec le logiciel de RCWA S4. En restant dans des conditions de fabrication réalisables, les meilleurs résultats sont obtenus pour un réseau gravé en face arrière du substrat GaAs avec une profondeur de 0,55  $\mu\text{m}$  pour une période de 1,20  $\mu\text{m}$  avec un taux de remplissage égal à 0,82.

La figure 168 permet de comparer les différentes configurations des couches antireflets présentées précédemment. A savoir, un substrat GaAs :

- sans antireflet (référence, courbe bleue),
- avec un antireflet simple couche idéal ( $n_1=1,84$ ,  $e_1=625 \text{ nm}$ ) (courbe verte),
- avec un antireflet simple couche de  $Si_3N_4$  ( $n_{Si_3N_4}=1,86$ ,  $e_{Si_3N_4}=617 \text{ nm}$ ) (courbe rouge),
- avec un antireflet bicouche idéal ( $n_2/n_1=1,84$ ,  $e_1=846 \text{ nm}$ ,  $e_2=402 \text{ nm}$ ) (courbe bleu-vert),
- avec un antireflet constitué d'une structure HCG face arrière ( $p=0,55 \mu\text{m}$ ,  $\Lambda=1,20 \mu\text{m}$  et  $\phi=0,82$ ) (courbe noire).

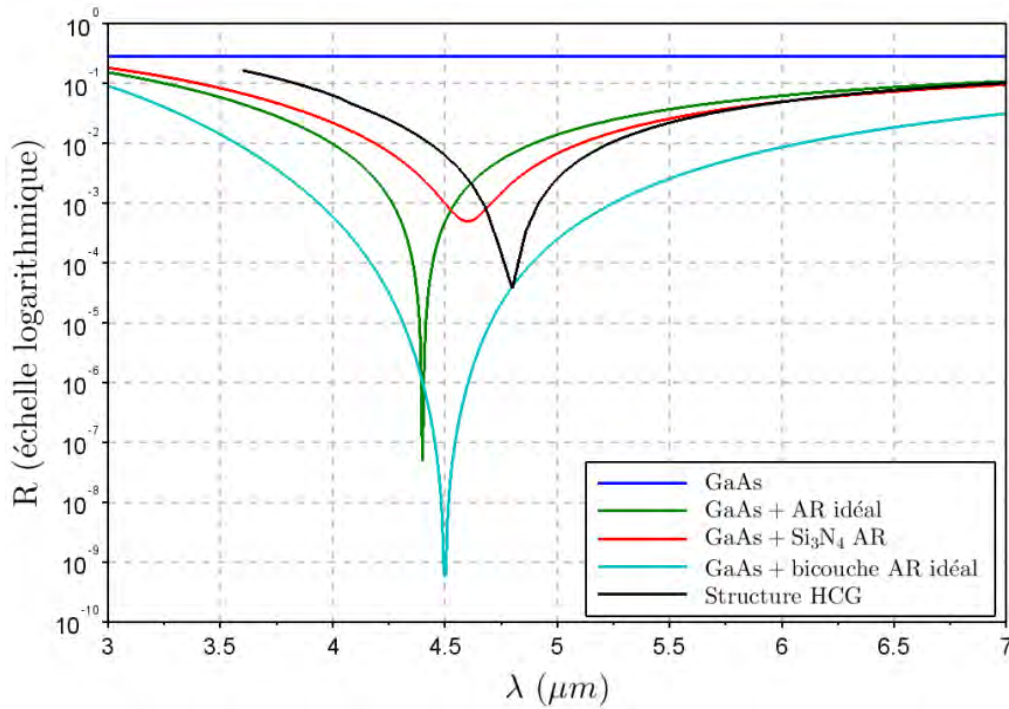


Figure 168 : Courbe théorique de la réflectivité (échelle logarithmique) en fonction de la longueur d'onde pour différents procédés antireflets.

L'antireflet monocouche à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est bien centré autour de la longueur d'onde  $4,6 \mu\text{m}$  et atteint une réflectivité minimale au-dessous de  $10^{-3}$ . De plus, la réflectivité est en dessous de 1% sur une large gamme entre  $4,2$  et  $5,1 \mu\text{m}$ . L'antireflet peut être amélioré par l'emploi d'un multicouche permettant ainsi d'avoir une réflectivité plus faible (jusqu'à  $10^{-9}$ ) mais aussi une bande passante plus large en dessous de 1% (de  $3,6$  à  $6,1 \mu\text{m}$ ). Cependant, les matériaux couramment utilisés comme multicouches antireflet pour cette gamme spectrale comme l'oxyde d'yttrium ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) [108] ou le dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) [109] ne sont pas disponibles au sein du laboratoire. Utiliser un HGC comme miroir face arrière du CRIGF peut être envisageable comme nous le montre la courbe. Cependant, les performances au niveau de la réflectivité sont peu ou prou équivalentes à celles d'un antireflet simple couche, ce dernier a été donc privilégié car il est plus simple à mettre en œuvre. Cependant, la mise en place d'un filtre HGC comme antireflet pourrait s'avérer intéressante pour des longueurs d'onde plus grande ( $\approx 8 \mu\text{m}$ ), où l'on ne pourra plus utiliser le nitrure à cause de son absorption.







# Annexe 2. Mesures de taux de remplissage des CRIGFs MIR

Rappel des nomenclatures pour les conditions d'insolation de la lithographie par projection UV :

-L5C6 pour une dose de  $750 \text{ J/m}^2$  et une focalisation de  $-0,4 \mu\text{m}$

-L4C9 pour une dose de  $900 \text{ J/m}^2$  et une focalisation de  $-0,3 \mu\text{m}$

-L5C9 pour une dose de  $900 \text{ J/m}^2$  et une focalisation de  $-0,4 \mu\text{m}$

Une étude des taux de remplissage a été menée afin de connaître la décote de chaque technique employée au cours du procédé de fabrication des CRIGFs MIR :

- Fabrication du réticule par lithographie laser directe,
- Fabrication du moule mère par lithographie par projection UV,
- Fabrication de l'échantillon final par lithographie par nanoimpression via moule souple et par gravures ioniques assistées par plasma.

## 1. Réticule

Une décote positive est observée lors de la création du réticule (Tableau 33). Les taux de remplissage codés sur les dessins des CRIGFs sont donc inférieurs par rapport à ceux obtenus sur le réticule après la lithographie laser. Les décotes avoisinent les + 8% pour les GCs. Les décotes sont multipliées par deux pour les DBRs. Cette différence est due aux dimensions des réseaux. Les DBRs ayant des périodes deux fois plus petites que celles des GCs, ils sont d'autant plus sensibles aux décotes.

	$\Phi_{\text{DBR}}$	$\Phi_{\text{GC}}$		
<b>Codés</b>	0,45	0,65	0,70	0,75
<b>Réticule</b>	0,53	0,70	0,76	0,80
<b>Décote (%)</b>	+17,8	+7,7	+8,6	+6,7

**Tableau 33 :** Tableau récapitulatif des taux de remplissage des DBRs et des GCs : ceux codés sur le dessin du masque du réticule (fond gris clair) et ceux mesurés sur le réticule (fond vert clair).

## 2. Lithographie par projection UV

Une décote positive est aussi observée lors de la lithographie par projection UV (Tableau 34). Les décotes les plus faibles se trouvent au niveau du bloc VL4C9 (de 8 à 12%) alors que les plus fortes se trouvent au niveau de bloc VL5C6 (de 17 à 35%). Elles dépendent évidemment des conditions d'insolation. Les meilleures conditions pour avoir une plus faible décote tendent donc vers  $900 \text{ J/m}^2$  pour la dose et vers  $-0,3$  pour la focalisation.

Annexe 2. Mesures de taux de remplissage des CRIGFs MIR

Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6		Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6
$\phi_{\text{DBR}} 0,45$					$\phi_{\text{GC}} 0,65$			
$\phi_{\text{DBR}} \text{ Réticule}$	0,53				$\phi_{\text{GC}} \text{ Réticule}$	0,70		
$\phi_{\text{DBR}} \text{ Moule dur}$	0,59	0,65	0,72		$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,76	0,81	0,84
Décote (%)	+11,3	+22,6	+35,8		Décote (%)	+8,6	+15,7	+20,0
$\phi_{\text{GC}} 0,70$					$\phi_{\text{GC}} 0,75$			
$\phi_{\text{GC}} \text{ Réticule}$	0,76				$\phi_{\text{GC}} \text{ Réticule}$	0,80		
$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,82	0,87	0,89		$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,88	0,92	0,95
Décote (%)	+7,9	+14,5	+17,1		Décote (%)	+10,0	+15,0	+18,8

Tableau 34 : Tableau récapitulatif des taux de remplissage des DBRs et des GCs pour les trois blocs (VL4C9, VL5C9, VL5C6) : Ceux mesurés sur le réticule (fond vert clair) et ceux mesurés sur les moules durs (fond bleu clair).

### 3. SNIL

A l'issue du procédé SNIL, les taux de remplissage des CRIGFs sont inférieurs à ceux du moule dur en silicium. La décote varie entre -1 à -14% (Tableau 35). Elle est due à la rétraction du moule souple en Zeonorfilm® lors du refroidissement à la fin de la TNIL.

Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6		Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6
$\phi_{\text{DBR}} 0,45$					$\phi_{\text{GC}} 0,65$			
$\phi_{\text{DBR}} \text{ Moule dur}$	0,59	0,65	0,72		$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,76	0,81	0,84
$\phi_{\text{DBR}} \text{ R CRIGFs}$	0,51	0,63	0,76		$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,72	0,77	0,83
Décote (%)	-13,6	-3,1	+5,6		Décote (%)	-5,3	-4,9	-1,2
$\phi_{\text{GC}} 0,70$					$\phi_{\text{GC}} 0,75$			
$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,82	0,87	0,89		$\phi_{\text{GC}} \text{ Moule dur}$	0,88	0,92	0,95
$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,77	0,83	0,88		$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,82	0,90	0,93
Décote (%)	-6,1	-4,6	-1,1		Décote (%)	-6,8	-2,2	-2,1

Tableau 35 : Tableau récapitulatif des taux de remplissage des DBRs et des GCs pour les trois blocs (VL4C9, VL5C9, VL5C6) : Ceux mesurés sur les moules durs (fond bleu clair) et ceux mesurés sur les échantillons finaux (fond violet).

### 4. Décote finale

Finalement, lorsqu'on compare les taux de remplissage codés pour la réalisation du réticule et les taux de remplissage des CRIGFs MIR sur les échantillons finaux, une décote positive apparaît. Les plus faibles décotes se trouvent au niveau du bloc VL4C9 entre 9 et 14% (Tableau 36). Les plus importantes atteignent jusqu'à près de 70%.

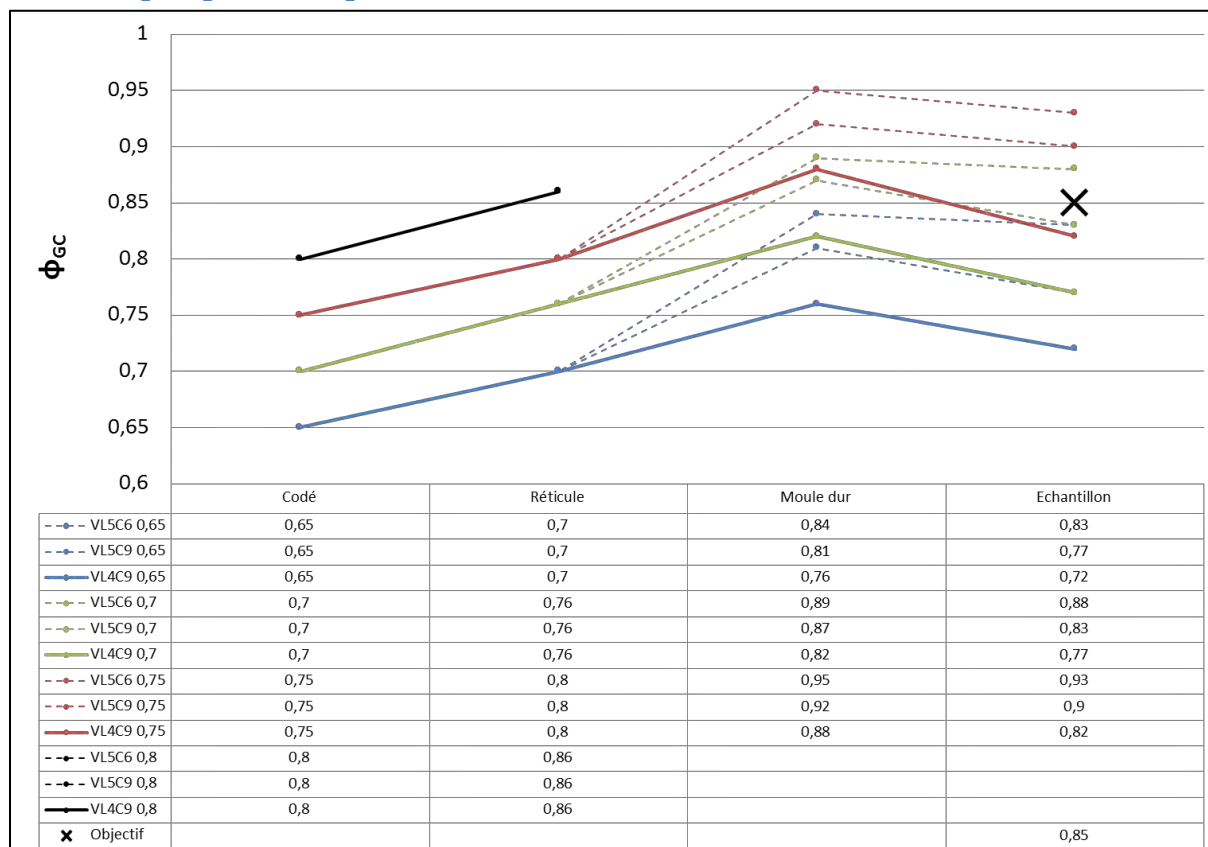
Nous disposons donc maintenant pour les futurs réticules d'un abaque nous permettant de prédire les décotes induites pour le procédé complet permettant d'atteindre avec plus de précisions les différents taux de remplissage souhaités.

Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6		Bloc	VL4C9	VL5C9	VL5C6
$\phi_{\text{DBR}} 0,45$					$\phi_{\text{GC}} 0,65$			
$\phi_{\text{DBR}} \text{ CRIGFs}$	0,51	0,63	0,76		$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,72	0,77	0,83
Décote totale (%)	+13,3	+40,0	+68,9		Décote totale (%)	+10,8	+18,5	+27,7
$\phi_{\text{GC}} 0,70$					$\phi_{\text{GC}} 0,75$			
$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,77	0,83	0,88		$\phi_{\text{GC}} \text{ CRIGFs}$	0,82	0,90	0,93
Décote totale (%)	+10,0	+18,6	+25,7		Décote totale (%)	+9,3	+20,0	+24,0

Tableau 36 : Tableau récapitulatif des taux de remplissage des DBRs et des GCs pour les trois blocs (VL4C9, VL5C9, VL5C6) : ceux codés sur le dessin du masque du réticule (fond gris clair) et ceux mesurés sur les échantillons finaux (fond violet clair).

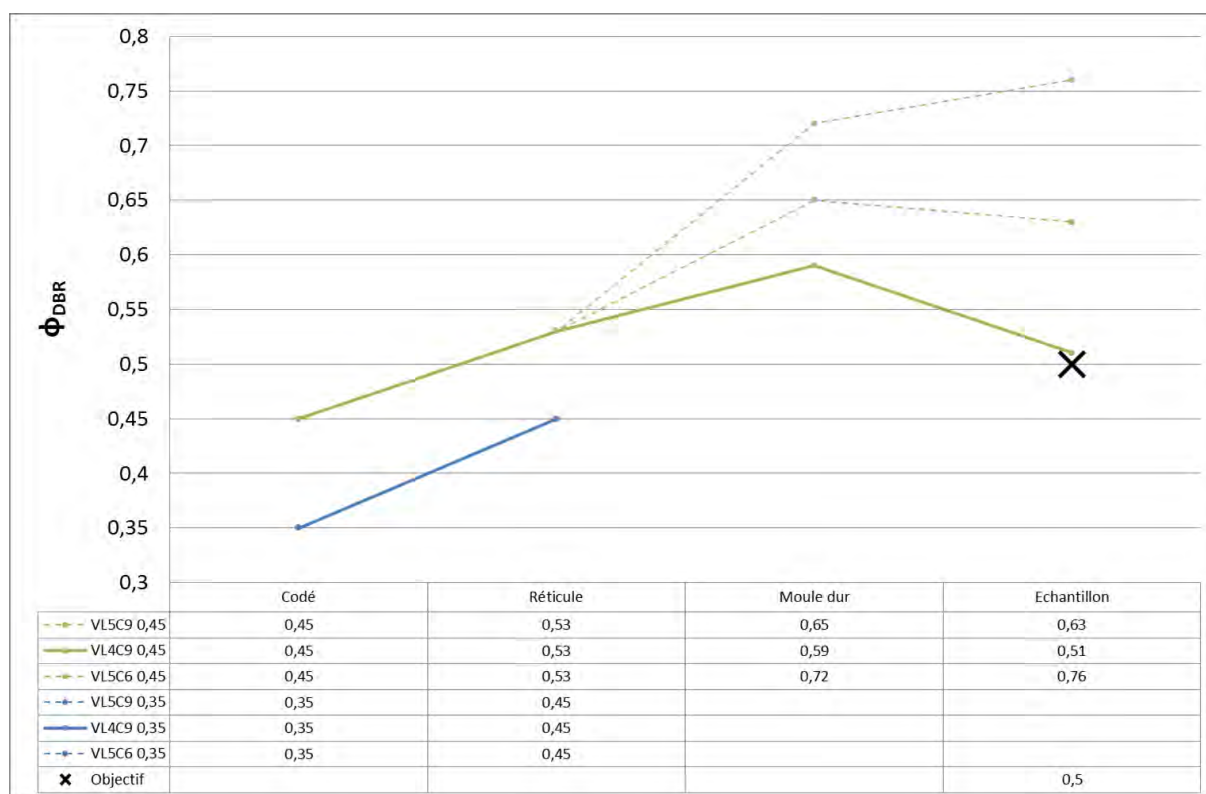
Ces mesures ont pu permettre également de se rendre compte qu'une large gamme de taux de remplissage est possible pour les GCs via le procédé mis en place. Grâce à ces trois blocs, des GCs ont pu être fabriqués avec des taux de remplissage allant de 0,72 à 0,93, entourant ainsi la valeur visée ( $\phi_{\text{GC}}=0,85$ ). Pour les DBRs, la valeur visée (0,50) a été quasiment atteinte sur le bloc VL4C9 (0,51) avec une valeur codée de 0,45.

## 5. Graphiques récapitulatifs



**Figure 169 :** Courbes représentant l'évolution du taux de remplissage des réseaux résonant GC ( $\phi_{GC}$ ) au cours des différentes étapes du procédé de fabrication des CRIGFs pour plusieurs  $\phi_{GC}$  initialement codés pour la fabrication du réticule ( $\phi_{GC}=[0,65, 0,70, 0,75, 0,80]$ ). Le tableau récapitule les valeurs des taux de remplissage mesurés. La croix noire représente la valeur ciblée sur l'échantillon pour  $\phi_{GC}$ . Les courbes pleines représentent les paramètres d'insolation où le rendement des CRIGFs dans les échantillons finaux a été le meilleur. Les courbes en pointillées correspondent à d'autres paramètres d'insolation mais qui permette d'obtenir des rendements acceptables.

Annexe 2. Mesures de taux de remplissage des CRIGFs MIR



**Figure 170 :** Courbes représentant l'évolution du taux de remplissage des réflecteurs de Bragg ( $\phi_{DBR}$ ) au cours des différentes étapes du procédé de fabrication des CRIGFs pour plusieurs  $\phi_{DBR}$  initialement codés pour la fabrication du réticule ( $\phi_{DBR} = [0,35, 0,45]$ ). Le tableau récapitule les valeurs des taux de remplissage mesurés. La croix noire représente la valeur ciblée sur l'échantillon pour  $\phi_{DBR}$ . Les courbes pleines représentent les paramètres d'insolation où le rendement des CRIGFs dans les échantillons finaux a été le meilleur. Les courbes en pointillées correspondent à d'autres paramètres d'insolation mais qui permette d'obtenir des rendements acceptables.





**Titre :** Lithographie par nanoimpression pour la fabrication de filtres à réseaux résonants en cavité

## Résumé

Les filtres CRIGFs sont une nouvelle génération de filtres optiques réfléchissants nanostructurés qui présentent un très fort intérêt pour de nombreuses applications. Cependant, leur fabrication est relativement complexe : il s'agit de composants structurés à des échelles petites devant la longueur d'onde d'utilisation, mais de surface totale relativement grande. Ils sont usuellement fabriqués en utilisant des procédés de lithographie de type lithographie électronique, qui présente une résolution suffisante mais qui est séquentielle et donc lente pour de telles surfaces de composant. En outre, les CRIGFs sont souvent réalisés sur des substrats isolants, ce qui complexifie encore plus l'utilisation de cette lithographie.

Lors de cette thèse, un procédé de fabrication des CRIGFs a été développé à partir de la lithographie par nanoimpression via moule souple (SNIL). Cette technologie collective et à haut rendement contourne les inconvénients et garde les avantages de la traditionnelle lithographie électronique. Elle permet de fabriquer des motifs nanométriques par simple pressage d'un moule souple sur une couche de résine de polymères sous insolation d'ultraviolets. Après avoir stabilisé le procédé et établi les limites de la technologie, de nombreux filtres CRIGFs ont ainsi été créés. Ils présentent des résultats optiques équivalents dans le proche infrarouge (NIR) à ceux fabriqués par lithographie électronique.

Dans un deuxième temps, le caractère générique du procédé mis en place a été démontré de plusieurs façons. Premièrement, nous avons montré qu'il était possible à l'aide de celui-ci de dépasser les compromis usuels de conception en structurant directement le guide d'onde, qui sera ensuite ré-encapsulé. Deuxièmement, nous avons montré que ce même procédé pouvait être directement transféré pour réaliser des filtres CRIGF dans la gamme du moyen infrarouge, bien que les filtres soient alors réalisés sur un matériau cristallin III-V et présentent des dimensions micrométriques plutôt que nanométriques.

Enfin, nous avons démontré la grande souplesse et stabilité du procédé en l'utilisant pour explorer différentes géométries potentiellement intéressantes de cette nouvelle famille de filtres optiques nanostructurés. Nous avons notamment étudié des CRIGFs comportant un gradient de période qui ont permis pour la première fois d'obtenir un filtre CRIGF accordable. Pour finir, nous nous sommes attachés à étudier le potentiel de réalisation de filtres CRIGFs plus complexes et présentant plusieurs niveaux de corrugation.

**Mots clefs :** nanoimpression, filtre à réseaux, lithographie à haute résolution, SNIL, CRIGF.

**Title:** Nanoimprint lithography for cavity resonator integrated grating filters

## Abstract

Cavity resonator integrated grating filters (CRIGFs) are a new generation of nanostructured reflective filters. They present a strong interest for many applications. However, their manufacturing is relatively complex: CRIGFs are components structured at small scales compared to the wavelength of interest but on a relatively large area. They are usually made by electron beam lithography technique which presents a sufficient resolution but does not allow parallel patterning and is thereby time consuming for large area components. Furthermore, CRIGFs are often fabricated on insulating wafers which make the e-beam lithography process more complicated.

In this PhD, a CRIGF process manufacturing has been implemented through soft mold nanoimprint lithography (SNIL). This high throughput collective technology keeps the benefits of the traditional electron beam lithography while overcoming its limits. Nano-scale patterns can be made by a simple stamping under UV exposure of a soft mold on a polymer resist layer. After stabilizing the process and assessing the technique limits, plenty of CRIGFs have been manufactured. They exhibit optical performances in the near-infrared range equivalent to those manufactured by e-beam lithography.

Secondly, it has been demonstrated that the implemented process is generic. We have shown the possibility to overcome the usual design trade-offs by structuring directly the waveguide, before embedding. Moreover, this same process has been shown to be applied in a straightforward way to fabricate CRIGFs in the mid-infrared range using a III-V crystalline material and micrometric sized patterns.

Finally, we have demonstrated the great flexibility and sustainability of the process by testing different potential geometries of CRIGFs. Notably, we have designed a CRIGF with a period gradient leading to the first tunable CRIGF ever demonstrated. Lastly, we have evaluated the potential manufacturing of complex CRIGFs with several corrugation levels.

**Keywords:** nanoimprint, grating filter, high resolution lithography, SNIL, CRIGF.