



**HAL**  
open science

# Conception et réalisation d'une source VCSEL accordable pour un microsystème d'analyse de la peau par Tomographie par Cohérence Optique (OCT)

Benjamin Boisdard

## ► To cite this version:

Benjamin Boisdard. Conception et réalisation d'une source VCSEL accordable pour un microsystème d'analyse de la peau par Tomographie par Cohérence Optique (OCT). Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), 2019. Français. NNT: . tel-02885125v1

**HAL Id: tel-02885125**

**<https://laas.hal.science/tel-02885125v1>**

Submitted on 30 Jun 2020 (v1), last revised 9 Nov 2020 (v2)

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



# THÈSE

## En vue de l'obtention du DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université Toulouse 3 - Paul Sabatier

---

Présentée et soutenue par  
**Benjamin BOISNARD**

Le 11 décembre 2019

**Conception et réalisation d'une source VCSEL accordable pour un  
microsystème d'analyse de la peau par Tomographie par  
Cohérence Optique (OCT)**

---

Ecole doctorale : **GEET - Génie Electrique Electronique et Télécommunications :**  
**du système au nanosystème**

Spécialité : **MicroNano Systèmes**

Unité de recherche :

**LAAS - Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes**

Thèse dirigée par

**Véronique BARDINAL et Thierry CAMPS**

Jury

**M. Joël JACQUET**, Rapporteur

**M. Laurent CERUTTI**, Rapporteur

**M. Adnane MLAYAH**, Examineur

**M. Nicolas PASSILLY**, Examineur

**Mme Ghaya BAILI**, Examinatrice

**Mme Véronique BARDINAL**, Directrice de thèse

**M. Thierry CAMPS**, Co-directeur de thèse



# *Remerciements*

Ces travaux de thèse ont été réalisés au LAAS-CNRS de 2016 à 2019, je tiens à exprimer ma gratitude à Liviu Nicu directeur du laboratoire pour m'avoir accueilli dans cet établissement durant cette période.

Je remercie Laurent Cerrutti et Joël Jacquet d'avoir accepté, en tant que rapporteur, de juger mon travail. Je remercie également Adnane Mlayah pour avoir bien voulu présider mon jury. Enfin je remercie Nicolas Passilly, Ghaya Baili, Christophe Levallois, Laurent Dupont et Pierluigi Debernardi d'avoir également accepté de faire partie de mon jury de soutenance.

Je remercie tout particulièrement Véronique Bardinal et Thierry Camps qui m'ont permis de réaliser ces travaux grâce notamment à leur disponibilité, leur enthousiasme et leurs qualités humaines. J'ai eu la chance de pouvoir bénéficier d'un encadrement de qualité qui m'a permis d'acquérir une rigueur professionnelle et scientifique et de réaliser cette thèse dans les meilleures conditions. Merci encore pour tout ce que vous avez fait.

Mes remerciements s'adressent également à tous les partenaires du projet HYPOCAMP et DOCT-VCSEL qui m'ont permis de travailler sur ces deux projets ambitieux.

Je tiens également à remercier l'ensemble du service TEAM avec qui j'ai passé beaucoup de temps en particulier Jean-Baptiste Doucet et Benjamin Reig pour leur aide et leur expertise en salle blanche. Un grand merci également à Laurent Mazenq, Adrian Laborde, David Bourier, Frank Carcenac, Fabien Mesnilgrete, Aurélie Lecestre et Emmanuelle Daran pour leur aide et leur soutien en salle blanche.

Je tiens à remercier tout particulièrement Benattou Sadani qui m'a formé en salle blanche, avec qui j'ai eu la chance de travailler pendant plus d'un an et qui est devenu bien plus qu'un collègue. Je remercie également les frères Lale, Ahmet et Adem, pour les fameuses soirées papys du samedi soir, les Fifa et les bougies. Un grand merci à l'ensemble des personnes que j'ai croisées au laboratoire durant ces quatre années avec notamment, Andréa pour son énergie infinie, Marion et son sens de l'organisation, Hajer et son tout pile, Guillaume pour la découverte du monolithe, Ségo d'empalot pour la bonne humeur, Nicolas, Alessandro (le meilleur des Italiens), Luca (mon poulain/principessa), Elodie, Baptiste(s), Amani et sa bienveillance, Bayan, Ali et Dinesh pour le "laas-club", Andrea, Lucien, Clara, Jeremy et les soirées piscine, Asma, Mathilde, Théo, Adrien, Audrey(s), Gautier, Matthieu, Richard, ...

Je remercie également la fameuse famille Phymatech, Rudy, Léo et Olivier et mes amis d'enfance, Matthieu, Arnaud, Félix, Maël, Alban, Jean.

Finalement je remercie mes parents, mon frère, Sabrina, Jeune Patron et l'ensemble de ma famille pour leur soutien depuis toujours.



# Sommaire

Introduction générale.....	7
Chapitre 1 : Contexte et objectifs de la thèse .....	9
1. Imagerie OCT (Tomographie par Cohérence Optique).....	9
1.1. OCT : définitions et premières démonstrations (Time-Domain OCT).....	9
1.2. FD-OCT (Fourier Domain-OCT) .....	13
2. Intérêt de l'OCT pour le diagnostic précoce des pathologies de la peau.....	16
2.1. Équipements OCT commerciaux disponibles .....	16
2.2. Sources miniaturisées pour les systèmes SS-OCT .....	17
3. Sources VCSELS .....	17
3.1. Rappels sur l'émission laser .....	17
3.2. VCSEL : principe et avantages.....	19
3.3. Méthodes de confinement transverse dans un VCSEL.....	21
3.4. VCSELS à pompage électrique sur GaAs : bref historique .....	22
3.5. VCSELS à pompage électrique sur GaAs : principales applications .....	24
3.6. Méthodes pour réaliser des VCSELS accordables .....	24
4. OCT portable à source accordable VCSEL pour l'analyse de la peau à 850 nm (Projet DOCT-VCSEL).....	35
4.1. Contexte et objectifs .....	35
4.2. Cahier des charges .....	37
5. VCSELS à 1,55 $\mu\text{m}$ accordables à cristaux liquides pour applications civiles et militaires (Projet HYPOCAMP).....	38
5.1. Contexte et objectifs .....	38
5.2. Cahier des charges .....	39
6. Objectifs de la thèse .....	39
7. Conclusions .....	40
Chapitre 2 : Fabrication de microcellules à cristaux liquides à base de polymères .....	41
1. Généralités sur les cristaux liquides .....	41
1.1. Principaux types de cristaux liquides .....	41
1.2. Morphologie des cristaux liquides.....	42
1.3. Propriétés optiques des cristaux liquides nématiques.....	43
1.4. Contraintes pour la réalisation de microcellules à CL.....	45
2. Briques technologiques développées.....	46
2.1. Présentation générale des deux types d'espaceurs utilisés .....	46
2.2. Méthodes d'ancrage possibles pour orienter les CL.....	47
2.3. Fabrication de réseaux d'alignement nano-imprimés sur grandes surfaces .....	49

2.4.	Technique d'UV-NIL .....	49
2.5.	Remplissage des cellules à CL .....	54
3.	Procédé générique de fabrication de microcellules à CL à espaceurs polymères .....	58
3.1.	Premier procédé à base de DF-1005.....	58
3.2.	Application à la réalisation d'un filtre à 1,55 $\mu\text{m}$ .....	61
3.3.	Deuxième génération : procédé à base de résine Perminex.....	64
3.4.	Application à la réalisation de filtres accordables .....	67
4.	Conclusions .....	72
Chapitre 3 : Composants photoniques accordables à 1,55 $\mu\text{m}$ à base de microcellules à cristaux liquides .....		73
1.	Conception et fabrication de Photodiodes accordables .....	73
1.1.	Principe d'une photodiode.....	73
1.2.	Grandeurs caractéristiques.....	75
1.3.	Photodiode accordable.....	75
1.4.	Description du composant conçu.....	76
1.5.	Réalisation de la photodiode et du miroir inférieur (FOTON) .....	77
1.6.	Intégration des microcellules à CL sur photodiodes III-V (LAAS-IMT-C2N).....	78
1.7.	Première génération de photodiodes accordables.....	80
1.8.	Deuxième génération de photodiodes accordables.....	85
1.9.	Bilan sur les photodiodes à CL à 1,55 $\mu\text{m}$ .....	88
2.	Conception et fabrication de VCSELS accordables à CL à pompage optique.....	88
2.1.	Conception et fabrication du demi-VCSEL (FOTON).....	88
2.2.	Fabrication des VCSELS accordables à CL à base de DF-1005.....	90
2.3.	Caractérisation des VCSELS accordables à CL à base de DF-1005.....	91
2.4.	Fabrication de VCSELS accordables à CL à base de la résine Perminex .....	92
2.5.	Caractérisation des VCSELS accordables à CL à base de résine Perminex .....	93
2.6.	Bilan sur les VCSELS accordables à CL à pompage optique à 1,55 $\mu\text{m}$ .....	96
3.	Conclusions et perspectives.....	96
Chapitre 4 : Conception et réalisation d'un VCSEL accordable à CL à 850 nm à pompage électrique pour le swept-source OCT.....		97
1.	Conception du composant .....	97
1.1.	Structure multicouche du demi-VCSEL.....	98
1.2.	Miroir diélectrique supérieur.....	99
1.3.	Épaisseur de cristal liquide intracavité .....	100
1.4.	Sélection de la polarisation dans le VCSEL accordable.....	101
2.	Procédé de fabrication technologique de 1 <sup>ère</sup> génération à base de films DF-1005.....	104
2.1.	Épitaxie du 1/2-VCSEL.....	104
2.2.	Masques et étapes de fabrication de la 1 <sup>ère</sup> génération .....	105

2.3.	Gravure locale du cap de GaAs P++ .....	108
2.4.	Gravure du mesa 1.....	109
2.5.	Gravure du mesa 2.....	110
2.6.	Oxydation thermique sélective (AlOx).....	110
2.7.	Passivation et guide en SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> .....	113
2.8.	Pistes métalliques .....	114
2.9.	Gravure du réseau d'alignement à la surface du demi VCSEL .....	115
2.10.	Capotage et remplissage de la microcellule .....	115
2.11.	Caractérisations .....	116
3.	Procédé de fabrication seconde génération .....	118
3.1.	Nouvelle épitaxie du demi-VCSEL.....	118
3.2.	Gravure locale du cap P++ .....	120
3.3.	Ouverture des pistes en aluminium .....	121
3.4.	Fabrication de la partie CL avec le réseau à 200 nm sur grande surface.....	122
3.5.	Caractérisations du composant .....	122
3.6.	Tests du ½-VCSEL en configuration cavité externe .....	127
4.	Conclusions et solutions proposées .....	130
	Conclusion générale .....	131
	Références bibliographiques .....	137





## Introduction générale

Depuis près de 40 ans, les VCSELs (pour Vertical Cavity Surface Emitting Lasers) connaissent un très fort développement. Ces diodes laser à base de semi-conducteurs III-V sont en effet exploitées dans des domaines de plus en plus variés, allant des communications optiques à haut débit à des applications plus grand public (souris d'ordinateur, smartphones), ou plus spécifiques comme l'instrumentation ou encore l'imagerie médicale.

Le développement massif de ces composants s'explique par leurs très nombreux avantages. On peut citer entre autres leur compacité, leur faible consommation électrique, leur capacité à être fabriqués sous forme matricielle et à être testés à l'échelle du wafer, leur comportement monomode longitudinal, leur bande passante élevée ou encore la symétrie circulaire de leur faisceau. Ces spécificités uniques en font des sources incontournables, notamment à 850 nm, dans la filière GaAs, pour laquelle la réalisation de composants monomodes transverses à pompage électrique est désormais mature, grâce aux nombreuses améliorations technologiques apportées depuis la conception du premier VCSEL en 1977 [1] [2] [3].

De très nombreuses recherches sont en cours pour étendre le domaine spectral d'émission de ces sources, que ce soit vers le visible ou vers le domaine des télécom et du MIR, ainsi que pour étendre leurs fonctionnalités et leur intégration dans les systèmes. Dans ce cadre, la mise au point de MEMS-VCSELs accordables spectralement a ouvert de nouvelles perspectives pour la transmission optique de données par WDM (Wavelength Division Multiplexing), mais aussi pour la spectroscopie miniature ou l'imagerie biomédicale. Ainsi, des images ophtalmiques inédites de rétine ont pu être récemment acquises par SS-OCT (Swept-Source Optical Coherence Tomography) grâce à des sources MEMS-VCSELs largement accordables à 1300 nm, en pompage optique, puis à 1060 nm en pompage électrique.

C'est dans ce contexte en plein essor que s'inscrivent mes travaux de thèse. Ils visent à concevoir et réaliser des matrices de sources VCSELs accordables à 850 nm à pompage électrique pour application à l'analyse de la peau par SS-OCT plein champ. L'approche originale que nous avons explorée pour atteindre ce but consiste à exploiter des cristaux liquides (CL) intracavité à la place d'un MEMS.

Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre décrit le contexte général et les objectifs de la thèse. Après un rapide état de l'art des principales techniques d'imagerie OCT, nous discuterons de l'intérêt des sources VCSELs accordables compactes pour les systèmes Swept-Source OCT. Nous rappellerons ensuite les principales caractéristiques des VCSELs, ainsi que les différentes voies possibles pour les rendre accordables, et notamment la plus performante à ce jour, basée sur l'intégration d'un miroir mobile (MEMS) sur un demi-VCSEL. Nous présenterons ensuite la voie CL intra-cavité que nous avons explorée dans le cadre du projet DOCT-VCSEL et d'un projet connexe (HYPOCAMP). Nous présenterons les objectifs respectifs de ces deux projets,

qui adressent deux domaines spectraux différents (850 nm et 1,55  $\mu\text{m}$ ) et qui ont motivé le développement d'une filière commune de fabrication de microcellules à cristal liquide.

Le deuxième chapitre est consacré au développement de cette technologie générique. Nous exposerons dans un premier temps les principales propriétés des CL et les contraintes liées à leur utilisation et à leur insertion dans un composant photonique de taille micrométrique. Nous décrirons ensuite la méthode que nous avons choisie pour aligner les cristaux liquides et nous montrerons comment, avec l'aide de l'IMT Atlantique, nous avons pu mettre au point les briques technologiques nécessaires à la réalisation de réseaux d'alignement et de microcellules à base d'espaceurs en polymère avec des dimensions adaptées aux longueurs d'onde de travail visées. En fin de chapitre, nous présenterons l'application de ces travaux à la réalisation de filtres passifs accordables à CL fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$  et à 850 nm, ainsi que les caractérisations électro-optiques correspondantes, menées en partie avec le C2N.

Le troisième chapitre s'appuie sur ces premières validations et se concentre sur la réalisation technologique de composants photoniques à base d'InP accordables à 1,55  $\mu\text{m}$ , à savoir des matrices de photodiodes, puis des matrices de VCSELs à pompage optique. Cette démarche progressive a été choisie pour pouvoir mieux identifier et surmonter les problèmes rencontrés lors du passage aux composants actifs. Nous décrivons en particulier les travaux complémentaires que nous avons menés pour adapter la technologie à des substrats III-V présentant des reliefs en surface. Nous présenterons également le principe de fonctionnement et la méthode de fabrication de chaque dispositif, ainsi que les caractérisations électro-optiques, menées en grande partie avec l'institut FOTON. Nous discuterons en fin de chapitre des différents résultats obtenus et des perspectives d'amélioration qu'ils ouvrent.

Le quatrième et dernier chapitre regroupe nos travaux menés sur la conception et la réalisation de composants VCSELs à pompage électrique à 850 nm à base de GaAs visés par le projet DOCT-VCSEL. Nous présenterons tout d'abord la conception du composant, réalisée en collaboration avec l'IEIIT à Turin, pour définir un design répondant au cahier des charges du projet. Nous détaillerons en particulier les contraintes supplémentaires imposées par la réduction de la longueur d'onde et par le pompage électrique. Nous décrirons ensuite les deux générations de dispositifs que nous avons développées au cours de la thèse : la première comporte une structure demi-VCSEL épitaxiée par MBE et des espaceurs en film sec d'épaisseur fixe ; la seconde, un demi-VCSEL élaboré par MOCVD et une résine de scellement permettant d'ajuster la hauteur de la cavité des VCSELs. Enfin, l'ensemble des résultats de caractérisations électriques et optiques menées sur ces deux générations sera discuté pour dresser un bilan du travail réalisé et définir des points d'amélioration.

# Chapitre 1 : Contexte et objectifs de la thèse

Dans ce premier chapitre, nous allons décrire le contexte général dans lequel se sont inscrits nos travaux de thèse, ainsi que les objectifs qu'ils ont visés. Nous présenterons tout d'abord la technique d'imagerie biomédicale de l'OCT (Tomographie par Cohérence Optique), qui a constitué le cadre applicatif principal de notre étude. Nous exposerons en particulier les besoins en sources laser compactes pour pouvoir développer des microsystèmes d'analyse OCT portables. Nous rappellerons ensuite les avantages spécifiques des VCSEL (Vertical-Cavity Surface-Emitting Lasers) émettant dans le proche infra-rouge (NIR) afin de répondre à ces besoins. Nous discuterons en particulier des exigences en termes d'accordabilité spectrale du faisceau émis par ces sources et nous dresserons un état de l'art des méthodes possibles pour les rendre accordables. Enfin, nous présenterons la voie originale basée sur l'exploitation de cristaux liquides intra-cavité que nous avons explorée pour la réalisation de dispositifs émettant à 850 nm pour la détection précoce des pathologies de la peau par OCT (projet ANR DOCT-VCSEL), mais aussi pour la réalisation de composants fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$  (projet ANR-ASTRID HYPOCAMP).

## 1. Imagerie OCT (Tomographie par Cohérence Optique)

### 1.1. OCT : définitions et premières démonstrations (Time-Domain OCT)

L'OCT (Optical Coherence Tomography ou Tomographie par Cohérence Optique) est une méthode d'imagerie non invasive qui permet de réaliser en temps réel des vues en coupe ou des images en trois dimensions de microstructures transparentes ou semi-transparentes, en exploitant les interférences produites par la lumière rétrodiffusée par l'échantillon avec un faisceau de référence. Elle a été mise au point par l'équipe de James Fujimoto au MIT en 1991 et appliquée tout d'abord en ophtalmologie [4]. Elle a ensuite été étendue aux domaines de la dermatologie, de la cardiologie, de la dentisterie ou encore de la gastro-entérologie [5][6].

Du point de vue des performances d'imagerie, cette technique se situe entre l'échographie aux ultrasons et la microscopie confocale, comme on peut le voir sur la Figure I-1. L'OCT présente en effet un compromis entre la résolution (latérale et axiale), de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ , et la profondeur de pénétration, typiquement de l'ordre du millimètre. Si l'on considère les applications en dermatologie, cette profondeur de pénétration est suffisante pour permettre d'imager l'interface épiderme/derme (qui se situe entre 40  $\mu\text{m}$  et 1 mm en fonction de la zone analysée) et de visualiser la partie vascularisée de la peau. Il est donc ainsi possible de vérifier, à la place ou avant une biopsie (histopathologie), si une tumeur cancéreuse est susceptible de conduire ou non à une métastase.

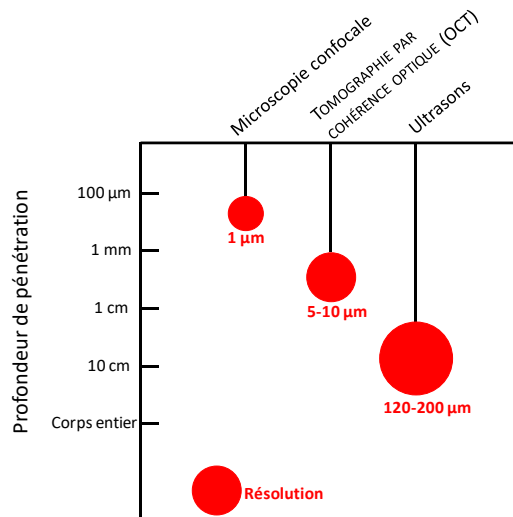


Figure I-1 : Comparaison des résolutions et des profondeurs d'analyse atteignables en imagerie non invasive

Comme cité précédemment, les premiers systèmes OCT étaient des dispositifs de type TD-OCT (pour Time Domain OCT), dont le schéma de principe est représenté sur la Figure I-2. Le TD-OCT est basé sur l'interférométrie de Michelson de faible cohérence. Un faisceau issu d'une source de lumière émettant sur un large spectre en propagation libre ou via une fibre est divisé en deux parties : l'une d'elle est dirigée vers un miroir référence mobile et l'autre vers l'échantillon. Les deux faisceaux réfléchis sont ensuite recombinaés et détectés, ce qui conduit à un diagramme d'interférences lié à la différence de longueur de chemin optique et/ou à une variation d'indice optique sur le chemin optique.

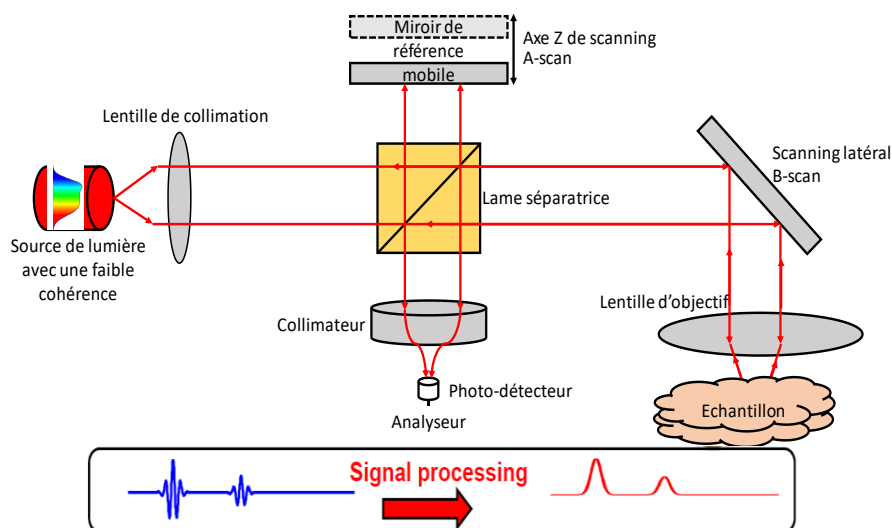


Figure I-2 : Principe de base d'un système de type TD-OCT utilisant une source de faible cohérence

Dans cette configuration, on ne peut obtenir de motifs d'interférences que si la différence de trajet optique entre l'échantillon et le miroir de référence est inférieure à la longueur de cohérence  $L_C$  de la source. La longueur de cohérence spatiale représente la distance maximale entre deux fronts d'onde cohérents [7]. Elle est définie par :

$$L_c = 0,44 \times \frac{c}{\Delta f} = 0,44 \times \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \quad (1.1)$$

où  $c$  est la vitesse de la lumière,  $\lambda_0$  la longueur d'onde centrale de l'onde, et  $\Delta \lambda$  l'écart spectral par rapport à  $\lambda_0$ . Pour une LED (Diode Electroluminescente) émettant autour de 850 nm, elle est typiquement autour de 6  $\mu\text{m}$ .

Pour réaliser une acquisition, on mesure l'amplitude et le délai de l'écho mesuré sur l'échantillon. Le contraste obtenu lors de l'acquisition est d'autant plus important que les variations d'indice du milieu sont élevées, en effet l'écart d'indice augmente l'amplitude de l'onde réfléchie et donc le contraste des franges d'interférences. L'acquisition d'une image OCT complète est réalisée à l'aide de plusieurs scans, que l'on appelle A-scan lié au déplacement du miroir de référence (scan en profondeur) et B-scan (lié au balayage latéral). En les recombinaison, on peut reconstruire une image 3D de l'échantillon.

Une propriété de l'interférométrie à faible cohérence est que les interférences ne sont obtenues que lorsque la différence de trajet est inférieure à la longueur de cohérence de la source de lumière. En déplaçant axialement le miroir de référence, on fait coïncider les deux signaux et on en déduit alors le déplacement effectué, ce qui permet de remonter à la profondeur des structures réfléchissantes dans le tissu et ainsi recomposer sa morphologie.

La résolution axiale de l'OCT ne dépend ni de la focalisation du focus ni de la taille de la zone imagée. Elle est déterminée dans le cas d'un faisceau Gaussien, par la résolution de la mesure du délai de l'écho réémis par l'échantillon. Pour un système OCT, elle est définie par la formule suivante (dans l'air) [8]:

$$\Delta z = \frac{2 \ln 2}{\pi} \frac{\lambda^2}{\Delta \lambda} = 0,44 \times \frac{\lambda^2}{\Delta \lambda} = L_c \quad (1.2)$$

avec  $\Delta \lambda$ , la largeur à mi-hauteur du pic d'émission de la source et  $\lambda$  la longueur d'onde centrale d'émission. On remarque que la résolution axiale sera d'autant plus élevée que  $\Delta \lambda$  sera grande.

La résolution transverse est quant à elle déterminée par la capacité de la lentille de collection à distinguer deux objets proches. Cette capacité, si la lentille génère peu d'aberrations, est limitée par la diffraction. La résolution transverse peut-être alors définie par :

$$\Delta x = \frac{4\lambda f}{\pi d} = 0,61 \frac{\lambda}{NA} \quad (1.3)$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde centrale d'émission,  $d$  la taille du spot incident sur la lentille,  $f$  la distance focale de la lentille et  $NA$ , l'ouverture numérique.

Sur les premières images de la rétine obtenue par Huang *et al.* en 1991, on constate que tous les points remarquables visibles sur l'image issue de la biopsie (Figure I-3 (b)) le sont aussi sur l'image OCT (Figure I-3 (a)), que ce soit dans le milieu transparent ou dans le tissu. Ceci a permis de démontrer que cette nouvelle méthode conduisait bien à une résolution axiale et transverse équivalente à celle obtenue par histopathologie après biopsie. Étant donné que l'œil

est un milieu semi-transparent pour des longueurs d'onde allant de 300 à 1900 nm [9], cette méthode d'imagerie s'est rapidement développée dans le domaine de l'ophtalmologie. La première image acquise par OCT *in vivo* d'une rétine a été réalisée en 1993 au MIT par Swanson *et al.* à l'aide d'une diode superluminescente émettant à 843 nm [10].

La sensibilité de l'OCT est très élevée en ophtalmologie, car seule une faible partie de la lumière est diffusée par la rétine, ce qui limite le bruit de la mesure. Le rapport d'intensité du signal mesuré par rapport à l'initial est en effet de l'ordre de -60 à -90 dB. Pour des raisons de sécurité oculaire pour les patients, les longueurs d'ondes et l'intensité pour l'acquisition de l'image sont limitées à des gammes précises pour la longueur d'onde, entre 800 nm et 1,3  $\mu\text{m}$ , et pour la puissance, jusqu'à 20 mW.

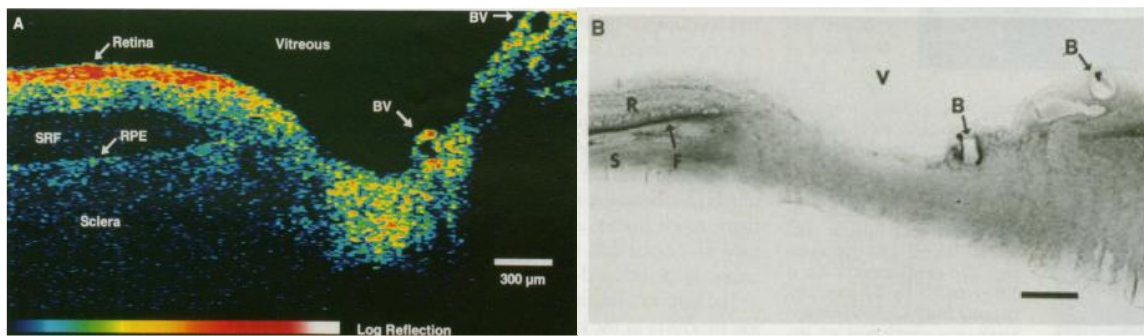


Figure I-3 : Image d'une rétine humaine obtenue grâce à l'OCT (a) biopsie correspondant à l'échantillon (b) (issue de Huang *et al.*, 1991).

Aujourd'hui, les applications de l'OCT concernent aussi les tissus opaques et/ou qui diffusent énormément, comme la peau. Dans ce cas, la sensibilité du système doit être plus élevée pour compenser la diffusion et permettre d'imager en profondeur les tissus. Ceci a été rendu possible par l'utilisation de sources de lumière ayant une longueur de cohérence plus élevée [11]. La formule (1.1) indique que la longueur de cohérence est inversement proportionnelle à l'élargissement spectral de la source. Elle est très élevée pour les lasers, (Tableau 1). Elle peut atteindre la centaine de mètres pour les sources MEMS-VCSELs monomodes.

Longueur de cohérence typique $L_c$	
Source lumière blanche (600nm±200nm)	0,9 $\mu\text{m}$
Source LED (FD-OCT)	5 $\mu\text{m}$
Laser He-Ne	0,3 m
MEMS-VCSEL 1050nm (SS-OCT) [7]	225 ± 51 m

Tableau 1 : Longueur de cohérence de différentes sources lumineuses

Dès les années 1995, il a donc été mis en évidence que l'utilisation d'une source laser cohérente permettait d'obtenir de meilleures performances en OCT. Ainsi, Bouma *et al.* [12] ont démontré une résolution axiale de  $\sim 4 \mu\text{m}$  grâce à l'utilisation d'un laser femtoseconde titane :saphir (Ti :Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Quelques années plus tard, en utilisant toujours un laser Ti :Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Drexler *et al.* ont acquis une image de 1700 par 1000 pixels avec des résolutions de  $\sim 1 \mu\text{m}$  (axiale) et 3  $\mu\text{m}$  (transverse) sur un milieu diffusant (peau de grenouille) [13]. Les recherches

sur l'OCT ne se sont pas uniquement concentrées sur l'amélioration des résolutions axiales, mais aussi sur celle de la vitesse d'acquisition des images, notamment pour l'acquisition *in vivo*. De nouvelles méthodes ont ainsi été mises au point comme le FD-OCT (Fourier-Domain OCT) avec plusieurs variantes : le SD-OCT (Spectral Domain OCT) et le SS-OCT (Swept-Source OCT).

## 1.2. FD-OCT (Fourier Domain-OCT)

Pour réaliser l'imagerie en profondeur (A-scan), on peut soit déplacer le miroir de référence le long de l'axe vertical, comme illustré sur le schéma de la Figure I-2 (TD-OCT), soit garder le miroir de référence fixe et analyser spectralement les interférences acquises grâce à une transformée de Fourier. Il s'agit alors de Fourier Domain-OCT (FD-OCT) qui peut se diviser en deux sous-familles, le Spectral Domain-OCT (SD-OCT) et le Swept-Source-OCT (SS-OCT).

En configuration FD-OCT, les interférences sont enregistrées avec des systèmes de détection capables de séparer les spectres (démultiplexage). Grâce à la relation de Fourier qui relie l'autocorrélation et la densité spectrale de puissance, la profondeur peut être immédiatement calculée à partir du spectre enregistré, sans aucun déplacement du bras du miroir de référence, ce qui accélère considérablement la vitesse d'acquisition. De plus, le rapport signal-sur-bruit va être amélioré, car il est proportionnel au nombre d'éléments de détection. Pour les systèmes OCT dans le domaine de Fourier, c'est aussi la largeur de bande spectrale balayée par la source ou par le détecteur qui va déterminer la résolution axiale (formule (1.1)).

### i. SD-OCT (Spectral-Domain OCT)

En SD-OCT, on utilise une source à spectre très large et un élément dispersif pour la détection, tel qu'un spectromètre à réseau, pour l'analyse spectrale du signal après recombinaison (démultiplexage spatial) (Figure I-4). Le spectre d'interférences entre la référence et l'échantillon est récupéré sur une barrette de CCD couplée au spectromètre comme indiqué sur la Figure I-4.

Plusieurs équipes ont démontré en 2003 que le SD-OCT était plus performant que le TD-OCT, avec une sensibilité maximale passant de 100 dB à 120 dB et une meilleure résolution en profondeur [14]–[16]. De plus, comme on peut mesurer tous les échos renvoyés par l'échantillon simultanément, la vitesse d'acquisition est plus élevée, il est ainsi plus facile de réaliser des acquisitions en temps réel [7]. Wojtkowski *et al.* [17] ont ainsi acquis en 2002 une image de la rétine *in vivo* en utilisant un SD-OCT. Cependant, pour obtenir des images en SD-OCT de résolution transverse suffisante pour l'analyse biologique ( $< 3 \mu\text{m}$ ), il est nécessaire de disposer de détecteurs CCD rapides, capables d'acquérir jusqu'à plusieurs dizaines de milliers de scans axiaux par seconde. La résolution est aussi limitée par la résolution spatiale du système de détection.



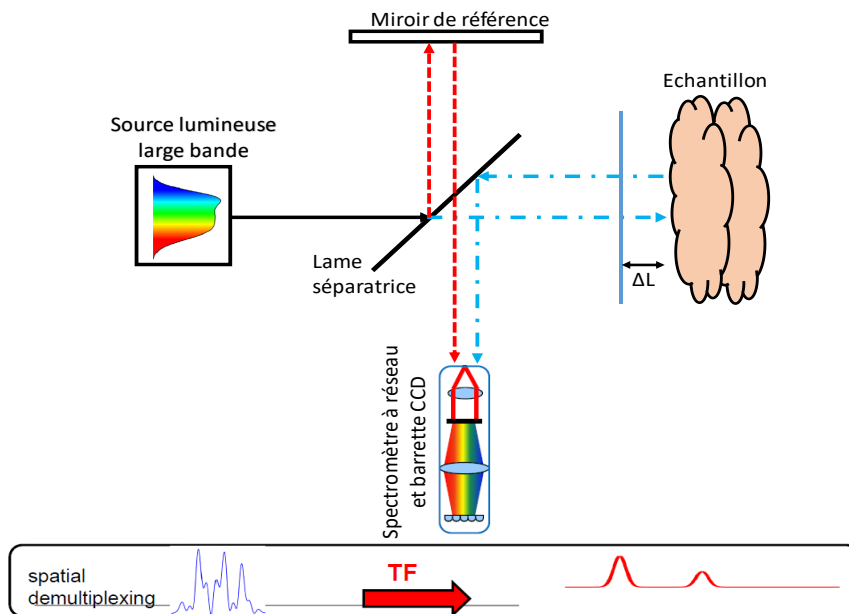


Figure I-4 : Schéma de principe du fonctionnement d'un SD-OCT

ii. SS-OCT (OCT à balayage de source)

Dans le SS-OCT, on utilise une source de largeur de raie étroite dont on peut modifier dynamiquement la position spectrale. Ce filtrage et cette modification de longueur d'onde peuvent être réalisés par exemple avec un filtre accordable placé devant une diode superluminescente ou en utilisant un laser accordable (Figure I-5). Le spectre rétrodiffusé par l'échantillon aux différentes longueurs d'onde est détecté sur un seul et même photodétecteur (démultiplexage temporel). Avec cette approche, la résolution axiale de l'image est fixée par la gamme d'accord spectral de la source. On atteint en général avec ce mode de meilleures résolutions qu'avec le SD-OCT.

Le concept du SS-OCT a été décrit dans des brevets dès le début de l'OCT en 1994 par Swanson *et al.* [18], mais il a fallu attendre la fin des années 90 pour voir apparaître les premières études expérimentales au MIT, effectuées par Chinn *et al.* [19] et Golubovic *et al.* [20]. Les premières résolutions et les vitesses d'acquisition étaient très limitées par la gamme et la vitesse d'accordabilité des sources. Il faudra attendre 2003 et la démonstration par Yun *et al.* [21] d'une acquisition, avec 19 000 scans axiaux par seconde et une résolution axiale comprise entre 12 et 14  $\mu\text{m}$ . En 2005, Oh *et al.* [22] ont démontré une fréquence de scan de 115 kHz en utilisant des filtres actionnables à base de polygones rotatifs pour accorder une source laser autour de 1325 nm sur 83 nm. Cependant, sur ce montage, la longueur de la cavité accordable était de 5,2 m ; on était donc loin d'avoir un système compact. Afin de réduire cet encombrement, il est nécessaire de disposer de sources lasers accordables compactes. La diminution de l'encombrement permet également de diminuer les coûts, de favoriser la démocratisation de cette méthode d'imagerie directement chez les praticiens et de bénéficier à plus de patients.

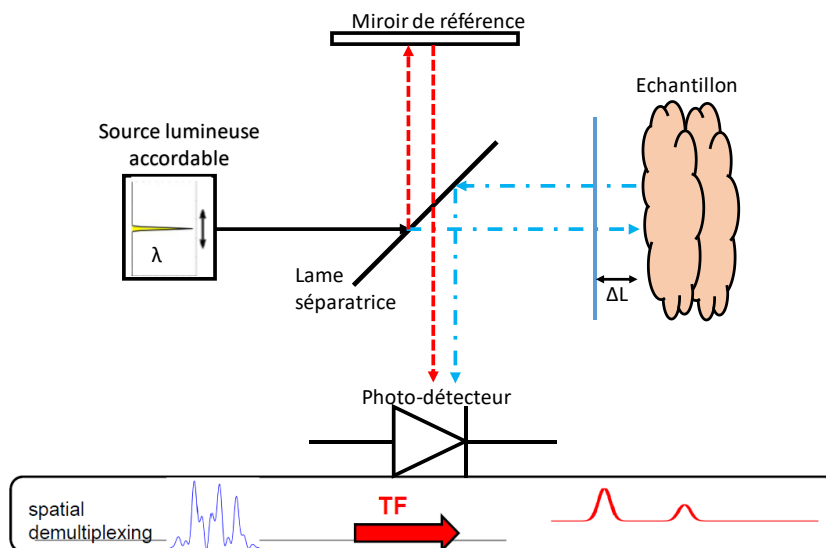


Figure I-5 : Schéma de principe de fonctionnement d'un système de type SS-OCT

### iii. FF-OCT (Full-Field OCT)

Une variante des modes de détection mono-point présentés jusqu'ici consiste à imager toute la surface d'un échantillon en une seule acquisition (OCT plein champ ou Full-Field OCT). Le FF-OCT peut être implémenté sur un système TD-OCT ou FD-OCT en utilisant non plus un détecteur ponctuel, mais une matrice de détecteurs rapides et de source capable d'illuminer toute la surface d'intérêt. Cette méthode permet une acquisition des résolutions axiale et transverse très élevées ( $< 1 \mu\text{m}$ ) tout en présentant des vitesses d'acquisitions rapides (0,5 s/image) [23].

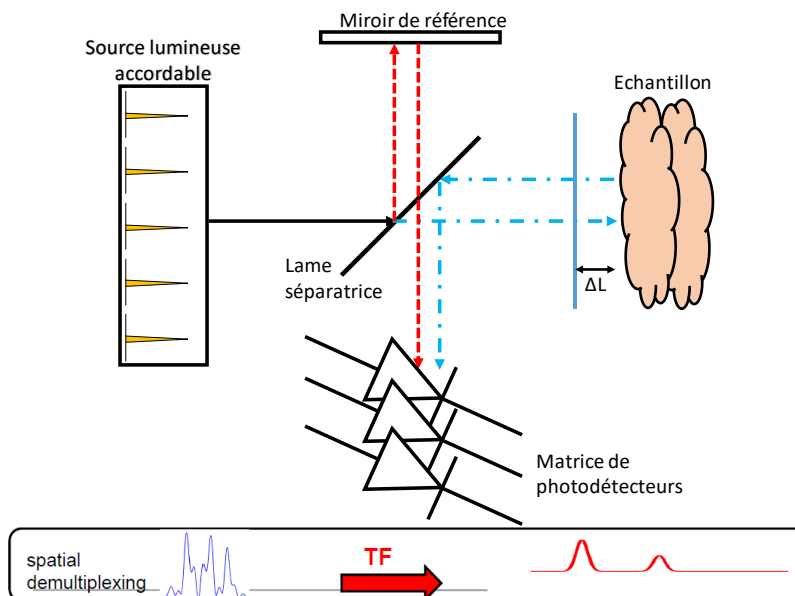


Figure I-6 : Schéma de principe de fonctionnement d'un système de type FF-SS-OCT

## 2. Intérêt de l'OCT pour le diagnostic précoce des pathologies de la peau

La biopsie invasive est encore aujourd'hui la technique de diagnostic de référence de nombreuses pathologies cutanées (inflammation, tumeurs). Néanmoins, dans certaines situations de diagnostic, il est nécessaire de pouvoir conserver autant que possible la morphologie des échantillons. En conséquence, des méthodes d'imagerie non invasives (ultrasons, imagerie par résonance magnétique (IRM), ...) ont été développées pour une utilisation clinique [24], [25]. Cependant, les résolutions de ces techniques sont de l'ordre de 100 à 200  $\mu\text{m}$ , ce qui n'est pas suffisant pour résoudre la morphologie de la peau habituellement étudiée dans le cadre de l'histopathologie (résolution nécessaire de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$ ). La microscopie confocale permet d'atteindre cette résolution et la visualisation détaillée des tissus, mais la profondeur de pénétration qu'elle procure n'est pas suffisante pour ces applications (200  $\mu\text{m}$  maximum sous la surface de la peau). Ces techniques présentent d'autres inconvénients par exemple un faible contraste et des coûts élevés. L'une des alternatives les plus performantes est donc l'OCT, technique optique non invasive capable de générer des images 3D de résolution micrométrique des tissus ou de fournir une image en coupe ou « biopsie optique » de la peau.

L'OCT utilise des rayonnements non ionisants à des niveaux biologiquement sûrs, ce qui autorise des durées d'exposition prolongées. Son niveau de complexité est plus proche des ultrasons que du scanner ou de l'IRM, ce qui permet d'envisager la réalisation de systèmes OCT portables à faible coût. De plus, la nature du balayage ponctuel de la technologie OCT standard est basée sur l'utilisation d'une fibre optique, ce qui permet d'envisager des analyses *in vivo* par endoscopie et par cathéter.

### 2.1. Équipements OCT commerciaux disponibles

La technique OCT est devenue de nos jours une technique standard d'imagerie des tissus biologiques, avec de nombreux instruments commerciaux disponibles sur le marché et une extension rapide de ses applications à divers domaines médicaux (cardiologie, dentisterie, pneumologie). Cependant, les microscopes OCT conventionnels sont volumineux et effectuent des mesures point par point. Les solutions existantes sont fortement dominées par les interféromètres à fibres optiques, souvent associés à des scanners massifs et à des composants optiques encombrants. Ces équipements sont assemblés par des technologies conventionnelles, ce qui les rend coûteux. C'est pourquoi les microscopes OCT ne sont accessibles pratiquement que dans les hôpitaux et les cliniques sous accord d'utilisation clinique.

Au début de ces travaux de thèse, les dispositifs commerciaux disponibles proposaient des résolutions latérales comprises entre 3,5 et 7,5  $\mu\text{m}$  et des résolutions axiales comprises entre 3 et 5  $\mu\text{m}$  (SkinTell® (Figure I-7) et VivaSight®). Il faut noter que des évolutions technologiques ont vu le jour depuis. Ainsi, l'échographie haute définition est arrivée sur le marché avec des performances proches de celle de l'OCT. De plus, la société DAMAE, start-up issue de l'institut Supérieur d'Optique de Palaiseau a développé un LC-OCT (OCTAV) qui combine la technologie de l'OCT et de la microscopie confocale. Tous ces équipements restent néanmoins coûteux (~100 k€) et très encombrants.



Figure I-7 : Photo du dispositif massif d'analyse OCT SkinTell® d'Agfa Gevaert.

## 2.2. Sources miniaturisées pour les systèmes SS-OCT

Grâce aux développements de la technologie des diodes laser VCSELs accordables associés aux technologies MEMS, des progrès significatifs dans la miniaturisation des systèmes SS-OCT ont été récemment obtenus, ce qui va permettre de diminuer les coûts et l'encombrement des dispositifs. Un premier système compact SS-OCT utilisant un MEMS-VCSEL à pompage optique a été en effet démontré en 2011 par le MIT, Praevium Research et Thorlabs [7]. Le VCSEL développé incorpore un MEMS diélectrique à commande électrostatique et émet sur une large gamme d'accord ( $> 100$  nm) à  $1,3 \mu\text{m}$  (cf. paragraphe sur l'état de l'art des VCSELs accordables 3.6). Grâce à cette première avancée décisive, ce consortium a pu réaliser une imagerie 3D du segment antérieur de l'œil à une profondeur record ( $>6$  mm). Thorlabs a ensuite commercialisé cette source [60] mais celle-ci reste relativement couteuse et ne peut être miniaturisée pour être intégrée dans un système portable en raison de son pompage optique et de son encombrement résultant. En 2015, Praevium Research a mis au point un MEMS-VCSEL accordable émettant à  $1046$  nm à injection électrique, plus adaptée à l'imagerie OCT compacte, avec une plage d'accord de  $63,8$  nm correspondant à une résolution axiale de  $14,3 \mu\text{m}$  dans l'air et de  $10,8 \mu\text{m}$  dans un tissu biologique [13]. Ce système n'est par contre pas encore commercialisé. Dans toutes ces démonstrations, l'acquisition réalisée est en mode monopoint et nécessite donc de disposer d'une source accordable à une vitesse de plusieurs dizaines voire centaines de kHz pour pouvoir réaliser rapidement des scans axiaux successifs entre deux déplacements de la sonde et couvrir toute la surface d'intérêt (plusieurs  $\text{mm}^2$ ).

C'est à cette période que le projet ANR DOCT-VCSEL a démarré, en proposant une alternative basée sur l'intégration d'une matrice de sources VCSELs accordables à  $850$  nm à pompage électrique dans un microsystème d'analyse 2D par SS-OCT. Avant de présenter le projet et ses objectifs, nous allons rappeler les principales propriétés des VCSELs et les méthodes qui permettent de rendre ces composants accordables.

## 3. Sources VCSELs

### 3.1. Rappels sur l'émission laser

L'émission laser est issue de l'interaction entre la matière et un rayonnement électromagnétique. Les différents niveaux d'énergie des atomes sont discrets et suivent les

statistiques de Fermi-Dirac. Les électrons se retrouvent donc distribués suivant cette loi statistique et sur des niveaux d'énergie bien définis noté  $E_i$  avec  $i$  le niveau 1, 2, 3, ... ces niveaux d'énergie sont couplés entre eux par la relation (1.4) :

$$\nu = \frac{\Delta E}{h} \quad (1.4)$$

avec  $\nu$  la fréquence de couplage entre les deux niveaux d'énergie,  $\Delta E$  la différence d'énergie entre deux niveaux et  $h$  la constante de Planck. Ce couplage est à l'origine de différents phénomènes d'interactions comme l'absorption, l'émission spontanée et l'émission stimulée.

Un laser est constitué d'un matériau actif, générant du gain optique à la longueur d'onde d'intérêt, placé dans une cavité résonante de type Fabry-Pérot définie par deux miroirs parallèles. La longueur de cette cavité va définir les conditions d'établissement d'une onde stationnaire et par conséquent les modes d'émission permis par la cavité. La formule (1.5) décrit la relation entre la longueur de la cavité et la longueur d'onde.

$$2nL = k\lambda \quad (1.5)$$

avec  $L$  la longueur de la cavité,  $k$  l'ordre d'interférence,  $n$  l'indice de la cavité et  $\lambda$  la longueur d'onde. Cette longueur de cavité fixe également l'intervalle spectral libre (ISL) qui définit l'espace entre deux modes consécutifs permis par la cavité Fabry-Pérot. La relation qui lie l'ISL et la longueur de cavité est donnée par la formule (1.6) avec  $c$  la vitesse de la lumière,  $n$  l'indice optique, et  $L$  la longueur de cavité.

$$ISL = \frac{c}{2nL} \quad (1.6)$$

Pour obtenir une émission stimulée, il faut parvenir à une inversion de population de telle sorte que le niveau de plus haute énergie soit le niveau le plus peuplé. Il faut donc apporter suffisamment d'énergie aux électrons par un pompage optique ou électrique. Grâce à cet apport d'énergie, le temps de vie des électrons dans le niveau le plus haut devient supérieur au temps de vie des électrons dans le niveau d'énergie le plus bas. Les électrons sur le niveau le plus haut finissent par se recombiner avec des trous de la bande de valence et par émettre des photons qui auront tous la même énergie et qui seront tous en cohérence de phase.

La cavité Fabry-Pérot permet d'amplifier l'émission et d'obtenir l'inversion de population en forçant les photons à effectuer de nombreux allers-retours dans la cavité. Lorsque le gain devient supérieur aux pertes, on obtient un effet laser. Le gain au seuil est défini par :

$$G_{seuil} = \alpha_t = \alpha_p - \frac{1}{2d} \ln(R_1 R_2) \quad (1.7)$$

avec  $\alpha_p$  les pertes,  $d$  la longueur de la cavité et  $R_1$  et  $R_2$  la réflectivité des miroirs de la cavité.

Au-dessus de ce seuil, on obtient l'émission d'un faisceau monochromatique de photons cohérents.

Pour une cavité suffisamment longue, c'est-à-dire un ISL faible, plusieurs modes longitudinaux sont susceptibles de provoquer une oscillation laser, alors que si la cavité est très courte, on aura une émission laser monomode longitudinale sans sauts de mode (Figure I-8). L'émission est maximale quand la position spectrale de ce mode correspond au maximum du spectre de gain optique.

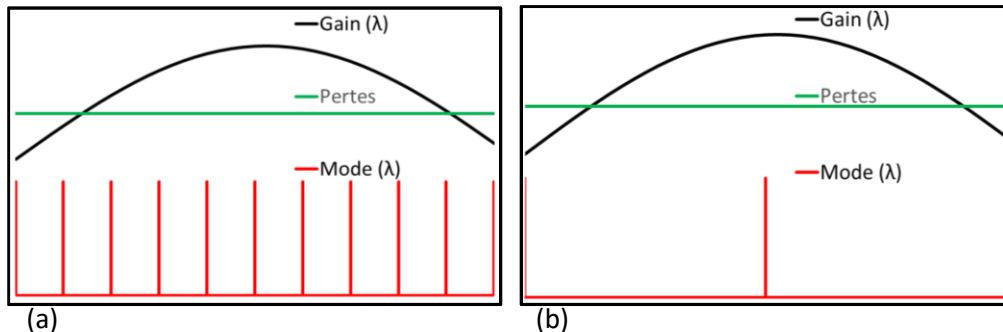


Figure I-8 : (a) Représentation schématique de la courbe du gain et des modes Fabry-Pérot en fonction de la longueur d'onde (a) pour une cavité multimode longitudinale (b) pour une cavité monomode longitudinale

### 3.2. VCSEL : principe et avantages

Les VCSELs (Vertical-Cavity Surface-Emitting Lasers) sont des diodes lasers à base de semi-conducteurs III-V qui ont la particularité d'avoir une émission perpendiculaire à la surface grâce à une géométrie de microcavité verticale, alors que dans une diode laser classique émettant par la tranche, la cavité est horizontale et formée par les facettes clivées de la puce (Figure I-9).

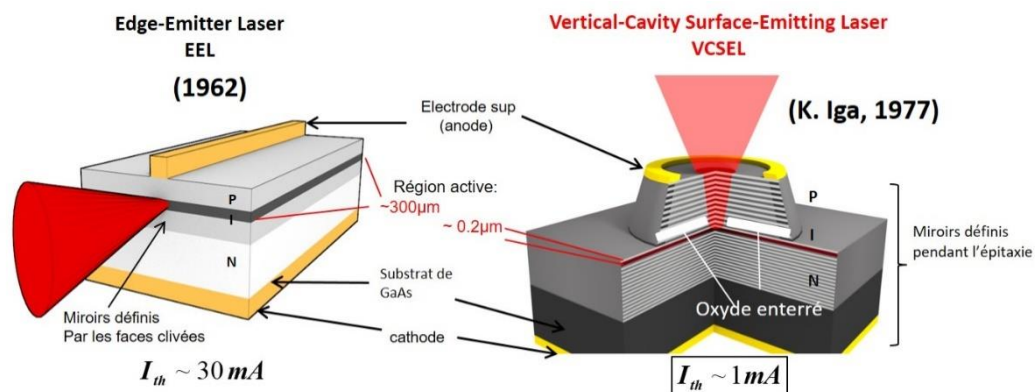


Figure I-9 (a) Schéma d'une diode laser à émission par la tranche (EEL) (b) Schéma d'une diode laser à cavité verticale à émission par la surface (VCSEL)

Dans les VCSELs, la cavité optique est composée d'une zone de gain optique de très faible épaisseur ( $\sim \mu\text{m}$ ) contenant des puits quantiques, sièges de l'émission, entourée de deux miroirs de Bragg ou DBRs (Distributed Bragg Reflectors). Pour les composants à injection électrique, les miroirs sont dopés de manière à former une diode  $p-i-n$  et permettre l'injection des porteurs dans la zone centrale.

Un DBR est constitué d'un empilement bicouche de matériaux d'indices optiques alternés (Figure I-10). Dans le cas des VCSELs sur GaAs émettant à 850 nm, il s'agit d'alternances d'alliages de couches de  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ , avec une composition  $x$  en Aluminium

comprise entre 15% et 90%. Chaque couche a une épaisseur optique quart d'onde à la longueur d'onde de fonctionnement visée, afin que les faisceaux réfléchis par chaque interface soient tous en phase (Figure I-10). La bande de haute réflectivité du DBR est centrée sur la longueur d'onde visée, avec une largeur spectrale qui dépend du contraste d'indice entre les deux matériaux et une réflectivité maximale qui dépend du nombre de périodes empilées.

On peut ainsi atteindre des valeurs supérieures à 99,5% pour les deux miroirs de la cavité, ce qui permet de compenser la très faible épaisseur de la zone de gain et d'atteindre les conditions laser avec des courants de seuil faible (~mA).

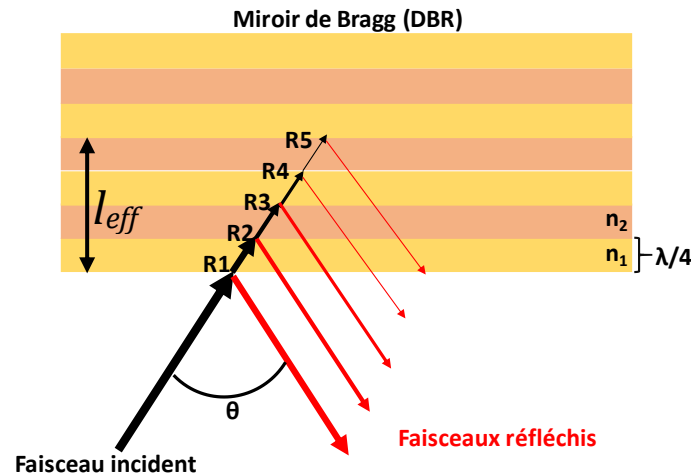


Figure I-10 : Réflexions successives dans un DBR (avec une incidence d'un angle  $\theta$  choisi non nul pour l'illustration)

Pour définir précisément la longueur de la cavité dans un VCSEL, il faut prendre en compte la pénétration de la lumière dans les premières couches des DBRs. Ainsi on définit la longueur de pénétration effective de la lumière dans le miroir avec l'équation (1.7) :

$$l_{eff} \approx \frac{\lambda_B}{4\Delta\bar{n}_B} \quad (1.7)$$

avec  $l_{eff}$  la longueur de pénétration effective de la lumière dans un miroir de Bragg,  $\lambda_B$  longueur d'onde de Bragg qui est la longueur d'onde pour laquelle la réflectivité est maximale et  $\Delta\bar{n}_B$  la différence d'indice moyen dans le miroir. En prenant en compte ces longueurs de pénétration, nous pouvons définir la longueur totale effective de la cavité grâce à la formule (1.8) :

$$L_{eff} = L + l_{eff,t} + l_{eff,b} \quad (1.8)$$

La longueur totale effective de la cavité se définit donc comme la somme de la longueur de pénétration dans les deux miroirs  $l_{eff,t}$  et  $l_{eff,b}$  et  $L$  la longueur entre les deux miroirs. La longueur effective typique de la cavité d'un VCSEL correspond à une épaisseur optique  $\lambda$ , ce qui le rend monomode longitudinal par construction. Ceci permet donc d'éviter les sauts de mode rencontrés dans les diodes émettant par la tranche (EEL). Un autre avantage de la configuration verticale des VCSELs réside dans le fait que le faisceau émis par la surface est de symétrie circulaire et non elliptique, ce qui simplifie les optiques de mise en forme pour les applications.

Enfin, on peut facilement définir des barrettes ou des matrices de composants émettant en parallèle en utilisant des technologies collectives. La faible taille de ces composants permet également de les moduler à haut débit. De plus, les VCSELs consomment moins d'énergie et sont très fiables, avec une durée de vie élevée qui peut atteindre plus de 300 000 h.

Le comportement transverse du faisceau émis par un VCSEL peut être multimode ou monomode. Ceci dépend de la méthode de fabrication employée pour confiner latéralement les porteurs dans le composant. Nous allons rappeler brièvement les méthodes possibles pour réaliser ce confinement.

### 3.3. Méthodes de confinement transverse dans un VCSEL

Pour obtenir une densité de courant suffisante dans la zone active du VCSEL et atteindre l'effet laser, il faut assurer un confinement électrique transverse des porteurs injectés par les électrodes inférieures et supérieures (typiquement : une cathode inférieure planaire et une anode supérieure annulaire comme sur la Figure I-9 (b)). Pour rendre le VCSEL monomode transverse, il faut de plus que le diamètre de ce confinement soit inférieur à 5  $\mu\text{m}$  (fonction de la longueur d'onde de travail). Au cours du développement des VCSELs, il y a eu principalement trois méthodes proposées pour confiner le courant électrique : l'implantation ionique, la gravure de mesa et le diaphragme d'oxyde enterré (Figure I-11).

L'implantation ionique consiste à créer autour de la zone d'émission désirée une zone amorphe isolante en implantant des protons de haute énergie (Figure I-11 (a)). Grâce à cette technique, il est possible d'atteindre des diamètres d'injection d'une dizaine de  $\mu\text{m}$ . Cette méthode est très efficace pour le confinement des électrons, mais les photons ne sont guidés que par le gain et les effets thermiques sont élevés.

La gravure d'un mesa jusqu'à la zone dopée N permet quant à elle d'isoler électriquement le miroir supérieur tout en servant de guide d'onde pour les photons, en raison de la différence d'indice créée entre l'air et la multicouche III-V (Figure I-11 (b)). On a donc à la fois un guidage par le gain et par l'indice. Toutefois, la dimension de la zone active étant définie par le diamètre du mesa gravé et/ou des électrodes, celui-ci ne peut être réduit en dessous de 10  $\mu\text{m}$ , en raison des pertes optiques devenant trop élevées sous l'anode et sur les flancs des mesas.

La technique du diaphragme d'oxyde enterré (dite AlOx) est aujourd'hui la technique la plus efficace pour réduire transversalement le volume actif tout en conservant un rendement élevé (Figure I-11 (c)) [26]. Ce diaphragme est réalisé juste après la gravure du mesa par une oxydation sélective latérale d'une fine couche (de 20 à 50 nm) riche en aluminium (typiquement  $x_{\text{Al}}=98\%$ ) située au-dessus de la zone active. L'ouverture du diaphragme est déterminée par la durée d'oxydation latérale. On a dans ce cas à la fois un confinement électrique, l'oxyde étant un isolant électrique, et un confinement optique efficace, l'indice optique de la couche d'oxyde étant de  $\sim 1,6$  contre  $\sim 3$  pour les semi-conducteurs III-V. On a surtout un découplage de la délimitation de la zone active qui peut être réduite à quelques microns de diamètre, de la zone d'injection électrique annulaire en surface qui est supérieure à 10  $\mu\text{m}$ .

Cette méthode a conduit à la fin des années 90 à des composants émettant des puissances pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines de mW et des courants de seuil de l'ordre du mA pour des VCSELs multimodes [27]. Pour des ouvertures de diaphragme de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$ , il a été



possible d'obtenir un comportement monomode transverse, l'émission d'un faisceau Gaussien, très souvent préférable pour les applications, des courants de seuils très faibles ( $\sim 100 \mu\text{A}$ ) et des rendements supérieurs à 50%. [28]. Nous allons maintenant dresser un bref historique des VCSELs GaAs à injection électrique, puis nous nous concentrerons sur l'état de l'art des VCSELs accordables.

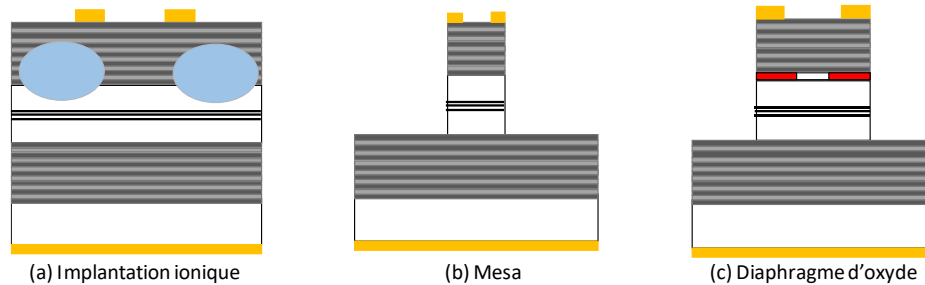


Figure I-11 : Différentes méthodes de confinement transverse dans les structures VCSELs (a) Implantation ionique, (b) gravure de mesa et (c) diaphragme d'oxyde enterré

### 3.4. VCSELs à pompage électrique sur GaAs : bref historique

Historiquement, le développement des composants VCSELs a été directement lié à l'évolution des techniques d'épitaxie (MBE, Molecular Beam Epitaxy, et MOCVD, MetalOrganic Chemical Vapour Deposition) grâce tout d'abord à un meilleur contrôle des contraintes dans les puits quantiques [29]. En effet, pour couvrir une large gamme de longueurs d'onde d'émission, mais aussi avoir des meilleurs rendements au niveau des puits quantiques, il a fallu que les techniques de croissance se perfectionnent pour régler les problèmes liés aux désaccords de maille des hétérostructures III-V. On peut voir la Figure I-12 un graphe représentant le paramètre de maille en fonction du gap et de la longueur d'onde d'émission pour différents alliages III-V, les alliages ternaires accessibles étant représentés par des lignes pleines.

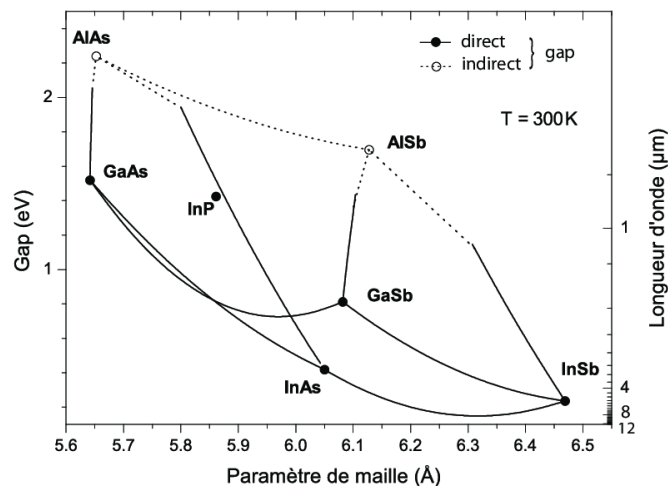


Figure I-12 : Paramètre de maille en fonction du gap de différents alliages III-V [30]

Au cours des années, les alliages III-V ont donc été optimisés en premier lieu dans le système AlGaAs/AlAs, en quasi-accord de maille avec les substrats de GaAs. Un fort contraste d'indice a pu être obtenu grâce à l'alternance de couches à forte et faible teneur en aluminium et ceci a permis de réaliser les DBRs de très haute réflectivité nécessaire aux VCSELs. La

longueur d'onde typique pour des structures VCSELs sur GaAs est de 850 nm. L'étendue de la gamme de longueurs d'onde accessible a ensuite été rendue possible grâce à l'utilisation de puits d'InGaAs contraints (980 nm) [31]. De plus, en optimisant les conditions d'épitaxie et en utilisant l'ingénierie des diagrammes de bande, les profils des interfaces et de dopage ont été adaptés pour améliorer la conduction des porteurs à travers les hétérojonctions dans les miroirs. Ceci a permis de diminuer les problèmes de résistivité et d'échauffement dans les composants à injection électrique.

Notons que d'autres familles de composés ternaires ou quaternaires III-V (à base de phosphures, d'antimoniures ou de nitrures, sur substrats d'InP, de GaSb ou de GaN...) ont été - et sont toujours optimisés- pour atteindre des performances équivalentes dans le domaine des longueurs d'onde télécom, du moyen infrarouge ou encore du visible/UV. Nous ne traiterons ici que le cas des composants sur GaAs.

Le premier concept du VCSEL a été proposé par Kenechi Iga au Tokyo Institute of Technology en 1977 et la première structure a été mise au point par son équipe en 1979 [32]. Ce dispositif n'était pas réalisé sur GaAs et ne comportait pas de DBRs. Il était formé par deux hétérostructures de GaInAsP/InP sur substrat InP et la longueur d'onde d'émission était de  $\sim 1,2 \mu\text{m}$ . La région active était formée de puits quantiques en GaInAsP. Quant aux deux miroirs formant la cavité amplificatrice, ils étaient simplement définis sur la surface par un polissage des surfaces parallèlement à la zone active. Ce dispositif ne fonctionnait qu'à 77 K sous pompage électrique impulsionnel et a surtout permis de démontrer la preuve du concept. Deux ans plus tard, le premier VCSEL à base de puits quantiques en GaAs émettant à température ambiante en régime impulsionnel a été démontré [33]. Quelques années plus tard, en 1987 [34], une structure laser émettant en continu avec un courant seuil de 2 mA (contre 50 mA pour les premiers dispositifs) a été rapportée, grâce notamment à une meilleure réflectivité et une meilleure conductivité électrique des miroirs [35].

C'est à partir de 1994 que l'insertion d'un diaphragme d'oxyde enterré permettant de confiner les lignes de courant au centre de la zone active et de diminuer fortement la consommation électrique a été développée [26]. Ceci a permis d'obtenir des rendements élevés, ainsi que des composants monomodes avec pour la première réalisation un seuil de 225  $\mu\text{A}$  pour un diaphragme d'oxyde de  $8 \mu\text{m}^2$  avec une puissance d'émission supérieure à 0,4 mW. C'est aussi à ce moment-là que les VCSELs ont présenté un grand intérêt en termes d'applications pour les systèmes de communications optiques et ont été fortement développés.

En effet, la faible taille de la cavité des VCSELs permet des capacités de modulation rapide adaptées aux systèmes de communications de données à haut débit (fréquences de modulation supérieures à 10 GHz, conduisant à des taux de transmission de données supérieurs à 20 Gbit/s). De plus, la méthode de fabrication collective des VCSELs les rendent très attractifs pour les systèmes de multiplexage avec un couplage aisé avec des fibres multimodes à 850 nm. Les recherches ont alors été très actives pour mettre au point des composants similaires sur InP émettant à  $1,55 \mu\text{m}$  et compatibles avec les liaisons fibrées à longue distance pour les télécoms. La maîtrise des matériaux mis en jeu et de l'injection électrique a toutefois été plus complexe. Les premières applications des VCSELs ont donc concerné essentiellement les communications optiques à courte distance pour les réseaux locaux, avec des composants sur GaAs émettant à 850 nm.

### 3.5. VCSELs à pompage électrique sur GaAs : principales applications

Les applications des composants VCSELs GaAs se sont beaucoup diversifiées ces dernières années. Elles vont des interconnexions optiques à l'instrumentation miniature, en passant par l'impression laser ou encore les capteurs. Aujourd'hui, le domaine des capteurs à base de VCSELs monomodes est en grand essor grâce au développement massif des lecteurs d'empreinte digitale ou encore des systèmes de reconnaissance faciale 3D implémentés dans les smartphones [36]. Le principe mis en jeu dans ces derniers est basé sur la détection par temps de vol. Le marché des VCSELs a été évalué à 611,3 millions de dollars en 2014 et on observe une croissance annuelle de 22%, ce qui signifie que ce marché représentera plus de 2,1 milliards de dollars en 2020, principalement dans les domaines des datacoms, de la détection miniaturisée et de l'imagerie 3D [37].

Les applications accessibles aux VCSELs GaAs AlOx monomodes se développent continuellement dans le domaine de l'instrumentation, grâce notamment à l'extension des fonctionnalités des dispositifs (détection intégrée, accord spectral), avec des applications aussi variées que les LiDARs (Laser Detection And Ranging), les horloges atomiques, ou encore l'analyse SS-OCT, pour laquelle nous avons vu précédemment qu'il a été nécessaire de développer des composants largement accordables spectralement.

### 3.6. Méthodes pour réaliser des VCSELs accordables

Les VCSELs standards sont mono-fréquences et leur longueur d'onde d'émission est fixée par la longueur de cavité effective  $L_{\text{eff}}$ , qui est de typiquement de 1 à 2  $\mu\text{m}$ . Il existe plusieurs méthodes pour faire varier l'épaisseur optique de la cavité et rendre ces composants accordables spectralement. Elles consistent à modifier soit la longueur physique de la cavité soit son indice optique.

La première publication visant l'accordabilité d'un VCSEL par une modification de la longueur de cavité a été publiée dès 1990 [38]. Elle consistait à réaliser une croissance non uniforme sur le substrat avec une variation d'épaisseur pour la cavité. La variation d'épaisseur était de 12 à 15 % sur un wafer GaAs de deux pouces. Avec une telle variation, une plage de variation de longueur d'onde d'émission de 200 nm a pu être obtenue, mais il ne s'agissait pas d'un véritable VCSEL accordable, mais plutôt d'une matrice de VCSELs non accordables émettant chacun à des longueurs d'onde différentes.

#### i. Accord par modulation thermique

Une méthode simple pour accorder dynamiquement la longueur d'onde consiste à exploiter les effets thermiques dans le composant, en chauffant ou en refroidissant un VCSEL standard, par exemple à l'aide d'un module Peltier [39] ou encore en faisant varier le courant injecté. Le premier VCSEL accordable basé sur la variation du courant a été démontré dans les années 1990 [40] avec une accordabilité de 1,8 nm et une durée minimale de balayage de cette gamme de l'ordre de 300-400 ns. Typiquement, on peut atteindre une variation de +0,06 nm/°C en modifiant la température de la structure avec un Peltier et de +0,2 nm/mA, en faisant plus simplement varier le courant appliqué.

Malheureusement, dans tous les cas, la gamme d'accordabilité ne dépasse pas quelques nanomètres et la variation est lente, notamment avec un Peltier. De plus, comme la variation

thermique du gain des puits varie comme l'énergie du gap (+0,25 nm/°C pour le système GaAs) et que la variation de la résonance de la cavité Fabry-Pérot varie comme l'indice (autour de +0,06 nm/C) [41], on joue donc à la fois sur la position spectrale de la courbe de gain et de la résonance. On s'éloigne donc très vite des conditions pour lesquelles le composant a été optimisé (coïncidence du maximum du gap avec le pic de résonance), ce qui limite très fortement la gamme d'accord.

## ii. Principe du MEMS-VCSEL accordable

À ce jour la méthode la plus efficace pour accorder un VCSEL consiste à modifier l'épaisseur physique de la microcavité grâce au déplacement d'un miroir mobile déposé sur une membrane actionnable, c'est-à-dire un MEMS (Micro Electro Mechanical System) piloté par voie électrostatique ou électrothermique. Ce MEMS est intégré sur une structure ½ VCSEL ne comportant pas de DBR supérieur et dans lequel on a prévu une injection électrique latérale intracavité grâce à une couche d'injection dopée au-dessus de la zone active (Figure I-13).

Le MEMS peut être fabriqué monolithiquement, avec des semiconducteurs III-V, ou à partir de couches d'autre nature (diélectriques). On crée ainsi un gap d'air intra-cavité de quelques  $\mu\text{ms}$ . Lorsqu'on applique une tension sur le MEMS, le miroir se déplace verticalement, ce qui entraîne une modification du gap et donc de la longueur d'onde de résonance de la structure.

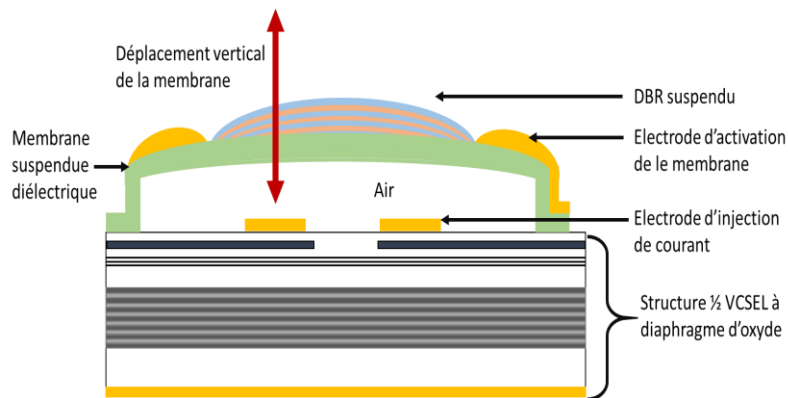


Figure I-13 : Schéma de principe d'un composant MEMS-VCSEL commandé par voie électrostatique ou voie électrothermique.

L'accordabilité maximale  $\Delta\lambda/\lambda_0$  que l'on peut atteindre grâce à un MEMS est limitée par trois paramètres : le déplacement vertical maximum du MEMS, qui est environ égal au tiers du gap d'air, l'ISL, fixé par la longueur effective de la cavité, et enfin les largeurs de bandes spectrales des miroirs et du gain du ½ VCSEL. Ces dernières dépendent de la longueur d'onde de travail et des matériaux utilisés.

## iii. MEMS-VCSEL monolithiques

Le premier MEMS-VCSEL a été réalisé en 1995 par l'équipe de C. Chang-Hasnain à l'Université de Berkeley (Wu. et al) [42]. Ce composant était monolithique et comportait un DBR supérieur mobile à base de semi-conducteurs III-V, centré à 935 nm (Figure I-14). Le principal avantage de l'utilisation de DBRs à base de semi-conducteurs réside dans la très bonne maîtrise des épaisseurs, puisque toute la structure est définie pendant l'étape d'épitaxie.

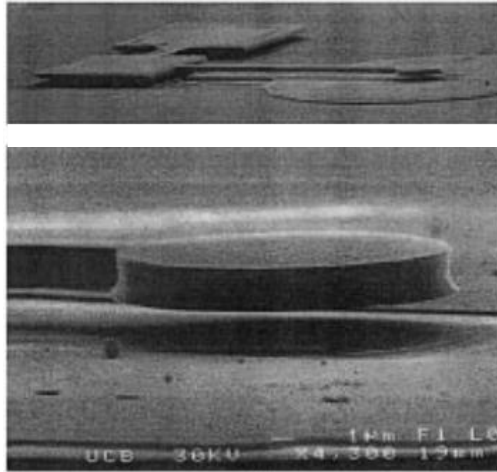


Figure I-14 : Images au microscope électronique à balayage d'un MEMS VCSEL monolithique avec un miroir DBR sur un cantilever (Wu et al.) [43]

Depuis ces travaux pionniers, de nombreuses équipes ont développé ce principe en mettant en scène des miroirs sous forme de micro-leviers [44] ou de membranes [45], [46] avec des actionnements thermomécanique ou électrostatique. Notons que ces recherches sur les MEMS-VCSELs ont souvent concerné des composants sur InP émettant à  $1,55 \mu\text{m}$  pour le domaine télécom, car l'application phare visée était le WDM (Wavelength Division Multiplexing).

La méthode monolithique de fabrication présentée ci-dessus présente des limitations en terme de hauteur de gap. De plus, la longueur effective de cavité d'une structure avec un DBR supérieur en semi-conducteur est élevée, ce qui induit un faible ISL et donc une faible plage d'accord possible. Enfin, cette voie n'est pas adaptée aux grandes longueurs d'onde. En effet, pour un VCSEL à  $1,55 \mu\text{m}$ , il faudrait pour le DBR un nombre trop important de paires à cause de la faible différence d'indice de réfraction ( $\Delta n$ ) entre les couches utilisées (InAlAs/InGaAlAs), ce qui le rendrait de plus, beaucoup trop lourd pour qu'il puisse être performant en termes de vitesse de balayage en longueur d'onde. Une autre voie a donc été recherchée pour intégrer des DBRs avec moins de paires.

#### iv. MEMS-VCSEL à base de DBR diélectriques

Cette approche consiste à intégrer sur le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL un MEMS hybride comportant un DBR diélectrique. La technique la plus répandue pour le fabriquer consiste à utiliser une couche sacrificielle de quelques microns d'épaisseur, qui peut être une couche d'oxyde, une couche métallique ou encore une résine photosensible, sur laquelle sont déposées à basse température les multicouches du DBR diélectrique. La couche sacrificielle est ensuite enlevée pour libérer la membrane intégrant le miroir, dont la courbure après libération permet de former une cavité plan-concave, moins sensible aux désalignements dans le composant qu'une cavité plan-plan. On peut ainsi obtenir un gap d'air d'épaisseur plus élevée que dans le cas monolithique (typiquement 2 à  $4 \mu\text{m}$ ) et donc une plus grande plage d'accord.

L'utilisation de telles structures hybrides a été rapidement privilégiée, avec une première proposition en 1996 par l'équipe de A. Larsson de l'Université de Chalmers [47]. Dans ce dispositif, le miroir supérieur est composé d'une couche de GaAs d'une épaisseur  $\lambda/4$ , d'une couche  $0,7 \lambda$  en nitrure de silicium  $\text{SiN}_x$  et d'une couche d'or de 120 nm (Figure I-15).

L'épaisseur du gap d'air de seulement 731 nm combinée à une faible pénétration de la lumière dans les couches du miroir hybride entraîne une plus grande accordabilité grâce à un ISL plus grand. Une accordabilité de 17,9 nm autour de 975 nm a été mesurée avec une tension de pilotage de 20,5 V, cependant la puissance émise était d'environ 10  $\mu$ W.

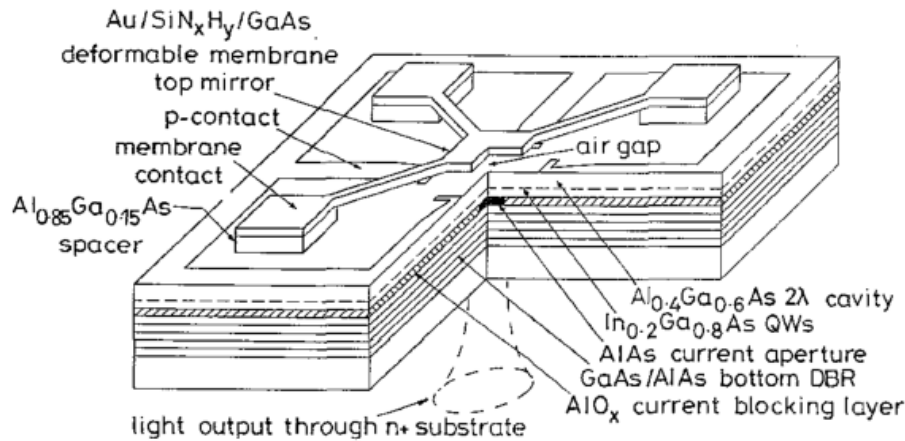


Figure I-15 : Schéma de la structure MEMS-VCSEL avec miroir hybride publiée par A. Larsson et al. en 1996 [47]

La technique a ensuite été améliorée en utilisant des miroirs entièrement diélectriques avec un grand contraste d'indice (de type  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  ou  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ ). L'intérêt de cette approche a été démontré pour la première fois par le consortium européen SUBTUNE [48], regroupant entre autres les Universités de Chalmers, de Munich (TUM) et de Darmstadt (DTU). En 2011, un MEMS-VCSEL émettant 3,5 mW à 1,55  $\mu\text{m}$  avec une accordabilité de 102 nm a ainsi été mis au point par DTU (Figure I-16 (c)) [45]. Le schéma de la structure est représenté sur la Figure I-16 (a) et une photo MEB de la surface des matrices de dispositifs est illustrée sur la Figure I-16 (b).

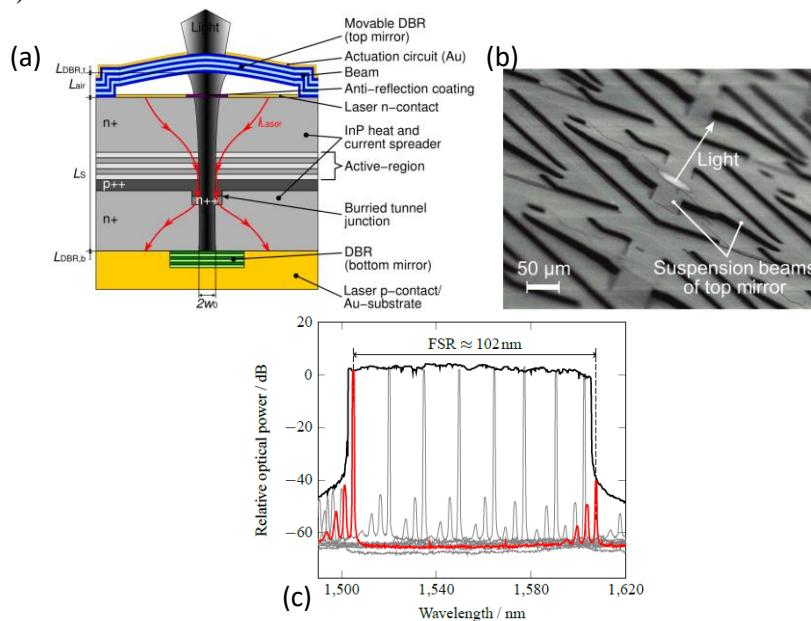


Figure I-16 : MEMS-VCSEL accordable à 1.55 $\mu\text{m}$  réalisé par le consortium SUBTUNE (Gierl et al., DTU) [45] (a) schéma en coupe (b) image au microscope électronique à balayage (c) gamme d'accordabilité obtenue (102 nm)

Cette structure se compose d'un demi-VCSEL en InP (comportant une jonction tunnel enterrée pour le confinement transverse des porteurs) et d'un MEMS à commande électrostatique intégrant un DBR en ( $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ ) déposé par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) sur une couche sacrificielle de nickel. Notons que le miroir inférieur est aussi en matériaux diélectriques ( $\text{AlF}_3/\text{ZnS}$ ) et qu'une couche anti-reflet en  $\text{Si}_x\text{ON}_y$  est déposée à la surface du demi-VCSEL. En effet, la réflectivité de l'interface entre le gap d'air et le semi-conducteur est de l'ordre de 30 % et ceci entraîne la création de deux cavités couplées [45], ce qui peut réduire la plage d'accordabilité [49]. Ce couplage peut être éliminé par l'ajout de la couche antireflet.

Un résultat similaire a été obtenu à 850 nm la même année par B. Kögel *et al.* de l'Université de Chalmers sur un VCSEL GaAs. Le miroir concave a été formé dans ce cas grâce au dépôt d'un DBR en ( $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ ) sur une résine photosensible servant de couche sacrificielle. Cette méthode permet un auto-alignement sur le demi-VCSEL. On peut voir le schéma de principe et une photo MEB de la structure sur la Figure I-17 [50]. Ces composants ont permis d'obtenir une accordabilité de 28 nm entre 850 et 878 nm grâce à l'application d'un courant sur le MEMS (de 10 à 17 mA). L'activation du MEMS est électrothermique et ne permet pas d'avoir des vitesses d'accord rapides.

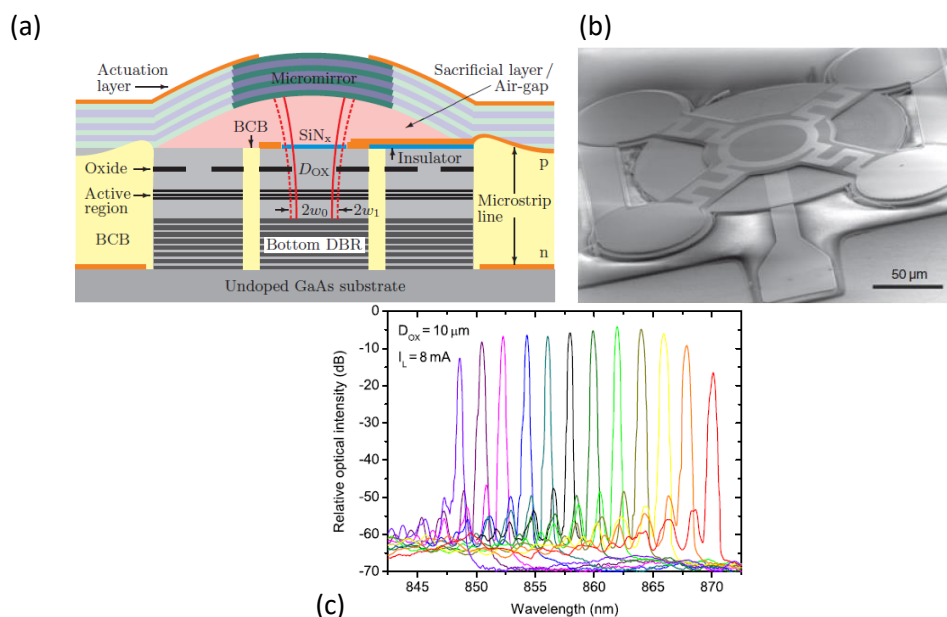


Figure I-17 : (a) Vue schématique de la structure MEMS-VCSEL à 850 nm obtenue par le consortium SUBTUNE (B. Kögel *et al.*, Chalmers) (b) photo MEB d'un composant MEMS-VCSEL (c) Spectre d'émission pour plusieurs courants d'activation du MEMS [50]

Les démonstrations du projet SUBTUNE ont constitué des records longtemps inégalés jusqu'aux travaux récents du consortium américain formé par Praevium Research Inc, le MIT et Thorlabs. Comme nous l'avons vu dans le paragraphe concernant la miniaturisation des sources pour l'OCT, celui-ci a en effet rapporté en 2015 le premier VCSEL à pompage électrique centré autour de 1046 nm accordable sur 63,8 nm (soit  $\Delta\lambda/\lambda_0 = 6\%$ ) pour une tension appliquée sur le MEMS électrostatique de 45 V (Figure I-18). Cette source émet une puissance de 400  $\mu\text{W}$  et a permis d'acquérir, après amplification, des images ophtalmiques en mode SS-OCT à une fréquence de balayage axial (A-scan) de 400 kHz [7]. La technologie développée

dans ces travaux pour fabriquer le MEMS électrostatique dérive de celle développée en 2008 par l'Université d'Urbana Champaign pour réaliser des MEMS-VCSELs accordables dans le visible [51] et repose sur l'utilisation d'une couche sacrificielle en Germanium. Le composant comporte également un miroir inférieur oxydé en GaAs/AlO<sub>x</sub> pour pouvoir bénéficier d'une réflectivité élevée sur une très large bande spectrale avec très peu de couches épitaxiées. L'utilisation de ce miroir oxydé a impliqué toutefois un pompage électrique par la périphérie de la zone active.

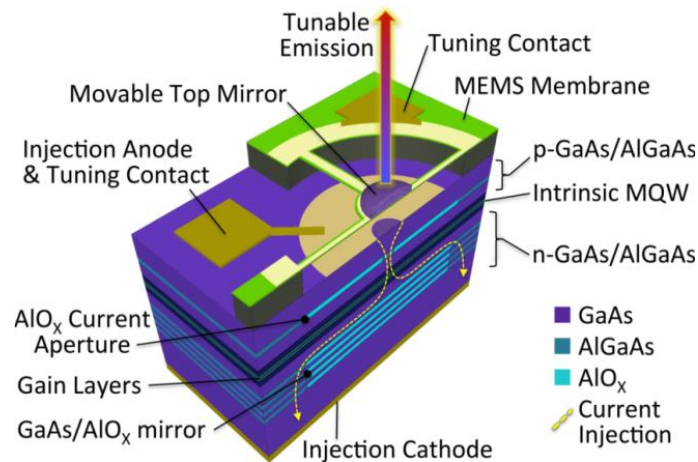


Figure I-18 : Schéma de la structure MEMS-VCSEL à pompage électrique à 1060nm développée par le consortium américain formé par Praevium Research Inc, le MIT et Thorlabs [7]

La transposition de cette technologie à un composant à injection électrique émettant à 850 nm a été présentée fin 2016 à la conférence OSA ASSL Lasers Congress (Figure I-19). Ce dispositif ne comporte pas dans ce cas de miroir inférieur en (GaAs/AlO<sub>x</sub>), le GaAs étant absorbant à 850 nm, mais un DBR AlGaAs/AlAs standard.

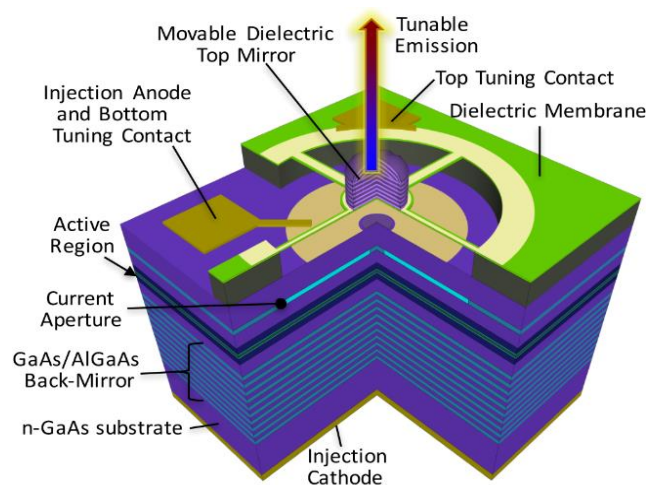


Figure I-19 : Schéma du composant MEMS-VCSEL à pompage électrique à 850 nm développé par Praevium Research [52]

Il présente tout de même une plage d'accordabilité de 37,7 nm, soit environ la moitié de la largeur de bande du DBR (~70 nm). Ce composant émet une puissance de 0,6 mW en régime monomode. Ceci constitue le meilleur résultat obtenu à ce jour à 850 nm. Notons cependant



que la tension appliquée sur le MEMS pour obtenir l'accord spectral maximal est de 76 V (Figure I-20).

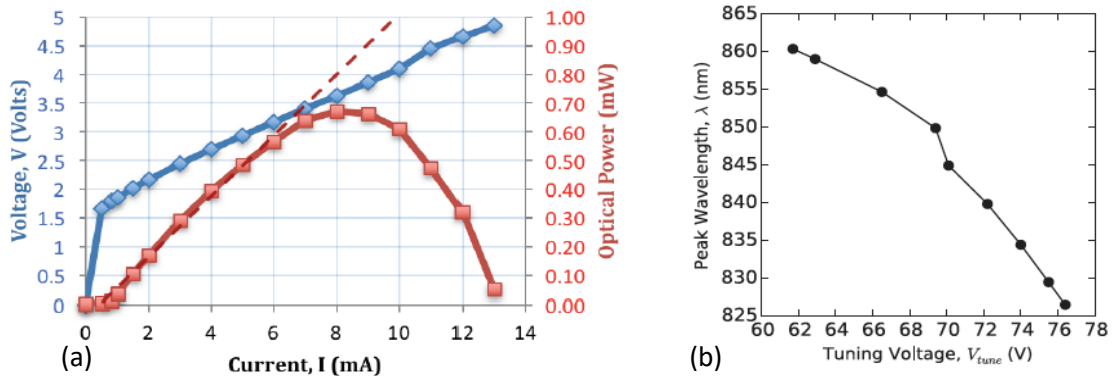


Figure I-20 : (a) Caractéristiques P-I-V du composant (b) Courbe d'accordabilité en fonction de la tension appliquée sur le MEMS

#### v. MEMS-VCSEL à base de miroirs HCG

La plage spectrale d'accord est un critère décisif, mais la vitesse d'accord est également très importante pour certaines applications. L'approche MEMS-VCSEL décrite jusqu'à présent peut donc présenter des inconvénients liés au poids du DBR supérieur, que celui-ci soit composé de semi-conducteur III-V ou de matériaux diélectriques. En effet, pour avoir une réflectivité suffisante, ce DBR doit comporter un nombre important de périodes ( $\sim 23$  paires pour les DBRs semi-conducteurs et 15 paires pour les DBRs diélectriques, soit plusieurs microns), ce qui peut être limitant pour la vitesse d'accord. Pour éviter ce problème lié au poids du MEMS, l'équipe de C. Chang-Hasnain a proposé en 2007 de remplacer le DBR standard par un miroir résonant à haut contraste d'indice HCG (High-Contrast Grating), d'épaisseur beaucoup plus faible (quelques centaines de nm). Cette approche va de plus permettre d'élargir la bande spectrale de haute réflectivité et de réduire la longueur de pénétration dans les miroirs, et donc la longueur effective de la cavité [53].

Un HCG est un réseau périodique 1D défini dans un matériau de fort indice de réfraction entouré d'un matériau de faible indice (Figure I-21). La réflectivité d'un HCG est liée à la forte différence d'indice créée et à la période sub-longueur d'onde du réseau. On peut considérer le HCG comme une série de « tranches » de guides d'ondes infinis d'axe de propagation suivant l'axe vertical  $Z$ . L'onde incidente verticale excite plusieurs modes du réseau et après propagation dans l'épaisseur  $t_g$ , ces différents modes sont réfléchis et couplés dans la cavité, ce qui conduit dans certaines conditions à des réflectivités verticales très élevées sur de larges bandes spectrales [27].

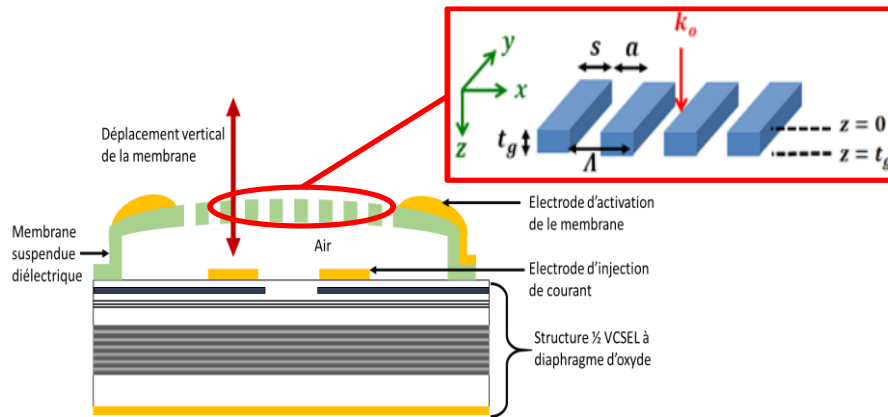


Figure I-21 : Schéma d'une structure VCSEL avec un HCG suspendu sur un MEMS diélectrique.  
 Insert : principe d'un HCG de période  $A$  et d'épaisseur  $t_g$  :  $s$  : largeur de la bande de matériau de haut indice,  $a$  : largeur de la bande de matériau de faible indice (air)

La première réalisation d'un MEMS-VCSELs avec un miroir HCG a été démontrée par l'équipe de C. Chang-Hasnain [54]. La structure de ce HCG est composée de lignes périodiques en  $Al_{0,6}Ga_{0,4}As$  suspendues au-dessus d'une couche d'air qui sert de couche de faible indice. Sur la Figure I-22, on peut voir plus en détail la structure du demi-VCSEL et du MEMS.

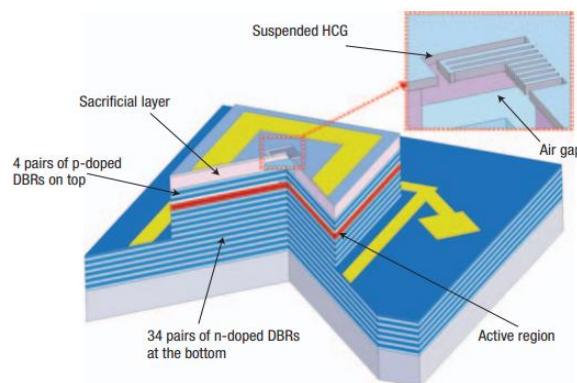


Figure I-22 : Schéma de la première structure MEMS-VCSEL avec un miroir HCG TM de 300 nm d'épaisseur [54]

Les VCSELs utilisant un miroir HCG vont préférentiellement émettre une lumière en polarisation TM. En effet les miroirs HCG sont sensibles à la polarisation en raison de leur anisotropie 1D et présentent en général une réflectivité plus élevée pour la polarisation TM. En 2013, C. J. Chang-Hasnain et al ont toutefois démontré expérimentalement la faisabilité d'un MEMS-VCSEL à miroir HCG optimisé en polarisation TE, avec une accordabilité totale de 26,3 nm, avec 16,5 nm par déplacement mécanique de la membrane pour des tensions inférieures à 10 V et 9,8 nm en jouant sur le courant d'injection.

La réalisation des miroirs HCG reste cependant délicate, surtout pour les courtes longueurs d'onde, car elle nécessite un contrôle très précis des dimensions et des profils de gravure du réseau nano-structuré. De plus, l'insertion des HCG peut aussi avoir pour effet d'augmenter le courant de seuil [55].

On peut voir sur le Tableau 2 ci-dessous un récapitulatif (non exhaustif) des résultats obtenus ces dernières années sur des MEMS-VCSELs accordables à pompage électrique comportant soit un DBR standard, soit un miroir HCG, ceci pour les grandes longueurs d'onde sur InP (entre 1,3  $\mu m$  et 1,55  $\mu m$ ) et pour les longueurs d'onde plus courtes sur GaAs (entre 760 nm et 1060 nm). Les records d'accordabilité datent de 2011 à 1,55  $\mu m$  avec une plage

d'accord de 100 nm (soit une accordabilité de  $\Delta\lambda/\lambda_0 \approx 7\%$ ) et de 2016 à 850 nm une gamme de 38 nm ( $\Delta\lambda/\lambda_0 \approx 4,5\%$ ).

$\lambda$ (nm)	Type de membrane	Activation	Accordabilité (nm)	Fréquence de balayage	I/V/P tuning	Université, année, référence
1550	DBR sur MOEMS	Électrothermique	76	-	160 mW	TUM, 2009 [56]
1550	DBR sur MEMS SOI	Électrostatique	55	500 kHz	150 V	Tokyo Institute of Technology, 2009 [57]
1550	DBR membrane diélectrique		23	-	-	DTU&TUM 2012 [58]
1550	DBR membrane diélectrique	Électrothermique	25	-	14,5 V	Berkeley, 2014 [59]
1550	DBR membrane diélectrique	Électrothermique	60	-	27 mA	DTU, 2015 [60]
1550	DBR membrane diélectrique	Électrothermique	102	215 Hz	-	TUM, 2011 [45]
1550	DBR membrane diélectrique	Électrostatique	74	215 kHz	130 V	DTU-TUM, 2012 [61]
1550	HCG sur membrane InP	Électrostatique	26,3	-	8,5 V	Berkeley, 2012 [62]
1060	HCG sur membrane GaAs	Électrostatique	24	-	30 V	DUD, Danemark, 2013 [63]
1050	DBR membrane diélectrique	Électrostatique	63,8	400 kHz	43,9 V	Praevium Res 2015 [7]
1550	DBR membrane diélectrique	Électrothermique	107	-	35 mA	DTU 2016 [64]
850	HCG sur membrane AlGaAs	Électrostatique	18	3 MHz	15 V	Berkeley, 2008 [65]
760	DBR membrane diélectrique	Électrostatique	30	1 MHz	20 V	Urbana Champaign, 2008 [51]
850	DBR membrane diélectrique	Électrothermique	18/24	400 Hz	10 mA	Chalmers, 2012 [66]
850	Cantilever AlGaAs/GaAs	Électrostatique/ Électrothermique	36	-	20,8 V	TIT, 2013 [67]
850	DBR membrane diélectrique	Électrostatique	37,7	347 kHz	76 V	Praevium Res., 2016 [67]

Tableau 2 : Récapitulatif des principaux résultats obtenus à 1,55  $\mu\text{m}$  et 850 nm pour les MEMS-VCSELS accordables à injection électrique

On peut également observer sur la Figure I-23 (a) l'évolution au cours des années du ratio  $\Delta\lambda/\lambda_0$  obtenu sur des MEMS-VCSELs utilisant des DBR ou des HCG. L'intérêt ici est de pouvoir comparer des résultats obtenus à des longueurs d'onde différentes. Cette figure est extraite d'un article de synthèse publié en 2017 par C. Chang-Hasnain [68]. On peut aussi voir sur ces graphes que les meilleurs résultats en termes de fréquences d'actionnement sont comme attendu obtenus pour les MEMS à commande électrostatique (Figure I-23 (b)).

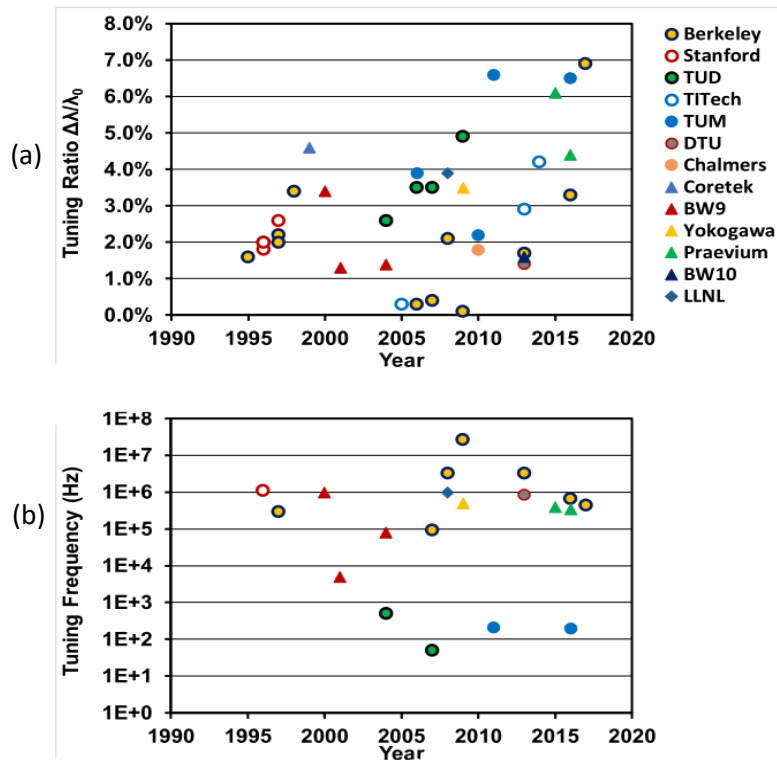


Figure I-23 : Comparaison des ratios d'accordabilité  $\Delta\lambda/\lambda_0$  (a) et de fréquence d'accord (b) (extrait de la référence [68])

#### vi. Principe du VCSEL à CL

L'approche MEMS-VCSEL décrite ci-dessus permet d'obtenir les meilleurs résultats en termes de gamme d'accord et de vitesse d'accord, mais elle entraîne toutefois certains inconvénients. En effet, les structures suspendues sont souvent fragiles et sensibles aux vibrations et peuvent manquer de stabilité et de reproductibilité. Leur pilotage peut également être complexe et nécessiter des tensions élevées pour le cas des MEMS électrostatiques.

Il existe une alternative basée les propriétés de biréfringence des cristaux liquides (CL) qui permettrait d'éviter ces problèmes mécaniques et de réduire les tensions de commande. Les cristaux liquides présentent en effet une grande différence d'indice de réfraction selon que la lumière incidente est orientée selon leur axe ordinaire ( $n_o$ ) ou leur axe extraordinaire ( $n_e$ ). Cette biréfringence est typiquement de l'ordre de  $\Delta n \sim 0.2$  (pour le cristal liquide nématique E7 de chez Merck). Sous champ électrique, les molécules de cristal liquide se réorientent et la valeur de l'indice  $n_e$  va diminuer jusqu'à atteindre la valeur de  $n_o$  pour des tensions appliquées de seulement quelques volts (Figure I-24). Si l'on insère une couche de cristal liquide dans une cavité VCSEL, on peut donc modifier significativement et avec des tensions de commande

faibles, l'épaisseur optique de la cavité et donc la longueur d'onde du faisceau émis suivant la polarisation extraordinaire.

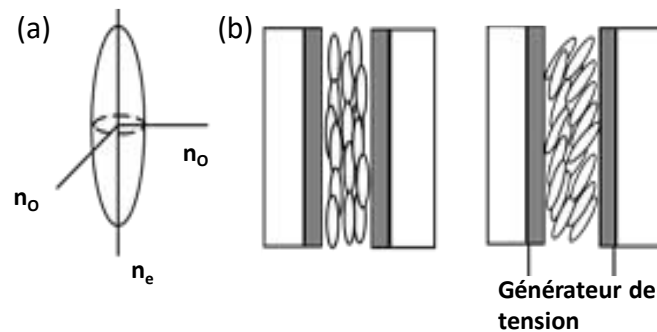


Figure I-24 : (a) Ellipsoïde des indices d'un cristal liquide nématique (b) Orientation des molécules sans champ / avec champ électrique appliqué sur une cellule à cristal liquide

L'exploitation d'une couche de CL intra-cavité entraîne toutefois plusieurs inconvénients. En premier lieu, le temps de réponse est de l'ordre de 1 ms, donc équivalent à celui constaté dans les MEMS électrothermiques, mais beaucoup plus élevé que dans les MEMS électrostatiques. Cette approche est donc surtout attractive pour des applications ne nécessitant pas de grande vitesse d'accord, mais requérant une bonne stabilité spectrale [67] et une faible consommation. En outre, la modification de l'indice sous champ électrique ne va modifier que la valeur de l'indice extraordinaire des CL. On a donc une accordabilité dépendante de la polarisation de la lumière incidente. Il faut donc idéalement avoir un gain anisotrope et que l'axe extraordinaire des CL corresponde à la polarisation préférentielle du gain.

La difficulté de cette voie réside également dans le fait qu'il faut structurer au moins une des surfaces intra-cavité pour permettre un ancrage homogène à grande échelle des molécules de CL, afin qu'elles réagissent au champ électrique appliqué de manière uniforme. Dans les écrans à cristaux liquides, ceci est réalisé par un brossage initial de la surface, mais cela n'est pas applicable à la fabrication d'une cavité laser, en raison des défauts créés par cette technique.

Cependant, une première faisabilité du concept a été démontrée par Télécom Bretagne à Brest (désormais IMT Atlantique) et l'Institut FOTON à Rennes en 2011 [69] dans un dispositif à pompage optique. Il s'agissait d'une structure  $\frac{1}{2}$  VCSEL en InP surmontée d'une macro-cellule délimitée par des espaceurs de  $3 \mu\text{m}$  de diamètre (billes de silice), au-dessus desquels est reporté un miroir diélectrique déposé sur un substrat de verre comprenant une électrode transparente en ITO (Figure I-25). La couche de cristal liquide est infiltrée dans la macrocellule après l'assemblage et l'orientation des molécules est assurée dans ce cas par l'utilisation de films d'alignement photo-polymérisables. Un accord spectral de 30 nm à  $1,55 \mu\text{m}$  a été obtenu pour 3 V appliqués. Toutefois, cet effet laser sous pompage optique n'a été observé qu'en régime impulsionnel.

Bien qu'une étude théorique ait évalué favorablement la faisabilité d'un tel composant [66], la réalisation expérimentale d'un VCSEL à pompage électrique accordable à base de CL n'a pas encore été démontrée à ce jour. Comme nous le verrons plus tard, une des difficultés

réside dans la nécessité de concilier l’alignement des CL dans des microcellules avec la gestion de l’injection électrique dans le dispositif ½-VCSEL.

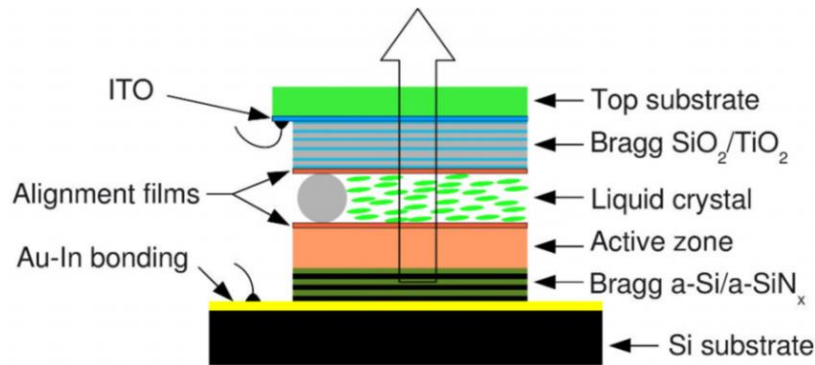


Figure I-25 : 1er VCSEL à macrocellule à CL fonctionnant en pompage optique à 1,55 µm [69]

#### vii. Conclusions sur l'état de l'art

Pour conclure sur cet état de l'art, nous avons vu que l'approche la plus performante à ce jour pour obtenir une source VCSEL largement accordable repose sur l'intégration d'un MEMS avec un DBR diélectrique, avec une commande électrostatique si l'application visée exige une fréquence d'accord élevée. Cependant, il existe une alternative prometteuse basée sur l'exploitation de CL intra-cavité qui permettrait d'atteindre des plages d'accord équivalentes avec des tensions plus faibles en supprimant tout élément mobile. Avant de détailler notre stratégie pour la conception d'un VCSEL accordable à injection électrique intégrant des CL, nous allons présenter le projet visant la réalisation d'un microsystème FF-SS-OCT qui a motivé la conception et la réalisation d'un tel composant, ainsi qu'un projet connexe visant la réalisation de dispositifs similaires fonctionnant à 1,55 µm.

#### 4. OCT portable à source accordable VCSEL pour l'analyse de la peau à 850 nm (Projet DOCT-VCSEL)

##### 4.1. Contexte et objectifs

Le projet ANR DOCT-VCSEL est un projet de recherche visant à développer un démonstrateur d'imageur OCT compact de type FF-SS-OCT (Full Field Swept-Source OCT) pour application à la dermatologie [70]. Les partenaires du projet sont l'institut FEMTO-ST à Besançon, dont l'expertise couvre la partie microsystème et détection par OCT, le LAAS-CNRS pour la conception et la réalisation de la source VCSEL laser accordable, et le CHU de Saint-Étienne, en collaboration avec la PME Pixience à Toulouse, pour ce qui concerne le traitement et l'analyse des images OCT et les tests pré-cliniques. L'objectif est de mettre au point à l'aide de technologies collectives un dispositif à bas coût et à faible encombrement pour pouvoir être utilisé chez les dermatologues comme un complément ou une alternative à la biopsie, notamment dans les cas où celle-ci est jugée trop invasive (contrôle d'une tumeur au visage et/ou chez un enfant).

Ce microsystème OCT est conçu pour fonctionner à 850 nm, longueur d'onde pour laquelle la diffusion et l'absorption de l'eau sont réduites dans les tissus biologiques, et permettent d'atteindre une profondeur de pénétration suffisante pour imager jusqu'à l'interface épiderme/derme. Il s'inscrit dans la suite des études menées par FEMTO-ST dans le cadre du

projet européen VIAMOS (2012-2015). FEMTO-ST a en effet développé une architecture matricielle à base de micro-interféromètres de type Mirau pour réaliser un microscope FF-SS-OCT compact fonctionnant à 850 nm [71].

L'approche FF SS-OCT choisie permet d'imager toute la surface de l'échantillon en une seule acquisition et de s'affranchir de la complexité du balayage de la source à très haute vitesse (>100 kHz). Cette architecture est basée sur des microtechnologies MOEMS silicium et verre collectives maîtrisées par FEMTO-ST et sur l'assemblage multi-wafers par wafer bonding.

La Figure I-26 illustre le principe du microsystème initialement conçu pour le projet VIAMOS. Le faisceau provenant d'une source de lumière large bande (SLED) est dirigé vers un interféromètre accordable Fabry-Pérot (FPI) à actionnement piézo-électrique pour pouvoir l'accorder spectralement. Après propagation dans une fibre optique, le faisceau est mis en forme par un condenseur puis par le doublet de microlentilles du micro-interféromètre de Mirau. Une lame séparatrice planaire renvoie verticalement pour chaque canal la moitié du faisceau vers un des miroirs de référence mobiles de l'interféromètre de Mirau et l'autre moitié vers l'échantillon. Les faisceaux réfléchis par l'échantillon et par les miroirs de référence se recombinaient, générant ainsi un interférogramme spectral, redirigé par la microlentille vers une caméra fonctionnant à haute vitesse. L'intérêt du plein champ consiste à s'affranchir de la contrainte du balayage spectral de la source à très haute vitesse. En effet, la vitesse d'accordabilité doit être seulement de l'ordre de 10 Hz contre des centaines de kHz pour les systèmes SS-OCT classiques.

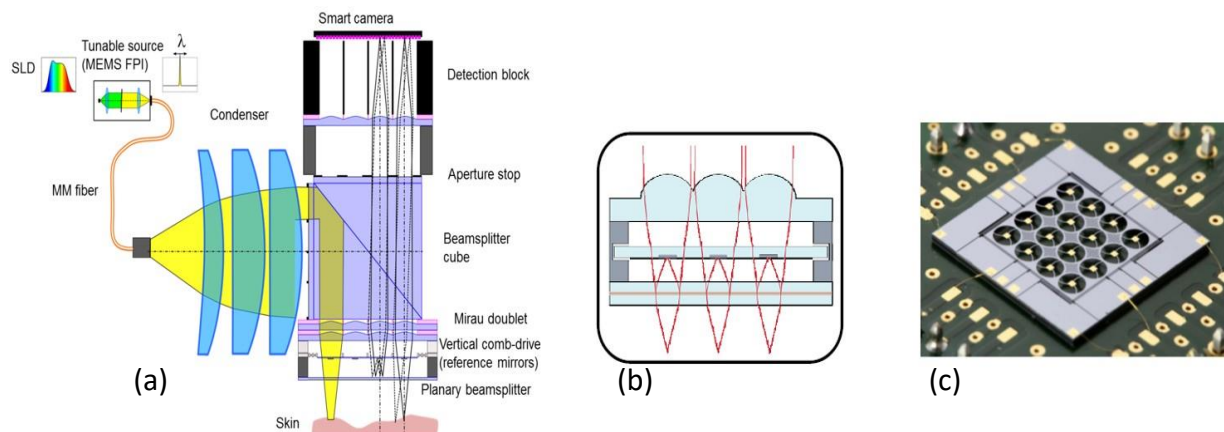


Figure I-26 : (a) Principe du microsystème à source SLED bulk déportée développé par le projet VIAMOS (b) principe du micro-interféromètre vertical de Mirau (c) vue de dessus de l'étage de 16 micro-miroirs mobiles à actionneurs électrostatiques (8x8 mm<sup>2</sup>)

Dans le prototype VIAMOS, la source accordable (SLED + filtre FPI) était massive et donc non intégrée au dispositif portable. De plus, la puissance optique disponible était limitée car filtrée et servant à illuminer tous les canaux de l'interféromètre. De plus, la transmission du filtre FPI de quelques pourcents seulement limitait les performances d'analyse (>1 nm). Nous avons vu précédemment que l'intérêt des sources VCSELs accordables pour l'analyse OCT a été déjà démontré à 1,3  $\mu\text{m}$  et à 1,06  $\mu\text{m}$  en raison notamment de leur grande accordabilité spectrale. Dans ces conditions, le développement d'une matrice de sources VCSELs accordables à 850 nm pompées électriquement devrait permettre d'améliorer considérablement les performances et la compacité du microsystème développé par VIAMOS. C'est l'objectif du projet DOCT-VCSEL.

## 4.2. Cahier des charges

Un schéma du dispositif OCT complet visé est représenté de la Figure I-27. L'ensemble devrait avoir un encombrement inférieur à  $20\text{ cm}^3$ . Le bloc d'interféromètres microfabriqués est repris du projet VIAMOS, mais un nouveau bloc de mise en forme du faisceau doit être conçu pour prendre en compte les spécificités d'une source laser (gestion du « speckle » lié à la diffusion de l'onde cohérente), d'une matrice de VCSELS (écart, divergence, ...) et des caractéristiques des VCSELS accordables qui seront mis au point pendant le projet (puissance par canal, gamme d'accord, vitesse d'accord, mode de pilotage).

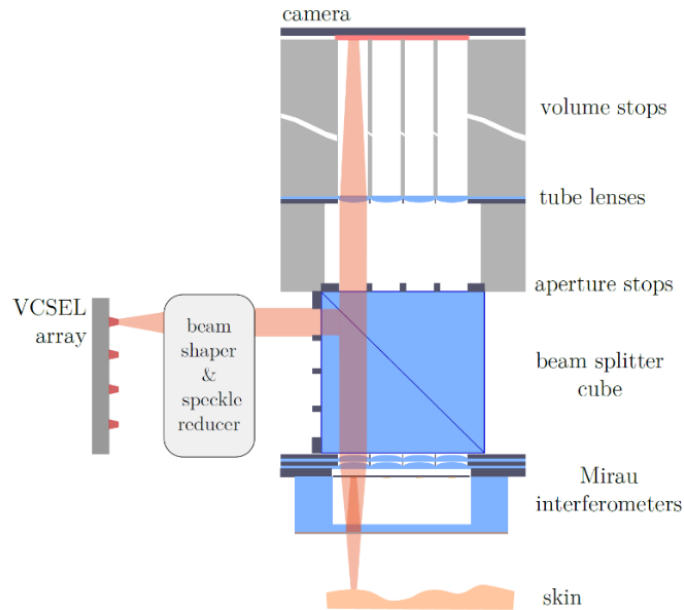


Figure I-27 : Schéma du dispositif DOCT-VCSEL visé ( $20\text{ cm}^3$ )

Les motivations qui ont régi les choix des divers éléments du projet DOCT-VCSEL sont résumées dans le Tableau 3. En ce qui concerne la source, nous devons atteindre une profondeur de scan de  $0,5\text{ mm}$  et donc travailler à  $850\text{ nm}$ , avec une résolution axiale de  $12\text{ }\mu\text{m}$  (à terme  $6\text{ }\mu\text{m}$ ), ce qui représente pour le VCSEL un accord spectral de  $\Delta\lambda \sim 20\text{ nm}$  (à terme  $35\text{ nm}$ ).

Comme on a pu le voir dans l'état de l'art sur les VCSELS accordables, ces objectifs sont réalisables avec des MEMS à DBR diélectriques, puisque l'Université de Chalmers a démontré un accord de  $24\text{ nm}$  en 2011 et que Praevium Research a publié récemment un accord de  $37,7\text{ nm}$ . Au début du projet, nous souhaitions développer une technologie proche de celle de Chalmers, mais avec des matrices de MEMS à base de polymère SU-8, en nous basant sur les résultats antérieurs de l'équipe sur la mise en forme collective et bas-coût du faisceau de VCSELS standards [72]. Malheureusement, nous ne disposons pas de moyens technologiques adaptés pour fabriquer des DBRs diélectriques de haute qualité tels que ceux réalisés par Chalmers ou Praevium. De plus, nos essais de réalisation de miroirs sur membrane polymère se sont révélés infructueux à cause de contraintes trop élevées entraînant des qualités insuffisantes pour un miroir de cavité laser.



Besoins	Réponses	Choix pour le projet DOCT-VCSEL
<b>Système portable</b>	Technologies VCSELs et MOEMS	MOEMS : bonding vertical multi-wafer VCSEL : injection électrique
<b>Bas coût</b>	Imagerie plein champ FF-SS-OCT avec camera CCD	Matrices d'interféromètres MOEMS
	Micro-sources laser fabriquées collectivement	Matrices de VCSELs NIR
<b>Profondeur maximale ~0,5 mm (jonction épiderme/derme)</b>	Grande longueur de cohérence (>10mm)	VCSEL monomode
	Longueur d'onde 850nm	VCSEL GaAs
	Puissance optique par canal ~1mW	
<b>Résolution équivalente à l'histopathologie</b>	Résolution axiale (air)	Gamme d'accord spectral VCSEL :
	- 12 $\mu\text{m}$	- 20 nm
	- 6 $\mu\text{m}$	- 35 nm
<b>Durée d'acquisition d'un B-scan &lt;2s</b>	Imageur CCD rapide plein champ	Vitesse accord spectral du VCSEL ~ 10 Hz

Tableau 3 : Présentation des choix technologiques opérés pour le projet DOCT-VCSEL pour atteindre les performances visées.

Nous avons donc très rapidement opté pour l'approche CL intracavité, car l'imagerie FF-SS-OCT requiert une bonne stabilité et une bonne reproductibilité de la longueur d'onde et elle ne nécessite pas de vitesse d'accord spectral élevée. De plus, notre équipe était déjà impliquée dans le projet HYPOCAMP, qui visait à développer des composants accordables émettant à 1,55  $\mu\text{m}$  pour des applications civiles ou défense et les premiers résultats obtenus en 2016 étaient très encourageants. Le contexte applicatif principal de ma thèse a concerné le projet DOCT-VCSEL, mais j'ai donc été également impliqué dans le projet HYPOCAMP en collaboration avec Benattou Sadani, post-doctorant jusqu'en septembre 2017. Nous allons donc brièvement présenter le contexte et les objectifs de ce projet.

## 5. VCSELs à 1,55 $\mu\text{m}$ accordables à cristaux liquides pour applications civiles et militaires (Projet HYPOCAMP)

### 5.1. Contexte et objectifs

Le projet ANR ASTRID HYPOCAMP (pour HYbrid Polarisation controlled and mOnolithic tunable vertical Cavity surface emitting lAsers, for eMbedded and comPact optical and microwave systems / 2014-2018) est un projet de recherche collaboratif soutenu par la DGA, piloté par l'institut FOTON Rennes et regroupant les laboratoires FOTON Rennes et Lannion, l'IMT Atlantique, l'IPR à Rennes, le C2N (anciennement LPN) à Marcoussis et le LAAS-CNRS.

L'objectif principal du projet visait la réalisation de composants photoniques accordables à 1,55  $\mu\text{m}$  grâce au développement d'une technologie hybride cristal liquide-semiconducteur III-V. L'institut FOTON était entre autres en charge de l'épitaxie et de la fabrication des composants sur InP à polarisation contrôlée; le C2N de la réalisation des miroirs diélectriques sur ITO/verre, l'IMT Atlantique et le LAAS-CNRS du développement d'une nouvelle technologie de fabrication de microcellules à cristaux liquides compatible avec une intégration dans un composant à injection électrique.

## 5.2. Cahier des charges

Le consortium HYPOCAMP a conçu au cours du projet plusieurs composants pouvant tirer parti de cette technologie. Le plus ambitieux était un VCSEL accordable à pompage électrique représenté sur la Figure I-28. Compact, monolithique, émettant à 1,55  $\mu\text{m}$ , le composant doit présenter une accordabilité spectrale de plus de 50 nm, une bonne stabilité spectrale (largeur de raie  $< 100$  GHz) et une puissance de l'ordre du mW. Dans le cadre du projet, les performances visées de ce laser sont liées à deux applications civiles et une application défense, par la réalisation d'une ligne de transmission optique multicanal WDM (avec un seul laser), la réalisation d'un capteur optique de déformation et la réalisation d'un filtre hyperfréquence reconfigurable par voie optique.

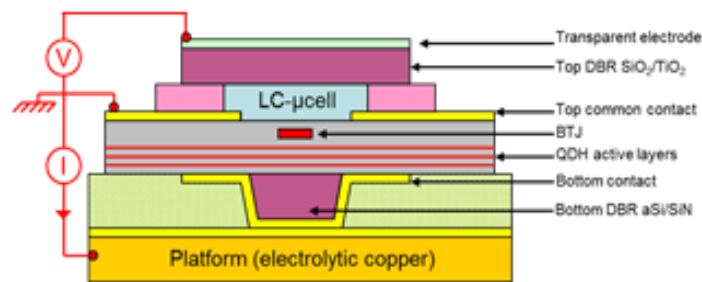


Figure I-28 : Vue schématique en coupe du dispositif VCSEL accordable visé par HYPOCAMP

Les objectifs en termes de réalisation des microcellules étant proches pour les deux projets, nous avons donc développé une technologie compatible avec les deux domaines spectraux.

## 6. Objectifs de la thèse

Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous avons donc travaillé sur deux projets connexes visant des VCSELs accordables fonctionnant à 850 nm et à 1,55  $\mu\text{m}$ . Dans ce but, nous avons développé une technologie de fabrication générique de microcellules à cristaux liquides en polymère, adaptable sur différents composants optiques pour les rendre accordables en longueur d'onde à 850 nm ou 1,55  $\mu\text{m}$ . On peut voir sur la Figure I-29 une vue en coupe du principe du composant accordable à CL visé, sans (Figure I-29 (a)) et après application du champ électrique via une tension électrique (Figure I-29 (b)).

Comme nous le verrons dans le prochain chapitre, pour pouvoir atteindre ces objectifs, il a été tout d'abord nécessaire de mettre au point de nouvelles briques technologiques, notamment pour ce qui concerne la délimitation collective des microcellules à CL avec des espaceurs en polymère et l'ancrage des CL grâce à l'intégration d'un réseau d'alignement

nanostructuré. Nous verrons également que nous avons été amenés à réaliser plusieurs démonstrateurs intermédiaires (filtres, photodiodes) afin de pouvoir valider ces briques élémentaires.

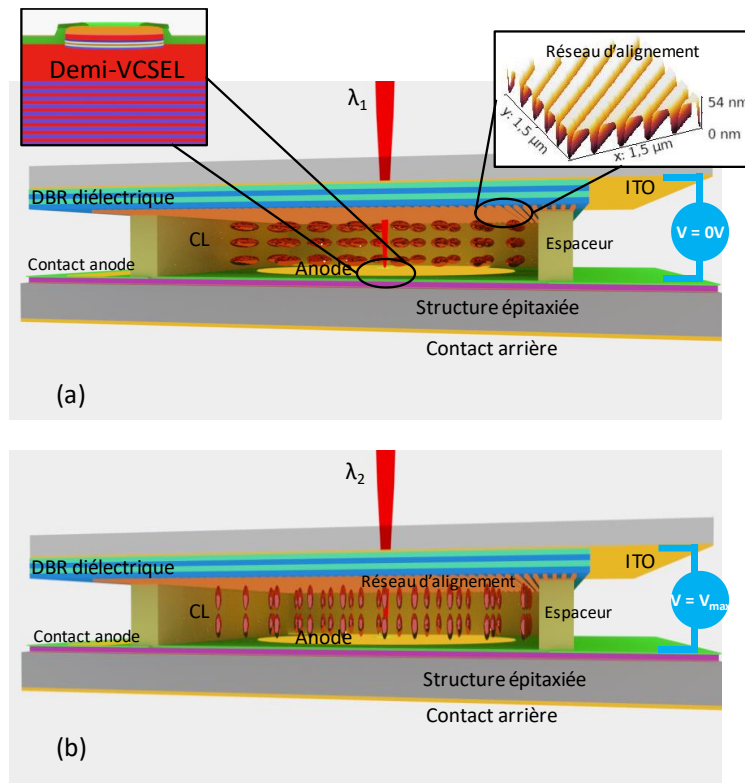


Figure I-29 : (a) Schéma d'un composant VCSEL accordable à pompage électrique à CLs avec réseau d'ancrage, sans tension appliquée (b) et avec une tension appliquée avec réorientation des CL suivant les lignes de champ.

## 7. Conclusions

Dans ce premier chapitre, nous avons tout d'abord rappelé le principe de l'imagerie OCT, puis présenté les différents modes possibles pour cette technique et discuté de leurs performances relatives. Nous avons en particulier souligné l'intérêt des sources lasers compactes telles que les VCSELs accordables pour pouvoir miniaturiser les dispositifs de type Swept Source-OCT. Nous avons ensuite rappelé le principe de fonctionnement d'un VCSEL standard, puis exposé les différentes méthodes pour réaliser un VCSEL accordable, en soulignant la maturité des approches MEMS-VCSEL, mais aussi l'intérêt d'une approche alternative basée sur une couche de cristal liquide intracavité. Puis, nous avons exposé les objectifs du projet DOCT-VCSEL qui vise à réaliser un microsystème FF-SS-OCT à 850 nm, portable et de faible coût pour la détection précoce des pathologies de la peau. En tenant compte du cahier des charges du projet et de l'expérience déjà acquise pendant le projet HYPOCAMP, nous avons choisi d'explorer une méthode d'accordabilité basé sur l'insertion de CL intracavité, qui malgré les défis technologiques à relever, présente des avantages pour ce qui concerne la plage d'accord spectral, la stabilité d'émission et la consommation électrique.

Nous allons maintenant présenter les verrous que nous avons dû lever pour mettre au point la technologie de réalisation collective de microcellules à CL pouvant être appliquée aux composants émettant à 1,55  $\mu\text{m}$  (HYPOCAMP) ou à 850 nm (DOCT-VCSEL).

## Chapitre 2 : Fabrication de microcellules à cristaux liquides à base de polymères

Dans ce deuxième chapitre, nous allons présenter la technologie générique de fabrication de microcellules à cristaux liquides à base de polymères que nous avons développée pour répondre aux objectifs décrits précédemment. Nous allons tout d'abord rappeler les principales caractéristiques des cristaux liquides nématiques que nous avons utilisés dans le cadre de ces travaux, puis nous dresserons un bref état de l'art sur les méthodes de fabrication des cellules à cristaux liquides. Nous présentons ensuite les deux méthodes de fabrication que nous avons mises au point ainsi que les résultats obtenus sur la fabrication de composants démonstrateurs passifs (filtres accordables).

### 1. Généralités sur les cristaux liquides

#### 1.1. Principaux types de cristaux liquides

Les cristaux liquides (CL) ont été en premier observés par des biologistes au XIX<sup>ème</sup> siècle grâce à la démocratisation des microscopes polarisés. Ce nouvel état de la matière est défini par un ordre moléculaire d'orientation intermédiaire à l'ordre de position tridimensionnel propre aux cristaux, et par un non-arrangement à grande échelle propre aux liquides isotropes. Il a fallu attendre l'étude du cholestérol en 1888 par Friedrich Reintzer et Otto Lehmann pour voir apparaître les premières études sur les CL, sans pour autant définir cet état. F. Reintzer a constaté que le benzoate de cholestéryle présentait deux points de fusion et que sa couleur changeait en fonction de la température en passant d'une phase colorée à une phase parfaitement transparente. C'est grâce aux travaux de Lehmann publiés en 1889 qu'est apparu pour la première fois le nom de « cristaux liquides »[73].

Cet état de la matière a été décrit bien plus tard comme un état de la nature à part entière par Georges Friedel, c'est à dire un état intermédiaire entre le solide cristallin et le liquide isotrope. C'est dans un traité de 1992 qu'il le nomme « état mésomorphe de la matière ». Il propose également une classification des états mésomorphes avec les premières familles de CL thermotropes, à savoir les CL nématiques, qui sont les plus connus et les plus utilisés, les CL cholestériques et les CL smectiques. Les molécules formant les CL sont dites mésogènes, c'est-à-dire qu'elle présentent une anisotropie géométrique et celle-ci est à l'origine des mésophases qui caractérisent l'arrangement des CL que nous détaillerons plus tard.

À ce jour, il existe de nombreuses phases différentes de CL, qui ont été décrites au cours des années. Elles peuvent être classées suivant 4 types :

- cristal liquide lyotrope : obtenu par un mélange de molécules mésogènes dans un solvant
- cristal liquide polymérique : cristal liquide dispersé dans une matrice polymère [74],
- cristal liquide colloïdal : suspension de molécules colloïdales,
- cristal liquide thermotrope : obtenu dans une certaine gamme de température ou de pression présentant un polymorphisme important avec des molécules de faible masse moléculaire.

## 1.2. Morphologie des cristaux liquides

Les molécules des CL appelées mésogènes se caractérisent par une anisotropie géométrique qui se répercute à plus grande échelle, ce qui permet d'avoir des degrés d'ordre intermédiaire, et engendre des états mésomorphes. Il existe plusieurs mésophases possédant chacune des structures et des formes spécifiques. Durant ces travaux de thèse, nous avons utilisé des cristaux liquides mésogènes calamitiques (sous forme de bâtonnets) qui font partie de la classe des thermotropes.

Ces CL sont composés de deux parties : une partie rigide et une partie flexible. La partie rigide est composée de plusieurs noyaux benzéniques, alors que la partie flexible est généralement formée de chaînes alkyles, alcoxydes, acyles ou halogènes [75]. Ce type de molécules est fortement polarisable, car les électrons du noyau benzénique sont délocalisés. La partie rigide est donc très sensible à l'application d'un champ électrique et peut ainsi être manipulée.

Il existe différents types de mésophases : nématiques et cholestériques. La phase des CL nématiques est la phase la moins ordonnée des mésophases. Dans ces CL, les molécules ont tendance à s'aligner parallèlement les unes par rapport aux autres. Cependant, le centre de gravité de chacune des molécules n'est pas réparti de la même manière d'une molécule à l'autre, ce qui entraîne une anisotropie à grande échelle, comme dans un liquide isotrope. Dans les cristaux liquides nématiques, l'axe de symétrie et d'orientation des molécules est orienté suivant un vecteur unitaire appelé vecteur directeur  $\vec{n}$ . Pour qualifier l'ordre interne, on utilise un paramètre appelé ordre  $S$ , défini par :

$$S = \frac{1}{3} (3 \cos^2 \theta - 1) \quad (1.1)$$

avec  $\theta$  l'angle entre le vecteur directeur et les molécules des cristaux liquides et  $S$  un paramètre d'ordre fonction de la température.

Si  $S=0$ , alors il n'y a pas d'ordre et on est dans une phase isotrope, à l'inverse si  $S=1$ , toutes les molécules des CL sont orientées uniformément, comme on peut le voir sur la Figure II-1 représentant la variation de l'orientation du vecteur  $\vec{n}$  en fonction de ce paramètre  $S$ .

En pratique  $S$  varie entre 0,3 et 0,8 et sa valeur décroît linéairement avec la température. Cette valeur diminue jusqu'à la température de clarification ( $T_C$ ) qui correspond à la transition de phase nématique-isotrope.

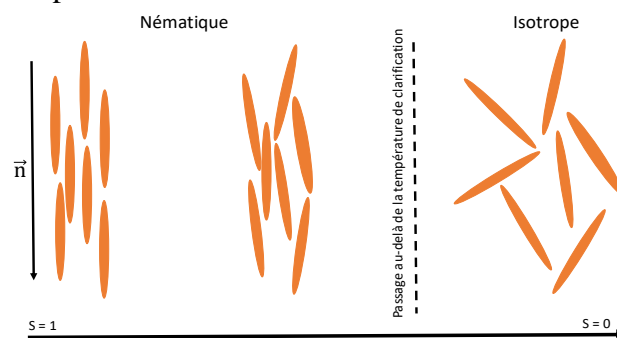


Figure II-1 : Représentation de l'évolution du paramètre d'ordre  $S$  [76]

On peut remarquer qu'il existe également les mésophases cholestériques. Les cristaux liquides cholestériques constituent une torsion de la phase nématique. Ils sont le résultat d'ajout de molécules chirales à l'intérieur de CL nématique, ce qui induit une structure hélicoïdale. Les CL cholestériques ont la même structure chimique que les CL nématiques, seule la structure volumique est différente. Durant nos travaux, nous avons utilisé que des CL nématiques.

### 1.3. Propriétés optiques des cristaux liquides nématiques

#### Biréfringence

Le cristal liquide nématique est un matériau anisotrope uniaxe qui possède une anisotropie optique : biréfringence  $\Delta n = n_e - n_o$  et une anisotropie diélectrique :  $\Delta \epsilon$  (Figure II-2). Cette dernière propriété permet de réorienter les axes du cristal liquide par un champ électrique. Cette réorientation est à l'origine de toutes les propriétés électro-optiques du cristal liquide.

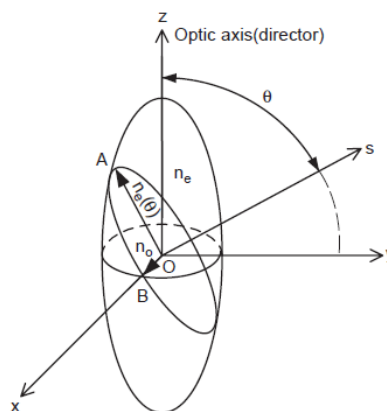


Figure II-2 : Ellipsoïde des indices d'un CL nématique (extrait de REF [77])

On peut voir sur la Figure II-3 la dispersion des indices de réfraction ordinaire ( $n_o$ ) et extraordinaire ( $n_e$ ) d'un CL nématique (le E7) à température ambiante (25°C). Les deux indices varient de la même manière pour une température donnée. Ils présentent une dispersion forte dans le visible et plus faible dans le NIR. La biréfringence est de l'ordre de 0,2 dans le visible et de 0,18 dans le NIR.

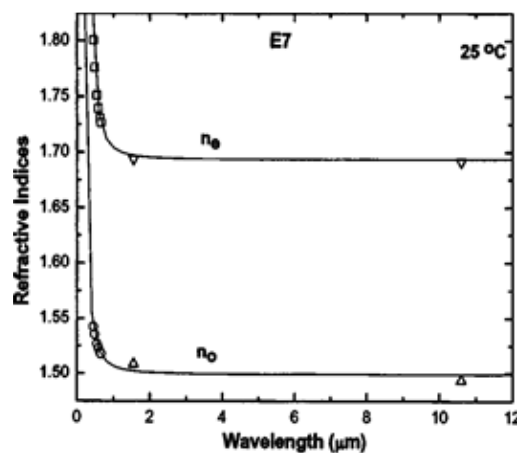


Figure II-3 : Dispersion de l'indice optique du CL nématique E7

Notons que les propriétés de biréfringence des CL dépendent cependant de la température (Figure II-4) [78]. En effet, bien que l'indice moyen  $\langle n \rangle$  varie peu avec la température, on observe que l'indice extraordinaire  $n_e$  diminue alors que  $n_o$  augmente. Les deux valeurs se rejoignent jusqu'à qu'il n'y ait plus qu'un seul indice de réfraction moyen quand la température est supérieure à la température de clarification  $T_C$ . Les CL perdent alors leur propriété de biréfringence, ce qui correspond à une valeur d'ordre  $S$  égale à 0.

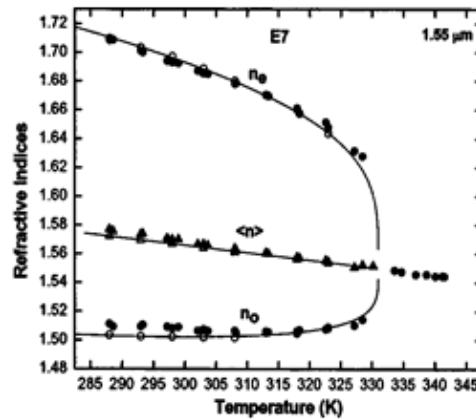


Figure II-4 : Dépendance thermique des indices optiques du CL E7 mesurée à 589 nm (extraite de la ref [78]). La biréfringence  $\Delta n = n_e - n_o$  diminue avec la température et disparaît au-delà de  $60^\circ\text{C}$

### Modulation d'indice sous champ électrique

Il est possible de modifier la valeur de  $n_e$  par le biais d'un champ électrique, ce qui a pour conséquence de modifier l'inclinaison des molécules (i.e. leur partie rigide). Dans la géométrie d'une cellule à CL (Figure II-5) cette modulation d'indice est dépendante de la réorientation de l'axe optique du cristal liquide et donc de l'intensité du champ appliqué.

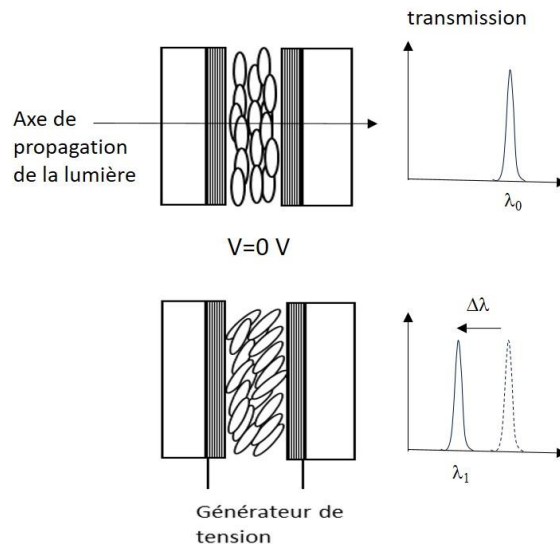


Figure II-5 : Fonctionnement du cellule Fabry Pérot à CL

La valeur d'indice  $n_e$  en fonction de l'angle d'inclinaison  $\theta$  de l'axe optique est donnée par la formule :

$$n_e(\theta) = \frac{n_e n_o}{\sqrt{n_e^2 \cos^2 \theta + n_o^2 \sin^2 \theta}} \quad (2.1)$$

La modulation d'indice correspondant au mode extraordinaire est :

$$\delta n = n_e - n(\theta) \quad (2.2)$$

Lorsqu'un champ suffisamment important est appliqué sur le cristal liquide, cette modulation tend vers la biréfringence :  $\delta n \rightarrow \Delta n$  ; le cristal liquide est dans l'état homéotrope (optiquement isotrope) (Figure II-6).

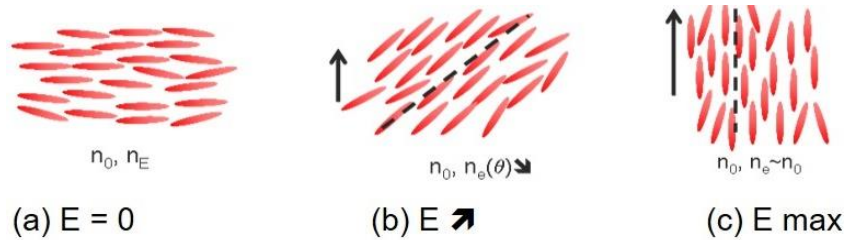


Figure II-6 : Orientation des CL en fonction du champ

Le décalage spectral (accordabilité) théorique maximal d'un filtre Fabry-Pérot à CL en fonction de la variation d'indice est :

$$\Delta \lambda = \frac{\lambda \times \Delta n}{n} \quad (2.3)$$

L'accordabilité est donc proportionnelle à la biréfringence du cristal liquide. Elle peut être minimisée en fonction de la nature des miroirs utilisés pour la cavité et de son épaisseur, qui fixe l'intervalle spectral libre (cf. chapitre 1). Cette configuration de cellule cristal liquide implique de contrôler la polarisation pour obtenir la bonne variation d'indice: la polarisation doit être orientée selon l'axe optique long du cristal liquide.

#### 1.4. Contraintes pour la réalisation de microcellules à CL

À ce jour, la très grande majorité des cellules à CL sont des macrocellules, constituées par deux plaques de verre parallèles, comportant chacune une électrode transparente conductrice pour pouvoir appliquer un champ électrique (oxyde d'indium et d'étain, ITO) , et séparées par des microbilles calibrées (typiquement en silice) (Figure II-7). Ces dernières sont déposées par spin-coating directement sur la surface. C'est la taille de ces billes qui fixe la hauteur de la cavité. Le scellement de ces macrocellules est réalisé à l'aide d'une colle UV et d'un pressage des deux surfaces. L'espace entre les plaques est ensuite rempli par capillarité sous vide ou par pression différentielle sous vide.



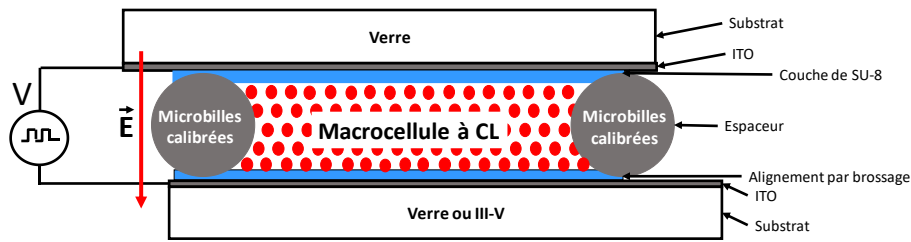


Figure II-7 : Schéma d'une macrocellule à CL avec des espaceurs de microbilles calibrées

Pour permettre une réalisation sur des composants photoniques à commande électrique, il est nécessaire de réduire les dimensions transverses des cellules et de localiser la zone à CL. La technologie macrocellules n'est donc pas exploitable en l'état. Des premiers travaux réalisés par l'IMT Atlantique ont montré qu'il est possible de fabriquer des microcellules à CL avec des espaceurs en polymère [79] (Figure II-8). L'intérêt réside ici dans le fait que les motifs sont définis par une étape classique de photolithographie UV dans une résine photosensible négative (SU-8). Toutefois, cette méthode est difficile à mettre en œuvre et ne permet pas d'obtenir une uniformité suffisante sur des échantillons de petite taille. De plus, les étapes d'amincissement et de report utilisées dans ces travaux pour réaliser le scellement des deux parties sont très peu reproductibles. Nous avons donc mis au point une nouvelle technologie de fabrication de microcellules à CL dérivée des travaux de l'IMT Atlantique, en modifiant le type de polymère utilisé pour les espaceurs.

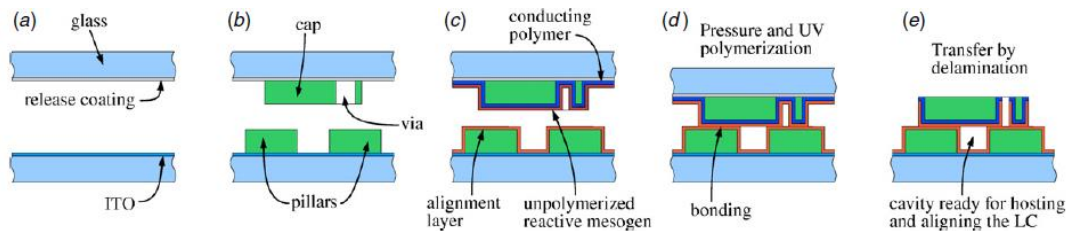


Figure II-8 : Microcellules à CL avec espaceurs en SU-8 réalisées en 2012 par l'IMT Atlantique [79]

## 2. Briques technologiques développées

### 2.1. Présentation générale des deux types d'espaceurs utilisés

La Figure II-9 présente le premier type de microcellule à CL que nous avons développée. Cette structure générique reprend la même base que précédemment (Figure II-7) avec des espaceurs en polymère en lieu et place des microbilles. Ceux-ci sont fabriqués à l'aide d'un film sec de résine épaisse négative appelé DF-1005 (EMS Adhesives) d'épaisseur calibrée de  $4,8 \pm 0,2 \mu\text{m}$ . Ce film sec est déposé par un transfert thermique doux par le biais d'une machine de nano-impression. L'intérêt de l'utilisation d'un film sec réside dans la reproductibilité et l'uniformité de l'épaisseur sur la surface de l'échantillon sur lequel il est transféré, quels que soient sa taille et son relief [80]. En particulier, l'utilisation du DF-1005 permet de s'affranchir des effets de bord liés au spin-coating, notamment pour les échantillons non circulaires. Ces avantages ont déjà été exploités par l'équipe MICA pour réaliser des éléments micro-optiques en polymère sur des échantillons VCSELs standard (lentilles, MEMS).

En fonction du composant accordable visé, cette structure générique va comporter soit deux miroirs DBR déposés sur ITO/verre (configuration de filtre accordable) ou un

miroir/ITO/verre et un substrat semi-conducteur (configuration d'une photodiode ou de VCSEL accordable). Après la définition des espaceurs DF par photolithographie UV sur l'une des parties, on procède au dépôt d'une couche fine de SU-8 sur l'autre partie afin de pouvoir sceller l'ensemble sous pression, à chaud et sous UV. La commande électrooptique des cellules CL est ensuite réalisée avec une tension alternative.

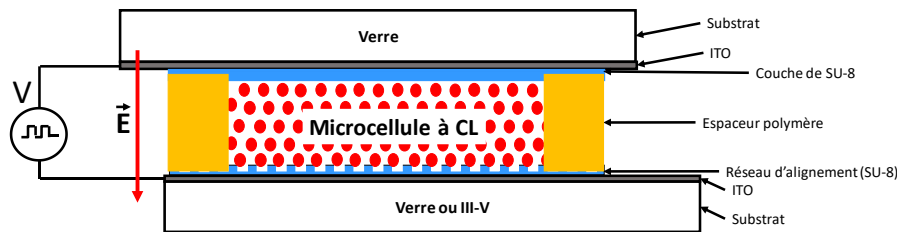


Figure II-9: Structure générale d'une cellule à CL avec espaceurs en polymère

En dernière année de thèse, nous avons été amenés à remplacer le DF-1005 par une nouvelle résine, la Perminex 2005 (Microchem). En effet, l'épaisseur du film DF-1005 est fixe et il n'est donc pas possible de réduire l'épaisseur de CL dans la cavité à des valeurs inférieures à 5  $\mu\text{m}$ , ce qui est souvent nécessaire, notamment pour les composants fonctionnant à 850 nm.

C'est pourquoi nous avons développé une seconde méthode de réalisation d'espaceurs en tirant parti des avantages de la résine négative Perminex. L'épaisseur de cette résine, déposée par spin-coating, peut être ajustée en modifiant les paramètres d'enduction. De plus, la Perminex est une résine dédiée au scellement de composants et il n'est donc plus nécessaire de rajouter la couche de SU-8 pour réaliser l'assemblage des deux parties. Le scellement est dans ce cas effectué en exerçant une pression à chaud.

Un point clé du nouveau procédé que nous avons mis au point réside aussi dans la méthode utilisée pour aligner les molécules de CL dans la cellule. Elle est basée sur un réseau nanostructuré fabriqué sur une des surfaces de la microcellule.

## 2.2. Méthodes d'ancrage possibles pour orienter les CL

Comme expliqué précédemment, les CL n'ont pas un ordre d'arrangement à grande échelle. Si l'on souhaite une orientation uniforme pour ces molécules à l'échelle de la cellule, il est nécessaire de réaliser une structuration de l'une ou des deux surfaces en contact avec le CL. Pour cela, il existe différentes méthodes d'ancrage.

La méthode utilisée classiquement est la méthode dite du brossage, dont le principe est représenté sur la Figure II-10 et qui s'est largement répandue pour la fabrication d'écrans d'affichage à CL. Elle fut décrite d'abord par Kuniyasu *et al.* en 1988 [81] et consiste à déposer un film de polyimide sur l'une des surfaces de la cellule (ou les deux en fonction de l'épaisseur de CL). Une fois ce matériau déposé (par spin ou spray-coating), on vient brosser sa surface à l'aide d'un rouleau (en feutre ou en velours) pour creuser des nano-sillons. Les chaînes polymériques en surface sont alors alignées suivant la direction du brossage et transmettent cette orientation aux CL par des interactions de type Van Der Waals. Cette modification de l'état de surface du polyimide permet d'orienter efficacement les CL dans une direction préférentielle, mais ne peut pas être employée dans le cas de surfaces présentant des reliefs, et elle n'est pas adaptée aux échantillons de petite taille et à la réalisation de microcellules.

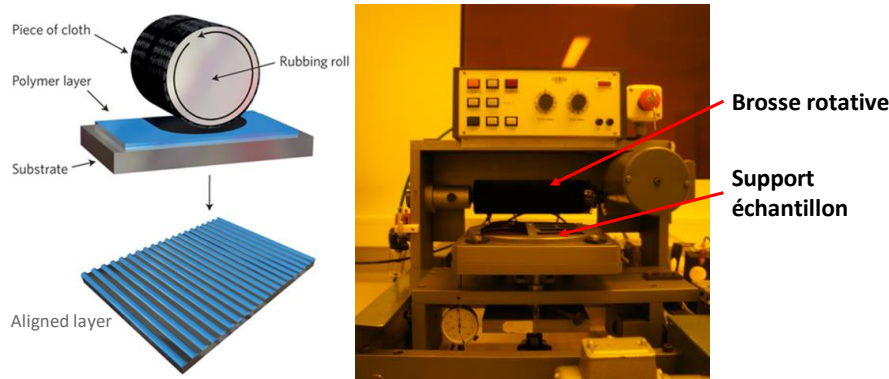


Figure II-10 : Brossage de la surface pour l'ancrage de CL (images IMT Atlantique)

Une autre méthode possible, basée également sur un ancrage de type chimique, consiste à utiliser des films de photopolymères qui, une fois orientés par une lumière UV polarisée linéairement, vont également transférer leur orientation préférentielle aux CL [82][83]. C'est cette méthode d'alignement qui a été utilisée par l'IMT Atlantique et l'Institut FOTON avec deux films photopolymères polarisables linéairement de chez Rolic (LPP-ROP-103) pour démontrer en 2011 le premier VCSEL accordable à macrocellule à CL (O. Castany [69]) et l'année suivante par l'IMT Atlantique pour démontrer la faisabilité de matrices de microcellules à CL [84]. Cependant, la mise en œuvre de cette technique est complexe car il est nécessaire de disposer d'une source de lumière UV polarisée et elle est de plus inadaptée aux process multi-niveaux et à la réalisation de composants à injection électrique (cf. Figure II-8).

Enfin, il est possible d'avoir recours à un ancrage de type mécanique [85][86], qui consiste à proposer aux CL une position plus favorable d'un point de vue de l'énergie d'ancrage azimutal afin qu'ils soient dans l'état le plus stable possible (Figure II-11). Il s'agit dans ce cas de fabriquer un réseau périodique nano-structuré, c'est-à-dire de période sub-micronique et de quelques dizaines de nanomètres de profondeur directement sur l'une ou les deux surfaces internes de la cellule [87]. L'orientation de l'axe long des CL se fait alors préférentiellement selon les lignes du réseau (Figure II-11). Notons que ce réseau doit avoir une période inférieure à  $\lambda/n$  pour éviter les pertes optiques par diffraction.

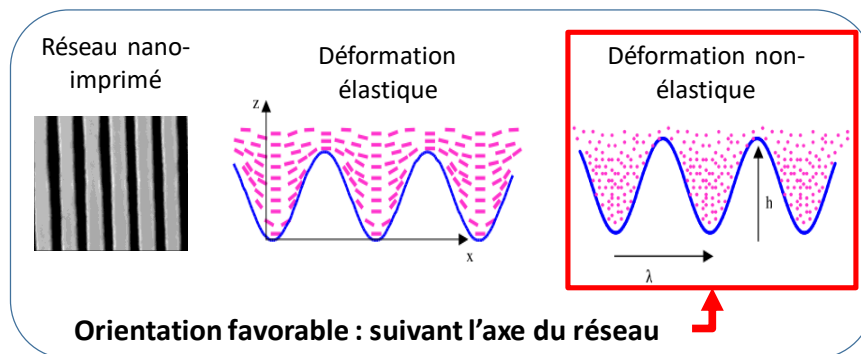


Figure II-11 : Principe de fonctionnement de l'ancrage de CL par un réseau nanostructuré

C'est cette dernière voie que nous avons exploitée dans le cadre de ces travaux, car elle est compatible avec la réalisation de microcellules sur des composants de taille micrométrique sur composants à commande électrique. Nous avons développé successivement deux types de réseaux d'ancrage de périodes différentes (correspondant aux deux longueurs d'onde de

travail visées) qui garantissent un ancrage uniforme, reproductible et sans pertes. Nous verrons que la méthode de fabrication choisie permet de minimiser les contraintes appliquées, ce qui évite le risque de casser l'échantillon sur lequel le réseau est fabriqué (substrat InP ou GaAs).

### 2.3. Fabrication de réseaux d'alignement nano-imprimés sur grandes surfaces

Nous avons vu que pour des échantillons fragiles et/ou avec du relief et/ou à injection électrique, la meilleure solution pour garantir l'ancrage des CL réside dans l'utilisation d'un réseau nanostructuré. Pour ce faire, nous avons conçu et fabriqué un moule en silicium comportant un tel réseau pour pouvoir le transférer par nanoimpression dans de la résine SU-8 déposée sur le substrat. Cette résine photosensible a un indice de réfraction de  $\sim 1,58$  à 850 nm et n'est pas absorbante pour les longueurs d'onde d'intérêt de ces travaux. Nous allons maintenant détailler le principe de la nanoimpression, ses avantages et les différentes manières de l'utiliser.

### 2.4. Technique d'UV-NIL

La nanoimpression est une méthode de réplique qui permet de dupliquer des motifs dans un matériau polymère avec des résolutions nanométriques, de manière rapide et sur de grandes surfaces ( $> 2 \times 2 \text{ cm}^2$ ). Contrairement aux méthodes de lithographie classiques, qui permettent de définir un motif grâce à un contraste chimique, la nanoimpression permet de définir les motifs avec un contraste topologique. Ainsi, les masques de la lithographie classique sont remplacés par des moules. Il existe différentes méthodes de nanoimpression.

Nous présentons ici la nanoimpression thermique (T-NIL pour Thermal NanoImprint Lithography) ou thermique assistée par ultraviolet ou UV-NIL (Ultra-Violet NanoImprint Lithography). La résolution de cette méthode est limitée principalement par la résolution du moule mère. Ces moules sont généralement réalisés dans un substrat en semi-conducteur à l'aide d'une lithographie par projection ou d'une lithographie électronique suivant la résolution des motifs souhaités, suivie d'une gravure.

Cette technique fut d'abord proposée par Chou *et al.* en 1995 [88]. Dans un premier temps, cette méthode n'utilisait que la pression et la température pour transférer les motifs. La Figure II-12 présente le principe de la nanoimpression thermique sans UV. La première étape consiste à chauffer le substrat avec la résine à structurer au-delà de la température de la transition vitreuse ( $T_g$ ) et ainsi la rendre déformable. Le moule de nanoimpression est alors mis en contact avec la résine en maintenant la température supérieure à  $T_g$ , et tout en appliquant une forte pression. Dans un troisième temps, on diminue la température de telle sorte que  $T < T_g$  et on retire le moule de la résine (Figure II-12).

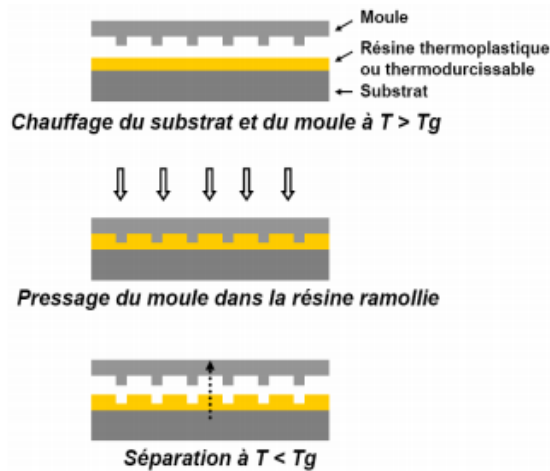


Figure II-12 : Principe de fonctionnement de la nanoimpression thermique (T-NIL)

Cette méthode permet d'avoir une reproduction de motifs de taille nanométrique de manière très rapide. Cependant, il faut appliquer de grandes pressions (allant jusqu'à 31,5 bar dans notre cas), ce qui peut rendre son utilisation délicate suivant la méthode d'application de la pression sur des substrats fragiles comme les III-V.

L'ajout des UV durant le process de transfert ne change pas le principe de fonctionnement mais permet de réticuler de la résine et de travailler avec des températures et des pressions plus faibles. Ainsi, la méthode UV-NIL est une méthode qui permet de réduire à la fois la pression (entre 0,7 et 14 bar dans notre cas) et la température de travail, et ainsi limiter le risque de casse des échantillons. Dans le cas de l'UV-NIL, il est nécessaire de disposer d'un moule transparent aux UV pour permettre l'insolation de la résine.

Cette technique fut pour la première fois décrite en 1996 par Philips [89]. Sur la Figure II-13, on peut voir un schéma représentant les différentes étapes de duplication d'un motif à partir d'un moule dans de la résine photosensible. Dans le cas de l'UV-NIL, on utilise des résines beaucoup plus fluides que dans le cas d'une nanoimpression thermique. Ici, on vient appliquer une pression plus faible sur le moule transparent aux UV en insolant la résine avec une dose d'UV suffisante et en chauffant pour la réticuler. Après l'insolation et la réticulation, on retire le moule et grâce à la réticulation de la résine, on retrouve exactement la même structuration à la surface de celle-ci.

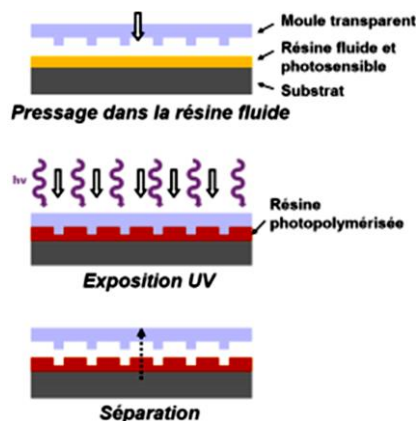


Figure II-13 : Principe de fonctionnement de l'UV-NIL

La seule contrainte liée à l'utilisation d'UV pendant le transfert et la nécessité d'avoir un moule transparent. Il est donc nécessaire de transférer les motifs du moule mère en silicium non transparent dans un matériau transparent. Dans notre cas, nous utilisons un film thermodéformable (Zeonor®) transparent et souple. Cette dernière caractéristique permet d'éviter les problèmes liés à la fragilité du substrat et de pouvoir être ensuite utilisé sur un substrat présentant un relief. Cette variante est appelée nanoimpression douce (ou soft-NIL).

Durant ces travaux, toutes les nanoimpressions ont été réalisées avec un équipement spécifique (NX-2500-Nanonex (Figure II-14)) qui utilise un système d'application de la pression via deux membranes souples transparentes comprimées par du gaz. Cette méthode d'application de la pression est particulièrement douce et s'avère bien adaptée aux substrats III-V fragiles et aux substrats avec relief [90].

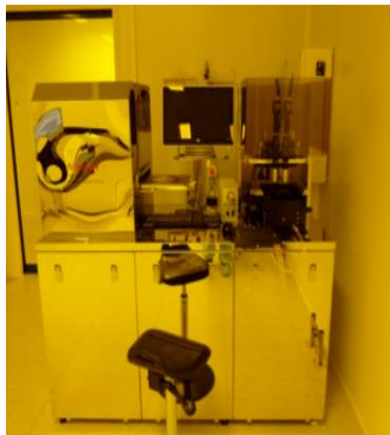


Figure II-14 : Image de l'équipement NIL (NX-2500 Nanonex)

Ainsi, grâce à l'utilisation de cette machine et à la réplique de moules mères dans des moules souples en Zeonor, nous avons mis au point un procédé de fabrication qui permet la réplique de motifs nanométriques sur de grandes surfaces et sur différents substrats sans risque de les casser. Nous allons maintenant détailler la méthode de réalisation des deux moules en silicium servant de moules mère.

#### Fabrication du moule pour le réseau compatible avec un fonctionnement à 1,55 $\mu\text{m}$

Pour les composants fonctionnant à une longueur d'onde de 1,55  $\mu\text{m}$ , nous avons fabriqué un moule avec un réseau d'alignement de période de 780 nm. Pour réaliser ce moule, nous avons utilisé la technique de la lithographie par projection (ou stepper). La lithographie par projection utilise une source UV classique couplée à un système optique qui permet de venir réduire par un facteur 5 la taille des motifs par un jeu de lentilles. Sur la Figure II-15, on peut voir le schéma de principe de fonctionnement de cette technique avec une réduction de l'image lors du passage dans un jeu de différentes lentilles ce qui permet de passer d'une résolution de 1  $\mu\text{m}$  à une résolution de 350 nm. Cette largeur de ligne est donc compatible avec la dimension du réseau à rapport cyclique de 50% que nous souhaitons réaliser (période de 780 nm).

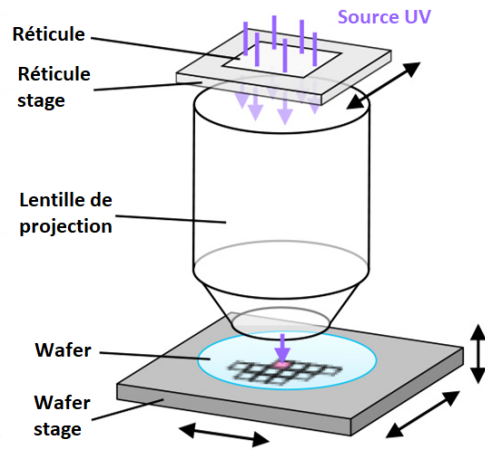


Figure II-15 : Photo et schéma de principe d'un stepper (lithographie par projection) utilisé pour fabriquer le moule de période de 780 nm

La réalisation d'un tel moule avec ces résolutions (proches de la résolution maximale atteignable) nécessite néanmoins de disposer d'un procédé d'enduction, d'insolation et de développement parfaitement optimisé. Le moule mère est réalisé sur un wafer 6 pouces en silicium. En effet nous avons besoin d'un réseau sur une large surface (4 cm<sup>2</sup>) pour pouvoir ensuite le répliquer sur toute la surface de nos échantillons. Les paramètres sur lesquels jouer pour atteindre cette résolution de 350 nm sur un tel équipement sont nombreux. Pour limiter les variations sur le procédé mis en place, nous avons utilisé une machine automatique EVG® 120 (Figure II-16) qui nous permet de faire l'enduction, le recuit, le PEB (Post Exposure Bake) et le développement de manière reproductible.

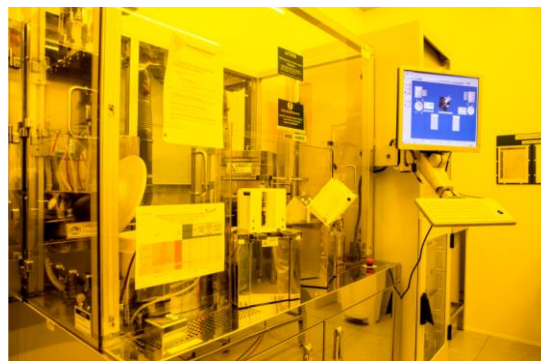


Figure II-16 : Photo de l'EVG 120 qui permet l'enduction, le recuit et le développement de résine pour atteindre des résolutions de 350 nm

Les paramètres des dimensions critiques ayant déjà été déterminés avant cette étude, nous nous sommes concentrés sur l'optimisation des paramètres d'insolation. Pour que le transfert des motifs par nanoimpression soit le plus fidèle possible par rapport au moule, il faut que les flancs du moule soient les plus verticaux possible. Ceci nous a conduits à devoir optimiser à la fois la dose et la position du focus Z. Grâce à ces optimisations, nous avons pu obtenir des motifs de résine correspondant à nos objectifs en termes de période et de topologie (inclinaison des flancs et profondeur). Une fois cette étape de photolithographie terminée, le réseau est transféré depuis la résine dans le silicium par une gravure physique par ICP-RIE. La caractérisation du moule est réalisée par microscope électronique à balayage (MEB) (Figure II-17 (a)) et par microscope à force atomique (AFM) Figure II-17 (b). Le moule mère réalisé a

bien une période de 780 nm et présente des flancs verticaux, ce qui est nécessaire pour le transfert ultérieur des motifs par nanoimpression et pour l'ancrage final des CL. La profondeur du réseau n'est pas un paramètre critique dans l'ancrage, dans notre cas, elle est d'environ 70 nm. Après transfert dans le moule Zéonor souple, les motifs sont répliqués dans une couche de SU-8 de 500 nm. Comme on peut voir sur la Figure II-18, on retrouve bien les motifs du moule mère avec une période de 780 nm et une profondeur de 73 nm.

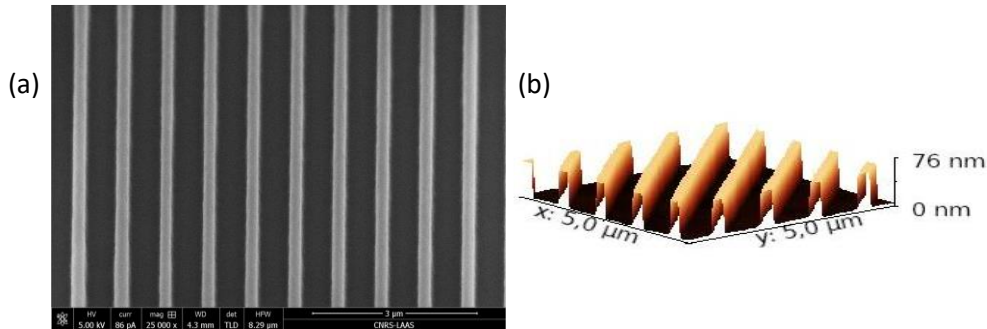


Figure II-17 : (a) Image MEB et (b) AFM de la caractérisation du moule mère de 780 nm de période après gravure du silicium



Figure II-18 : Image AFM de la surface du réseau d'alignement de 780 nm de période après impression dans de la SU-8 avec le moule souple intermédiaire.

### Fabrication du moule pour le réseau compatible avec un fonctionnement à 850 nm

Pour les composants fonctionnant à une longueur d'onde plus courte, comme 850 nm, le réseau d'ancrage de 780 nm de période ne peut pas être utilisé à cause des effets de diffraction. Nous avons dû utiliser un nouveau réseau d'ancrage avec une période plus faible (soit 250 nm, car nous visions au départ une réalisation du réseau sur le semi-conducteur III-V, d'indice élevé). Nous n'avons pas en interne les ressources nécessaires pour réaliser ce moule sur une grande surface. La seule méthode disponible au LAAS-CNRS permettant d'atteindre cette résolution est la lithographie électronique. Les temps d'écriture sur une surface de plusieurs cm<sup>2</sup> sont beaucoup trop longs pour garantir une bonne périodicité et pour ne pas avoir de problème de raccord de champ (~ 48 h pour seulement 1 cm<sup>2</sup>).

C'est pourquoi nous avons eu recours à un fournisseur extérieur, Eulitha, qui a mis au point une méthode de photolithographie optique non conventionnelle (Phable™) capable de fabriquer des réseaux avec des périodes de 200 nm sur de grandes surfaces (wafer 4 pouces de silicium). Après réception et nettoyage du moule, nous l'avons caractérisé au MEB et à l'AFM pour vérifier sa conformité en termes de topologie et de période (cf. Figure II-19).

Étant donné que c'était la première fois que nous travaillions sur un réseau avec une période aussi petite, nous avons également procédé à des tests de réplification afin de s'assurer de nos capacités à transférer un tel motif. En appliquant des paramètres standards pour le transfert du réseau dans le Zeonor® nous avons obtenu à nouveau un transfert conforme au moule mère



(Figure II-20) avec une période de  $200 \pm 10$  nm et une profondeur de  $50 \pm 5$  nm. Après transfert dans le moule Zéonor souple, les motifs sont répliqués dans une couche de SU-8 de 500 nm. Comme on peut voir sur la Figure II-21, on retrouve bien les motifs du moule mère avec une période de 200 nm et une profondeur de 54 nm. Avant de présenter le procédé générique à base de ces réseaux que nous avons développé, nous allons décrire la procédure de remplissage des microcellules.

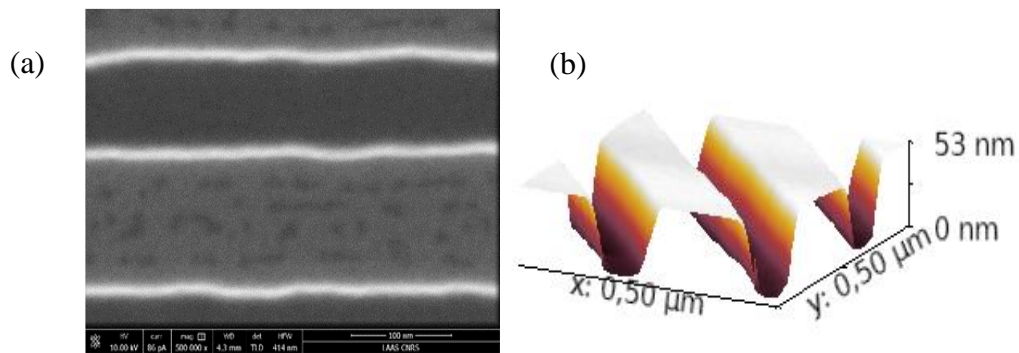


Figure II-19 : Image MEB (a) et AFM (b) de la caractérisation du moule d'ancrage en silicium de 200 nm de période après nettoyage

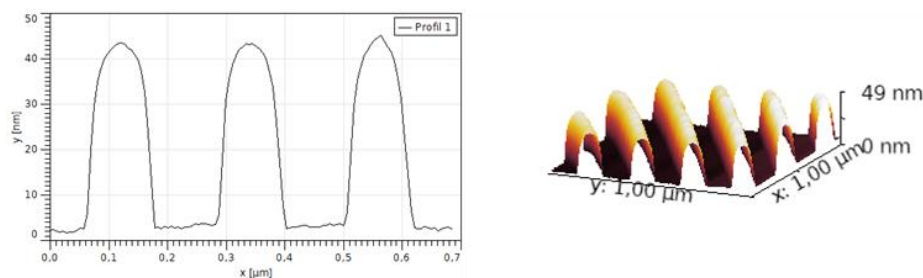


Figure II-20 : Images AFM du moule de 200 nm de période dans répliqué dans du Zeonor

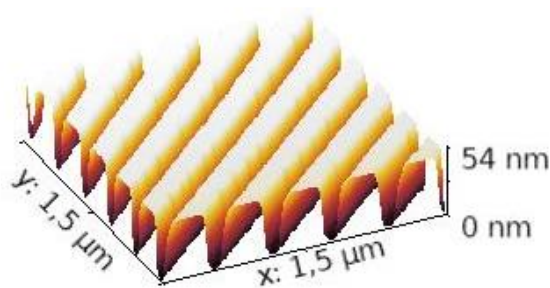


Figure II-21 : Image AFM du réseau d'alignement de 200 nm de période après impression dans de la SU-8 avec le moule souple intermédiaire

## 2.5. Remplissage des cellules à CL

### i. Techniques possibles

Le remplissage des cellules de CL peut être réalisé par différentes méthodes. Cette étape est cruciale, car elle peut générer des défauts d'ancrage des CL et altérer les propriétés optiques du composant. Cette étape doit être réalisée à une température supérieure à la  $T_c$  des CL pour

qu'il n'y ait pas de pré-orientation des molécules et que l'orientation des CL soit uniforme. Une première méthode consiste à faire un remplissage par capillarité. On fait en sorte qu'après le scellement de la cellule, des ouvertures soient laissées de part et d'autre de la cellule et on introduit le CL par capillarité. Ce processus de remplissage peut s'avérer très lent et n'est pas adapté à nos cellules de dimensions réduites, car les CL pénètrent difficilement sur de grandes distances (~1 cm). Nos premiers tests réalisés sur plaque chauffante n'ont pas été concluants, malgré l'utilisation d'une aspiration par l'ouverture opposée pour augmenter la vitesse de remplissage. Il est préférable d'utiliser un remplissage par capillarité dans une étude sous vide (Figure II-22).

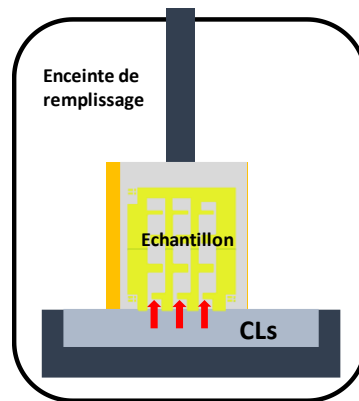


Figure II-22 : Schéma du principe de fonctionnement du remplissage par capillarité sous vide

Une technique alternative repose sur un remplissage par pression différentielle. La cellule reste ouverte uniquement sur un de ses côtés et l'échantillon est placé dans une enceinte sous vide. Une fois le vide réalisé dans l'enceinte, l'entrée de l'échantillon est plongée dans les CL puis la pression est rétablie dans l'enceinte. Cette pression fait remonter les CL à l'intérieur de la cellule. Cette méthode est plus rapide que le remplissage par capillarité et elle permet d'avoir un remplissage plus uniforme des CL sur de plus grandes surfaces.

#### Mise en place d'une technique de remplissage différentiel sous vide

Pour remplir nos microcellules, nous avons mis au point une méthode de remplissage basée sur le principe de pression différentielle sous vide (Figure II-23). On place l'échantillon sur un support au-dessus d'un bac contenant les CL dans une enceinte qui est pompée pour atteindre un vide primaire. L'enceinte est chauffée pour se placer au-dessus de la température de clarification ( $T_C$ ) du CL, puis à l'aide d'un système mécanique, manuel ou électrique, le porte-échantillon est translaté verticalement pour immerger l'entrée des cellules dans le bac à CL. Une fois l'entrée des microcellules plongée dans le réservoir à CL, la chambre est ramenée à la pression atmosphérique et grâce au principe de pression différentielle, les CL remontent rapidement dans les microcellules. Cette méthode permet un remplissage sur plusieurs centimètres des cellules sans risques de piéger des bulles d'air. Nous allons maintenant détailler les deux systèmes de remplissage successifs développés durant ces travaux de thèse.

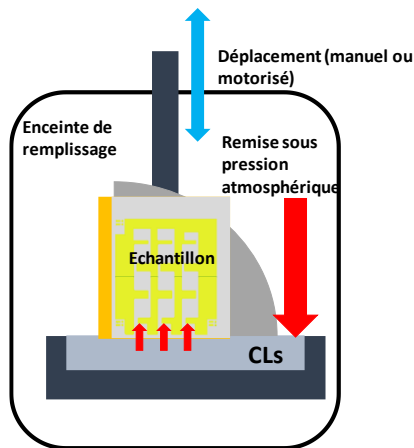


Figure II-23 : Schéma de principe du fonctionnement du remplissage différentiel sous vide

### Système de cloche à vide

Le premier système de remplissage que nous avons utilisé consiste en une simple cloche à vide connectée à une pompe à palette capable d'atteindre un vide de 0,2 mbar (Figure II-24 (a)). Une lampe halogène permet de chauffer les CL et les cellules à travers les parois pour que l'ensemble soit au-dessus de la température de clarification. Un réservoir pour CL est placé à la verticale du support porte-échantillon. Celui-ci est solidaire d'une tige que l'on utilise pour déplacer manuellement l'échantillon vers le réservoir une fois un vide suffisant atteint (Figure II-24 (b)). Deux thermocouples en contact avec l'échantillon et le réservoir de CL permettent de mesurer leur température.

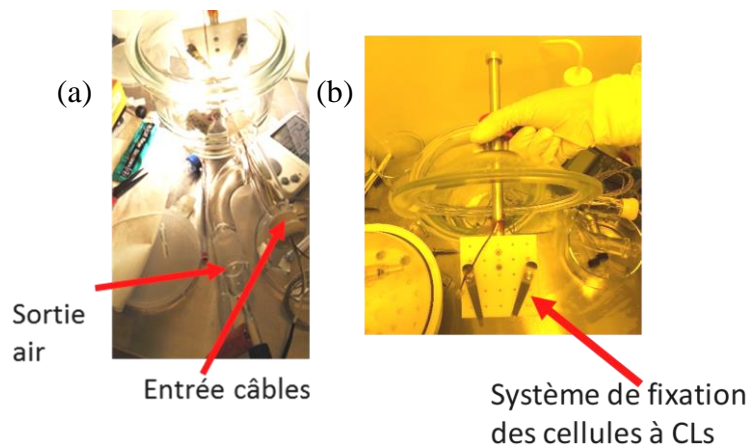


Figure II-24 : Photo du premier dispositif de remplissage à vide sous cloche

Ce dispositif est relativement complexe à cause de la nécessité de laisser passer les câbles servant au chauffage et à la mesure de la température, tout en assurant une bonne étanchéité. De plus, la gestion de la température est particulièrement difficile à réaliser. Or la température doit absolument être supérieure à la température de clarification lors du remplissage, sans quoi les CL gardent leur arrangement sur de faibles distances, ce qui crée des domaines qui perdurent après remplissage. Pour valider ce système de remplissage, nous avons commencé par remplir des microcellules de test fabriquées entre deux morceaux de verre avec un réseau nano-imprimé sur une des deux faces et réalisé des observations microscopiques de l'alignement. Puis nous

avons réitéré le test avec deux morceaux de verre avec ITO pour pouvoir piloter les CL en tension. Malheureusement, cette première méthode de remplissage ne s'est pas avérée optimale car nous ne pouvions ni mesurer la pression ni la température à l'intérieur de l'enceinte. De plus la manipulation de l'échantillon se fait manuellement par le biais d'une tige métallique et il n'est pas possible de dépasser 90/100 °C ce qui nous limite dans le choix des CL.

Malgré tout, ce dispositif a permis de réaliser nos premiers remplissages, mais de façon peu reproductible, tout en limitant le choix des CL que l'on peut utiliser. C'est pourquoi nous avons abandonné ce dispositif au cours de la thèse au profit d'une étuve à vide contrôlée capable de monter jusqu'à 200 °C.

### Étuve à vide et porte-échantillon motorisé

Pour pouvoir utiliser des CL de biréfringences variées, nous avons besoin de monter plus haut en température, car la température de clarification de certains CL peut parfois dépasser 150 °C, ce qui est incompatible avec les performances de la cloche sous vide et de chauffage par lampe halogène préalablement utilisés. Nous avons donc acquis une étuve à vide VT 6060 M de Thermo Scientific. Elle garantit une bonne étanchéité au vide et son système de chauffe par parois chauffantes permet un contrôle plus fin de la température de l'enceinte (précision à 1 °C). De plus, le chauffage par convection garantit une température identique pour le réservoir à CL et le porte-échantillon. Sur la Figure II-25, on peut voir cette étuve dédiée au remplissage ainsi que le dispositif de trempage motorisé par un petit moteur NEMA 17 développé par l'IMT Atlantique. L'étuve est équipée d'un passe-cloison à l'arrière, ce qui permet de faire passer tous les câbles d'alimentation sans aucune perte au niveau du vide.

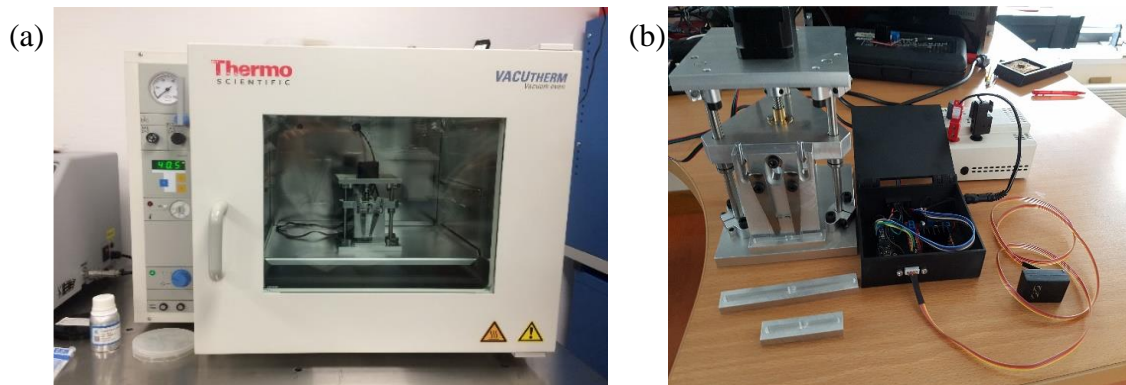


Figure II-25 (a) Image de l'étuve à vide de remplissage et (b) dispositif de déplacement motorisé

La procédure de remplissage est légèrement différente de la précédente. Comme le chauffage vient des parois, on ne fait pas le vide avant, sans quoi la montée en température est extrêmement lente. Le réglage de la température est réalisé simplement à l'aide d'un afficheur numérique comme pour un four traditionnel. Une fois l'enceinte à la température visée, l'ouverture d'une vanne permet à une pompe à palettes d'atteindre des pressions limites proches de  $\sim 10^{-5}$  bar, comparable à celle de l'ancien système, mais cette étuve-ci dispose d'un manomètre qui permet de suivre en temps réel la pression à l'intérieur de l'étuve.

Nous allons maintenant présenter l'étude comparative des deux dispositifs qui a permis de valider l'utilisation de cette étuve dédiée au remplissage des CL.

## Comparaison des deux systèmes de remplissage

Nous avons comparé les observations au microscope optique polarisé obtenues avec les deux systèmes de remplissage sous vide, en fabriquant les mêmes cellules tests de géométrie identique, avec un réseau d'ancrage de 780 nm de période et remplies par le CL E7 qui a une température de clarification assez faible ( $T_C \approx 70 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Dans les deux cas, on note l'absence de bulles à l'intérieur de la cellule, mais on voit bien que pour le système avec la cloche à vide (Figure II-26 (a)) plusieurs couleurs apparaissent et traduisent la dispersion d'indice liée à une inhomogénéité dans l'orientation des CL. Comme attendu, la couleur, et donc l'orientation des CL, est plus uniforme en utilisant l'étuve à vide que la cloche à vide (Figure II-26 (b)).

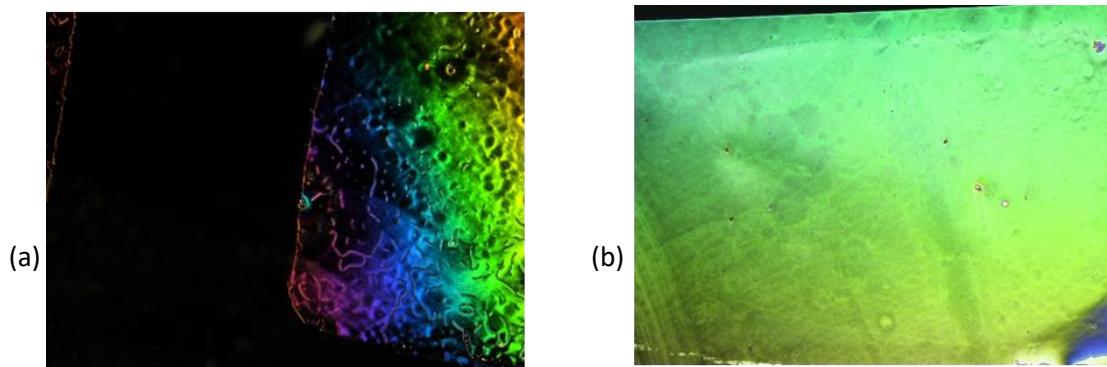


Figure II-26 : Vue au microscope polarisé de cellules remplies dans la cloche(a) dans l'étuve à (b)

Suite à ces différentes mises au point expérimentales, nous avons pu concevoir un procédé de fabrication complet avec deux types d'espaceurs différents et nous allons maintenant en résumer les étapes.

### 3. Procédé générique de fabrication de microcellules à CL à espaceurs polymères

#### 3.1. Premier procédé à base de DF-1005

##### i. Fabrication du réseau d'ancrage

Le réseau d'ancrage est fabriqué dans de la SU-8 (résine photosensible négative) déposée par spin-coating avec une épaisseur d'environ 500 nm (Figure II-27). Un recuit sur plaque chauffante de 5 min à  $95 \text{ }^\circ\text{C}$  est réalisé dans le but de bien évaporer les solvants présents dans la résine. Compte tenu de la très faible viscosité de cette résine pour cette épaisseur visée, l'enduction ne pose pas de problème d'uniformité même sur des échantillons clivés (photodiodes/VCSELs) ou même rectangulaires (filtres). Lors du dépôt de la résine SU-8, un accès à l'ITO est préservé pour permettre le pilotage en tension des CL.

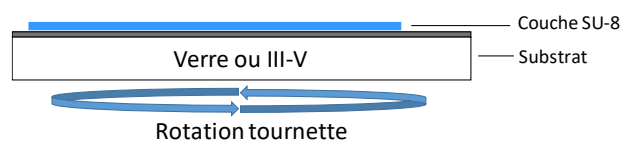


Figure II-27 : Enduction de SU-8 pour la réalisation de l'ancrage ou pour le scellement

L'exposition aux UV et le recuit du réseau d'ancrage sont réalisés durant l'étape de nanoimpression ou T-UV-NIL au travers du moule souple transparent (Figure II-28).

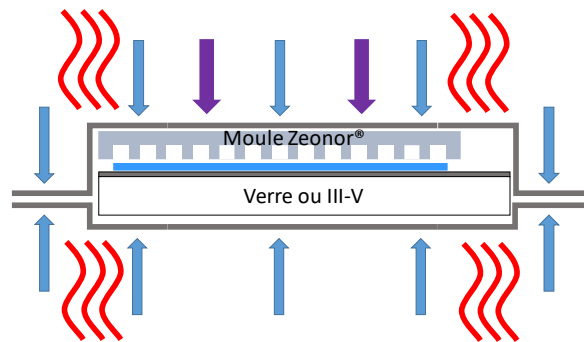


Figure II-28 : Schéma de la nanoimpression Soft-T-UV-NIL du réseau d'ancrage

### Définition des murs en films DF-1005

L'étape suivante consiste à déposer le film sec DF-1005 par transfert thermique doux dans l'équipement de nanoimpression avec une température de 50 °C et sous pression (Figure II-29). Une fois le liner de protection supérieur enlevé, le film DF est exposé aux UV au travers d'un masque comme n'importe quelle résine négative classique. Le masque utilisé pour la fabrication des microcellules permet de définir 9 microcellules par quart de wafer de 2 pouces. Ce masque a été conçu pour être compatible avec la fabrication de filtres accordables, de photodiodes accordables et de VCSELs accordables. La Figure II-30 représente le masque de photolithographie des microcellules à CL avec, à sa base, une sortie qui reste libre pour permettre le remplissage des CL par vide différentiel. La dimension des microcellules (2,8x2,8 mm<sup>2</sup>) permet de correspondre au cahier des charges du projet DOCT-VCSEL présenté dans le chapitre 1.

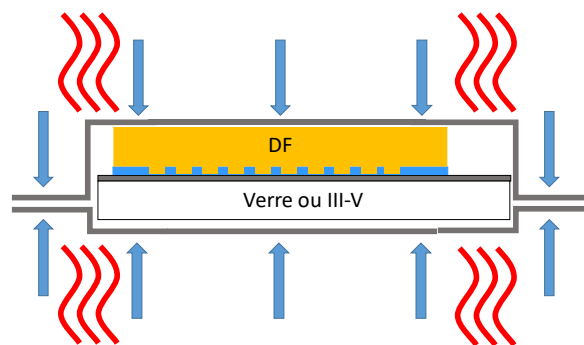


Figure II-29 : Schéma du transfert thermique par nanoimpression T-NIL d'un film DF sur le substrat

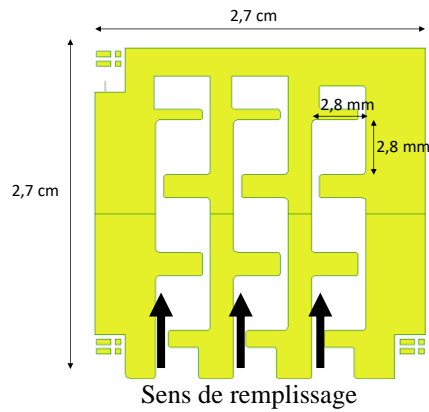


Figure II-30 : Niveau de photolithographie des motifs espaceurs DF définissant les cellules à CL sur un quart de 2 pouces

### Capotage des cellules

Après avoir défini les motifs des microcellules dans le DF par photolithographie, on capote la structure avec un échantillon de verre + ITO comportant un miroir DBR diélectrique. Après enduction d'une couche de SU-8 de 500 nm sur le capot, les deux parties fabriquées en parallèle sont scellées par thermocompression associée à une exposition UV, toujours dans l'équipement de nanoimpression (Figure II-31).

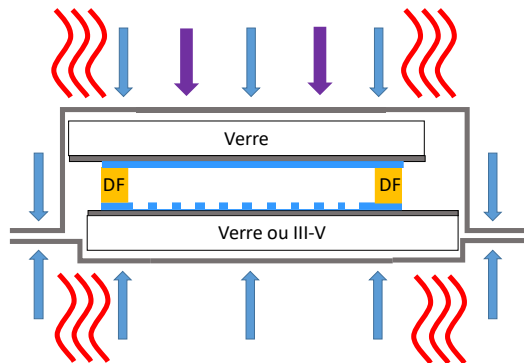


Figure II-31 : Schéma du scellement du capot supérieur par nanoimpression T-UV-NIL avec une couche de colle en SU-8

Le procédé complet est récapitulé sur la Figure II-32 avec lequel nous avons fabriqué des filtres accordables à CL de haute finesse à 1,55  $\mu\text{m}$ .

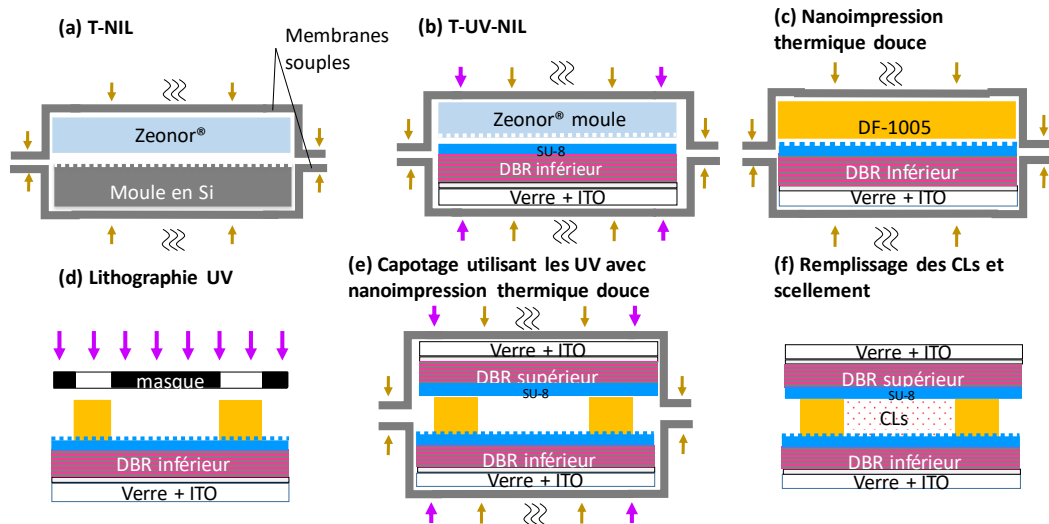


Figure II-32 : Étapes du procédé complet de fabrication d'un filtre accordable avec du DF-1005 (travaux réalisés avec B. Sadani)

### 3.2. Application à la réalisation d'un filtre à 1,55 $\mu\text{m}$

Les premiers filtres utilisant ce procédé ont été réalisés à  $\lambda=1,55 \mu\text{m}$  car à cette longueur d'onde, les contraintes dimensionnelles sont moindres qu'à 850 nm. En effet la période du réseau d'alignement utilisé est de 780 nm et nous avons donc pu le réaliser en interne. Ce premier filtre accordable à CL à espaceurs DF est composé de deux miroirs DBRs diélectriques ( $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ ) de 8 périodes, avec une réflectivité de  $\sim 99,5 \%$  déposés sur des substrats de silice fondue par le C2N, partenaire du projet HYPOCAMP (cf. chapitre 1). Les substrats de  $40 \times 40 \text{ mm}^2$  comportent une couche ITO de 23 nm en face avant (pour assurer une transmission supérieure à 90 % à 1,55  $\mu\text{m}$ ) et une couche diélectrique antireflet à 1,55  $\mu\text{m}$  en face arrière (Figure II-33).

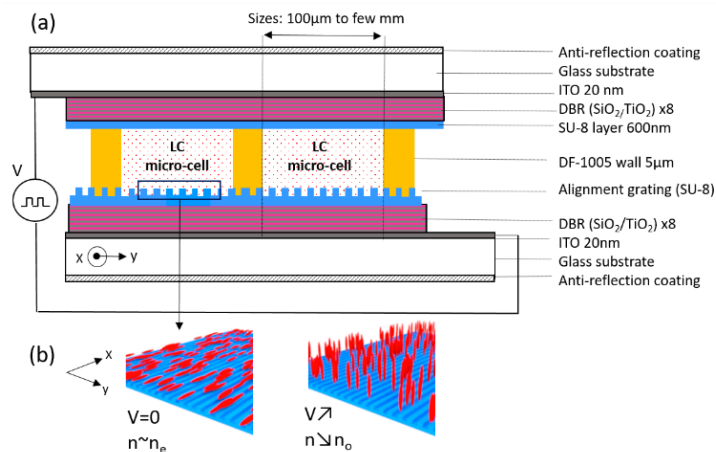


Figure II-33 : Description du filtre accordable à base de DF-1005

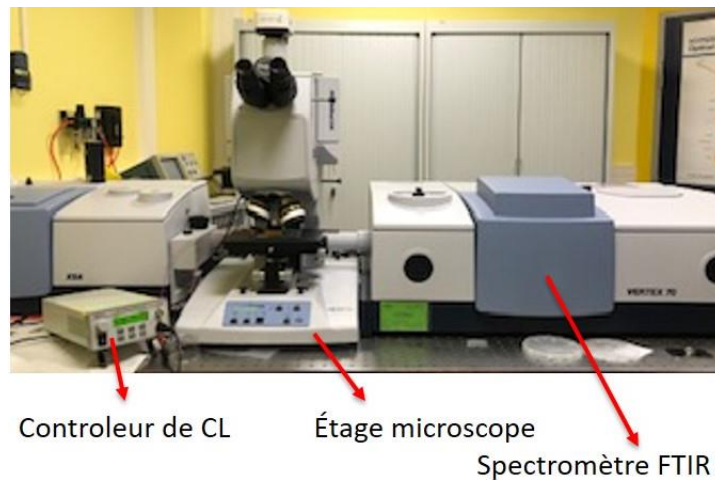
La caractérisation des filtres a d'abord été réalisée au LAAS avec un spectromètre infra rouge à transformée de Fourier (FTIR) équipé d'un étage microscope (Vertex 70 / Bruker) pour déterminer le spectre en réflexion localisé sur une large gamme spectrale, puis au C2N pour la mesure précise de la finesse des filtres.



i. Spectres de réflectivité localisées sous tension

Le spectre en réflexion du filtre après remplissage avec du E7 a été mesuré au FTIR pour une tension allant de 0 à 18 V (spectres représentés sous la forme 1-R pour plus de clarté sur la Figure II-35). Nous avons utilisé pour ces mesures un objectif de faible ouverture numérique (NA=0,1) pour que l'angle d'analyse soit le plus faible possible, ainsi que des polariseurs croisés pour éliminer le mode ordinaire (Figure II-34).

Pour la commande électrooptique des CL, nous avons utilisé une alimentation dédiée, un Liquid Crystal Controller de chez Thorlabs (LCC25), qui permet d'appliquer un signal alternatif de tension carrée à une fréquence de 2 kHz pouvant aller jusqu'à +/-25 V d'amplitude via un scotch cuivré collé sur les bandes d'ITO libres.



*Figure II-34 : Microscope FTIR (Bruker Vertex 70) et contrôleur de CL utilisés pour la caractérisation*

L'ISL du filtre mesuré à 0 V autour de 1,55  $\mu\text{m}$  est de  $\sim 102$  nm, ce qui est conforme aux attentes. En prenant en compte la dispersion des différentes couches déterminées par ellipsométrie et une épaisseur de 5  $\mu\text{m}$  du CL E7, l'ISL pour chacune des polarisations calculé est en effet de 100 nm. Lorsque la tension est appliquée aux CL ( $V_{\text{CL}}$ ), on peut suivre le déplacement de la position du mode correspondant à l'indice extraordinaire du filtre. On constate sur la Figure II-35 que ce pic commence à se déplacer vers les longueurs d'onde plus courtes à partir d'un seuil de 3 V, pour atteindre une accordabilité maximale de 102 nm (limitée par l'ISL) pour une tension de 18 V. Ceci correspond à un  $\Delta\lambda/\lambda_0$  de 6,5 % (Figure II-35).

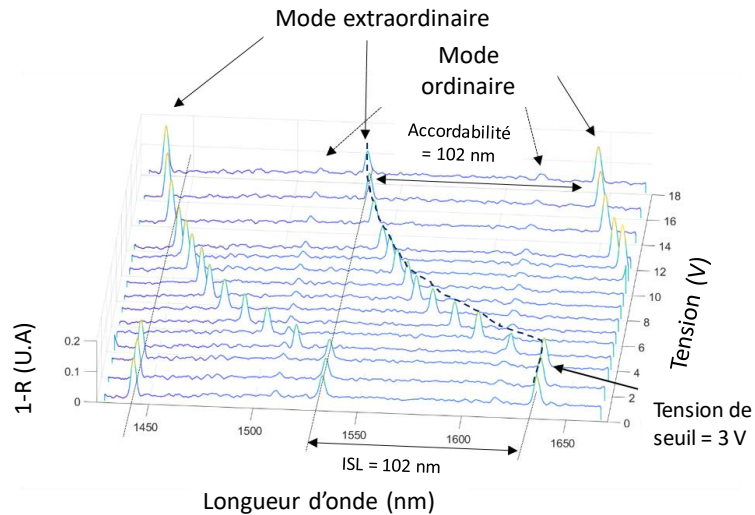


Figure II-35 : Mesure d'accordabilité au FTIR des pics de résonance d'un filtre accordable 1,55  $\mu\text{m}$  à espaceurs DF-1005

### Spectres de transmission

Suite à la démonstration de l'accordabilité du filtre, nous nous sommes assurés que la technologie mise en place n'induit pas de pertes significatives à l'intérieur de la cavité optique, ce qui serait rédhibitoire pour une utilisation dans un VCSEL.

L'ouverture numérique des objectifs disponibles en transmission sur notre microscope FTIR est trop élevée et ne permet pas de réaliser ce type de mesures. Elles ont donc été réalisées au C2N par S. Bouchoule. Le montage optique utilisé comporte une source SLED non polarisée fibrée de largeur spectrale d'environ 50 nm autour de 1,55  $\mu\text{m}$ . Cette source de lumière est collimatée, puis focalisée avec une optique adaptée permettant d'obtenir à la surface du filtre un spot quasi-parallèle, de diamètre d'environ 80  $\mu\text{m}$ . La lumière transmise par le filtre est ensuite collectée par un analyseur de spectre d'une résolution de 0,02 nm.

La Figure II-36 montre le spectre de transmission du filtre mesuré et comparé avec la simulation. La séparation spectrale des deux modes ordinaire et extraordinaire (correspondant aux indices ordinaire et extraordinaire) en absence de champ appliqué est de 23 nm et est également en bon accord avec la simulation (en prenant pour le mode ordinaire à 0 V,  $n_o = 1,507$  et  $n_e = 1,696$  pour le mode extraordinaire à 1,55  $\mu\text{m}$  [79]), soit une biréfringence de 0,189. Ceci nous confirme la bonne maîtrise de l'alignement planaire des CL. La largeur mesurée du pic à -3 dB est de  $\sim 0,5$  nm pour le mode ordinaire et de  $\sim 0,35$  nm pour le mode extraordinaire, ce qui est proche des valeurs prédites par la simulation. Ceci traduit des pertes très faibles et permet d'envisager la réalisation de lasers avec des couches à CL intracavité. En l'absence de pertes à l'intérieur de la cavité (par absorption ou par diffraction), les pertes résiduelles du filtre sont attribuées aux couches d'ITO à l'extérieur et sont estimées à  $\sim 1,4$  dB à 1,55  $\mu\text{m}$ .

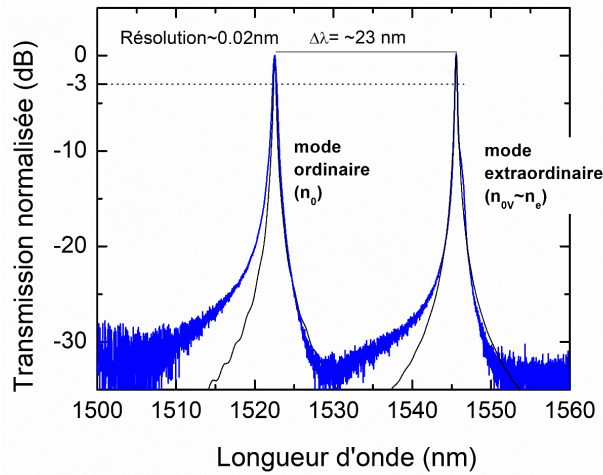


Figure II-36 : Spectres de transmission mesuré (en bleu) et simulé (en noir) à 0 V

Enfin, la variation maximale de la position spectrale des pics en fonction de la position sur l'échantillon (Figure II-37) a été estimée à 3% sur une longueur de 2 cm. La largeur à mi-hauteur reste quant à elle comprise entre 0,3 nm et 0,57 nm que ce soit à grande échelle ou à l'intérieur d'une cellule, ce qui témoigne de la bonne uniformité des cellules à base de DF [91].

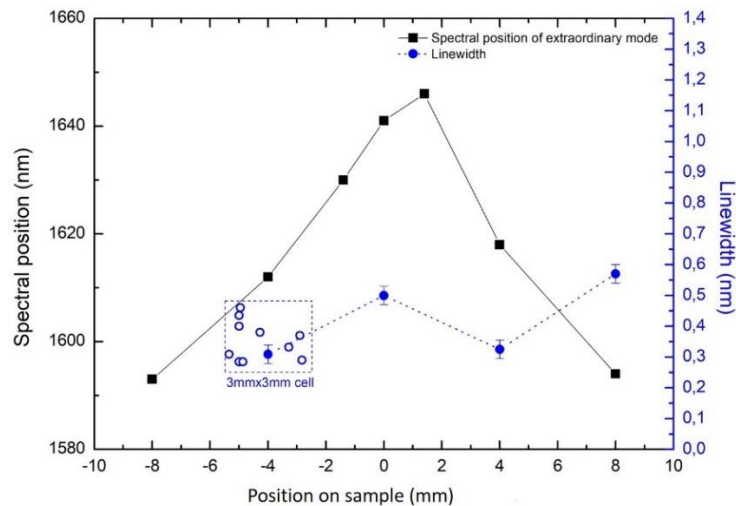


Figure II-37 : Variation de la position du mode extraordinaire en fonction de la position sur l'échantillon (en noir) et de la largeur à mi-hauteur du pic (en bleu) en fonction de la position sur l'échantillon et à l'intérieur d'une cellule.

### 3.3. Deuxième génération : procédé à base de résine Perminex

#### i. Motivations

Suite à la validation des premiers dispositifs utilisant le film de DF, nous avons décidé de changer de nature des espaceurs pour avoir un contrôle sur la hauteur de cavité et pouvoir ainsi ajuster l'ISL, ce qui n'était pas possible avec la première génération.

Nous avons donc développé dans la dernière partie de la thèse un second procédé utilisant une nouvelle résine négative, la Perminex 2005. Avec cette résine déposée par spin-coating, on peut ajuster la hauteur (entre 2 et 5  $\mu\text{m}$ ) de cavité en modifiant simplement les paramètres d'enduction. De plus, la Perminex est une résine spécifique qui possède des propriétés d'auto-

scellement sous pression à chaud. Il n'est donc plus nécessaire dans ce cas de rajouter une couche de collage en SU-8 pour réaliser l'assemblage des deux parties de la cavité sous pression à chaud et sous UV. En l'absence de couche de collage en SU-8, il devient possible de réaliser le réseau sur la surface d'un des capots et les espaceurs sur celle de l'autre, ce qui n'était pas possible auparavant. Ceci est particulièrement avantageux dans le cas de la réalisation sur composants fragiles et présentant du relief (photodiodes/VCSELs). En effet, il est plus favorable de réaliser le réseau d'ancrage sur une grande surface plane afin d'éviter la déformation du réseau sur des reliefs et donc la création de domaines pour les CL. On peut aussi noter que le collage aux UV n'étant plus nécessaire, on pourra appliquer la technologie à des miroirs non transparents dans l'UV.

La seule différence structurelle entre une microcellule à DF ou en Perminex est donc l'absence de la couche de SU-8 de collage, car nous conservons les mêmes masques de photolithographie. Par contre, on perd l'avantage d'uniformité des films secs. Nous avons donc optimisé l'étape de spin-coating de cette résine pour limiter ce problème.

### Optimisation du dépôt par spin coating

Cette étude a été rendue possible grâce à l'utilisation d'une tournette de dépôt comportant un capot fermé très proche de la surface de l'échantillon. Ceci limite l'évaporation des solvants présents dans la résine et permet d'atteindre des épaisseurs plus faibles et une meilleure uniformité de dépôt qu'avec un spin-coating classique, surtout pour des échantillons non circulaires.

Nous avons mis au point un plan d'expérience qui permet, en modifiant uniquement la vitesse de rotation lors du spin-coating, d'obtenir de manière reproductible les épaisseurs visées en fonction du composant optique visé. Nous avons en particulier déterminé, dans le cadre du stage IUT d'Elodie Galinier, les paramètres permettant d'atteindre une épaisseur comprise entre 2,5  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  sur un échantillon de 2 pouces avec une variation maximale de 0,4  $\mu\text{m}$  (Figure II-38).

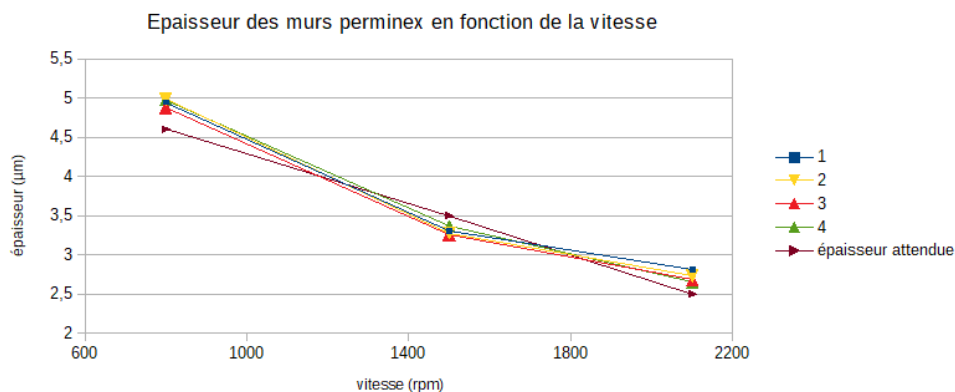


Figure II-38 : Variation de l'épaisseur de Perminex 2005 en fonction de la vitesse de rotation du dépôt pour 4 échantillons différents et comparaison avec l'épaisseur prédite par le plan d'expérience

Durant ce stage, nous avons également mesuré la dispersion de l'épaisseur de la résine déposée sur des échantillons de la taille de nos futurs composants. Ces tests ont été réalisés pour une vitesse de dépôt de 1500 rpm correspondant à l'épaisseur de Perminex visée pour la fabrication des VCSELs à 850 nm (Figure II-39).

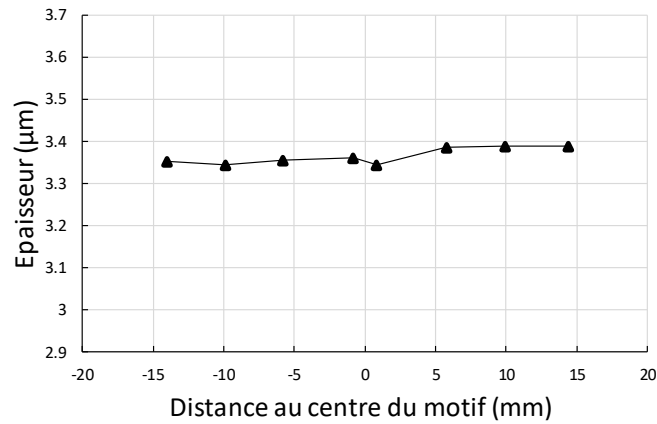


Figure II-39 : Variation de l'épaisseur de la Perminex pour un dépôt à 1500 rpm en fonction de la position sur un quart de wafer de 4 pouces

### Procédé complet

L'étape de fabrication du réseau ne diffère pas des microcellules utilisant le DF à la seule différence que le réseau est cette fois-ci fabriqué sur la face opposée aux murs polymères, ce qui permet d'avoir plus de liberté dans la fabrication de celui-ci. Le scellement thermique des microcellules est effectué ensuite sans UV mais avec une pression et une température plus élevées (150 °C contre 50 °C pour le scellement par colle SU-8) (Figure II-40).

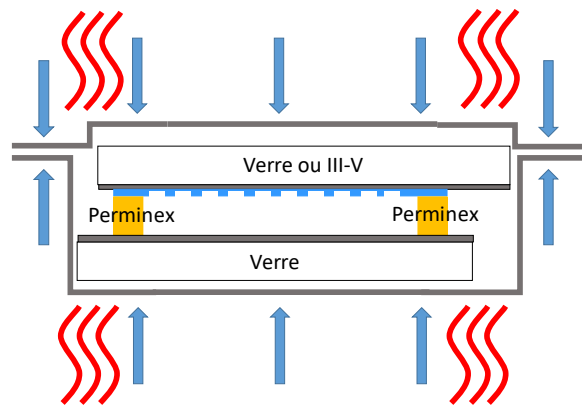


Figure II-40 : Schéma de principe de scellement par nanoimpression avec la Perminex

Le schéma complet du procédé de fabrication de microcellule à Perminex est décrit ci-dessous (Figure II-41).

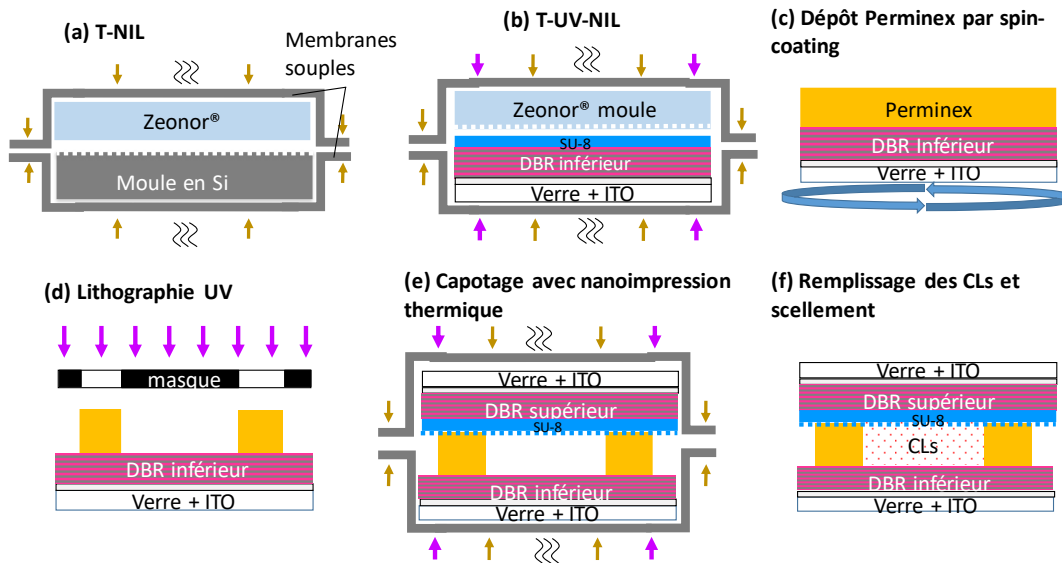


Figure II-41 : Étapes du procédé de fabrication d'un filtre accordable avec la Perminex

### 3.4. Application à la réalisation de filtres accordables

#### i. Filtre Perminex à 1,55 $\mu\text{m}$

Un premier filtre accordable à CL à 1,55  $\mu\text{m}$  a été réalisé avec une épaisseur de 2,5  $\mu\text{m}$  de Perminex. Les miroirs DBRs utilisés sont deux miroirs commerciaux (Optimask) de réflectivité plus faible, ( $R_{\text{max}}=99\%$  à 1,55  $\mu\text{m}$ ), utilisés en routine par l'IMT Atlantique pour réaliser des tests de macrocellules. Le substrat verre/ITO est de moindre qualité optique et il ne comporte pas de couche anti-reflet en face arrière. La Figure II-42 présente les spectres obtenus au FTIR (sans polariseurs). On distingue mieux les modes ordinaire et extraordinaire, car la finesse des pics est plus faible. Le spectre à 0 V montre un écart de 134 nm entre deux modes extraordinaires, ce qui correspond à une épaisseur de CL de  $\sim 2,7 \mu\text{m}$  (en supposant une couche de SU-8 de 600 nm pour le réseau). La variation maximale de l'ISL dans les 9 cellules de l'échantillon est de  $\pm 14 \text{ nm}$ .

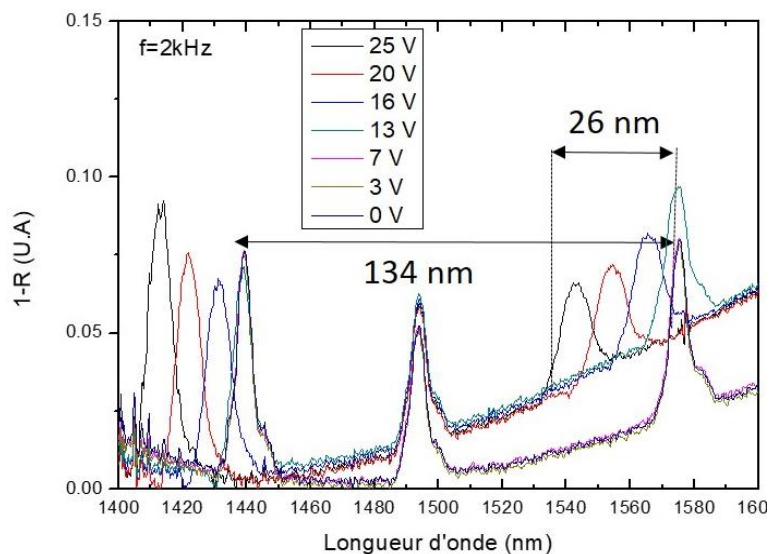


Figure II-42 : Spectres de réflectivité du filtre Perminex à 1,55  $\mu\text{m}$  pour une tension appliquée de 0 à 25 V à 2 kHz

Par contre, le pic extraordinaire ne commence à se déplacer que pour une tension supérieure à 13 V. L'accordabilité autour de 1,55  $\mu\text{m}$  maximale pour 25 V appliqués est de 26 nm seulement. Ceci semble lié à des difficultés de prise du contact sur l'ITO des miroirs. On a en effet une part non négligeable de la tension appliquée qui est perdue avant d'arriver aux bornes de la cellule à CL à piloter. Nous avons constaté que la tension de seuil d'activation des CL varie beaucoup en fonction de l'échantillon testé. On se retrouve parfois avec un contact de type Schottky, dont la non-linéarité varie en fonction de la qualité du collage du scotch cuivré utilisé pour la prise de contact.

Pour minimiser l'impact de cet éventuel contact Schottky à l'interface Scotch/ITO, nous avons augmenté la fréquence du signal carré de pilotage à 40 kHz à l'aide d'un GBF (limité en tension à 20 V), ce qui nous a permis de passer de 26 nm (pour 25 V à 2 kHz) à 38 nm (pour 20 V à 40 kHz) (Figure II-43). Même si l'on constate une amélioration de l'accordabilité du filtre et une légère réduction de la tension de seuil de 13 V à 10 V, cela n'est pas encore satisfaisant.

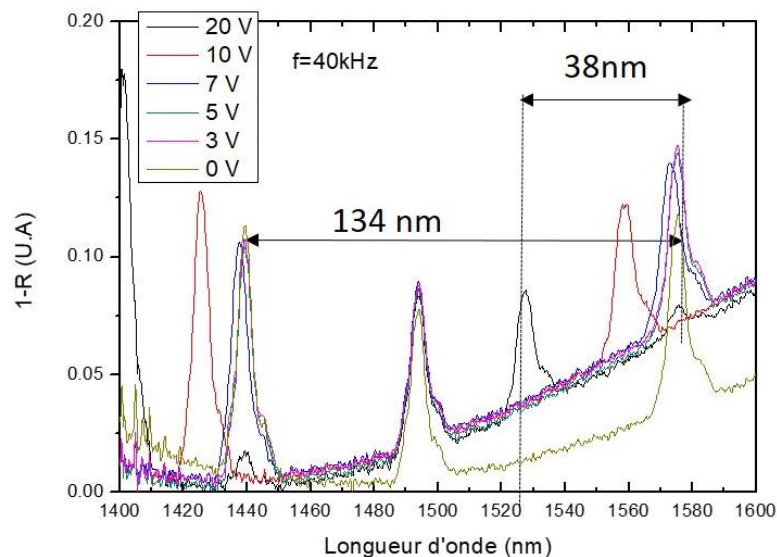


Figure II-43 : Spectres de réflectivité du filtre Perminex à 1,55  $\mu\text{m}$  pour une tension appliquée de 0 à 20 V à 40 kHz

Pour tenter de remédier à ce problème, nous avons procédé à un nettoyage renforcé des zones d'accès à la couche d'ITO avant collage du scotch de cuivre dessus et nous nous sommes procurés un nouveau scotch de Cuivre dédié à la prise de contact sur ITO de chez PGO®. C'est en effet cette interface (scotch/ITO) qui bride la qualité du contact, et après ces améliorations, nous avons pu retrouver une tension de seuil d'environ 3 V sur un nouveau filtre Perminex qui a ensuite été réalisé à 850 nm et dont nous allons présenter les caractéristiques.

## ii. Filtre Perminex à 850 nm

Nous avons réalisé un filtre accordable à 850 nm pour valider l'efficacité du réseau d'ancrage de 200 nm de période et pour préparer la réalisation des futurs VCSELs accordables du projet DOCT-VCSEL. Pour ce filtre à 850 nm, la société Optimask a réalisé les miroirs DBR diélectriques  $8x(\text{Ti}_3\text{O}_5/\text{SiO}_2)$  sur des substrats de verre avec une couche ITO de 45 nm (PGO®). La réflectivité de ces miroirs est garantie supérieure à 99,6% à  $850 \pm 50 \text{ nm}$ . Afin d'être compatible avec les futurs dispositifs VCSELs accordables à 850 nm et leurs reliefs de mesa, l'épaisseur de la résine Perminex a été fixée à environ 3,5  $\mu\text{m}$ , pour réaliser un compromis entre

l'ISL et l'accordabilité de la cavité et obtenir une épaisseur de CL finale de l'ordre de  $2,8 \mu\text{m}$  dans un VCSEL (voir chapitre 4).

Nous avons tout d'abord observé au microscope optique entre polariseurs croisés l'uniformité de l'ancrage et de l'orientation des CL en fonction de  $V_{CL}$  (Figure II-44). Ces observations permettent de qualifier rapidement la qualité du remplissage et de l'accordabilité et d'estimer la valeur de la tension de seuil. En vérifiant que la couleur est uniforme, on s'assure de l'homogénéité de l'épaisseur et de l'ancrage des CL, car les changements de couleur observés correspondent aux changements d'indice extraordinaire. Ces premières observations semblent confirmer l'effet bénéfique du réseau de  $200 \text{ nm}$  de période sur l'uniformité. En effet, l'ancrage des CL est censé être meilleur quand la période du réseau nanostructuré diminue [86].

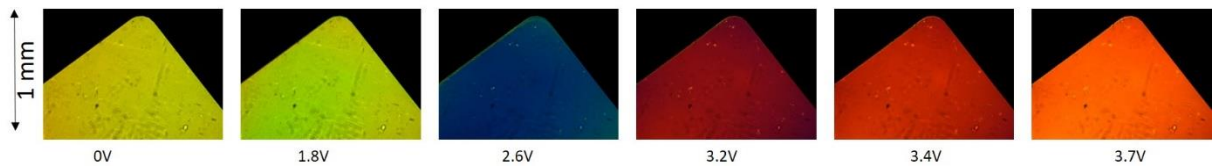


Figure II-44: Photos du filtre accordable à  $850 \text{ nm}$  au microscope entre polariseurs croisés en fonction de  $V_{CL}$

#### Mesures en réflexion (FTIR)

Nous avons ensuite mesuré et comparé les spectres de réflexion au FTIR avant et après le remplissage des cellules. Le bruit des mesures est malheureusement plus important à  $850 \text{ nm}$  qu'à  $1,55 \mu\text{m}$ , car le FTIR est moins adapté à ce domaine de longueur d'onde. De plus, l'absence de couche antireflet sur la face arrière de nos miroirs génère des interférences sur le signal. Malgré cela, on distingue bien les pics de résonance avant remplissage (Figure II-45) et l'apparition des pics ordinaire et extraordinaire après le remplissage (Figure II-46). L'ISL est  $38,7 \text{ nm}$  pour le filtre rempli, ce qui est en accord avec nos attentes. Cependant, il n'a pas été possible de suivre la variation du mode extraordinaire en fonction de la tension appliquée. À la suite de ces caractérisations, nous avons donc mis en place un banc optique complémentaire pour réaliser des mesures de transmission sur les filtres à  $850 \text{ nm}$ .

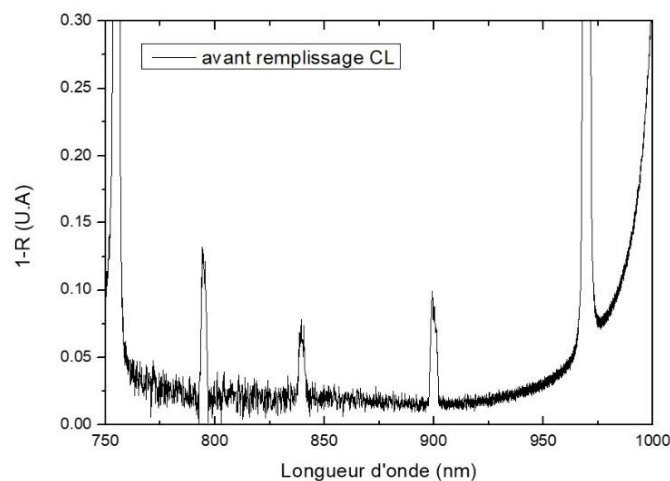


Figure II-45 : Spectre de réflectivité au FTIR sur un filtre Perminex à  $850 \text{ nm}$  vide



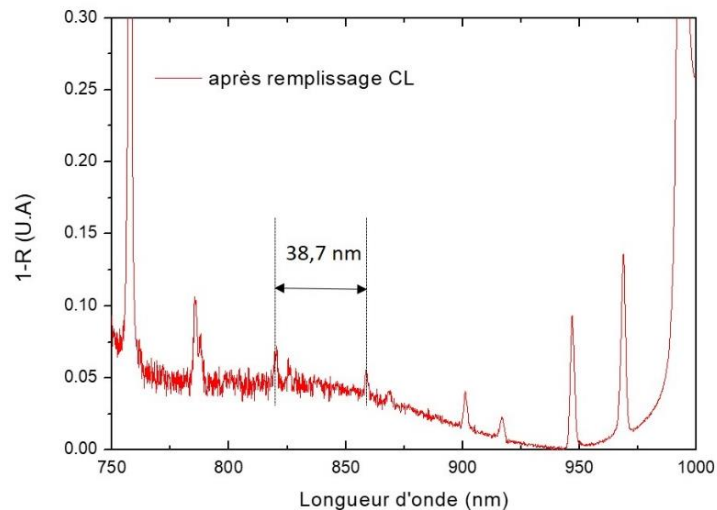


Figure II-46 : Spectre de réflectivité au FTIR sur un filtre Perminex à 850 nm après remplissage

#### Mesures par transmission localisée avec un laser accordable à 850 nm

Afin de réaliser des mesures en transmission, nous avons utilisé un laser accordable fonctionnant à 850 nm avec un  $\Delta\lambda_{\max}=70$  nm (Broadsweeper/Superlum) dont le faisceau est collimaté en sortie de fibre grâce à une lentille à gradient d'indice avant d'être focalisé vers la cellule de l'échantillon. Le faisceau transmis est collecté par un photodétecteur en silicium et à un amplificateur courant-tension relié à une détection synchrone (Figure II-47). Grâce à ce montage, on peut détecter le faisceau transmis par le filtre, mais nous n'avons pas un contrôle précis de la taille du spot. De plus, le pas minimal de variation de ce laser accordable est de 0,4 nm. Nous avons donc pu mesurer l'accord spectral sous tension, mais pas la valeur maximale des pics de transmission, ni leur finesse réelle.

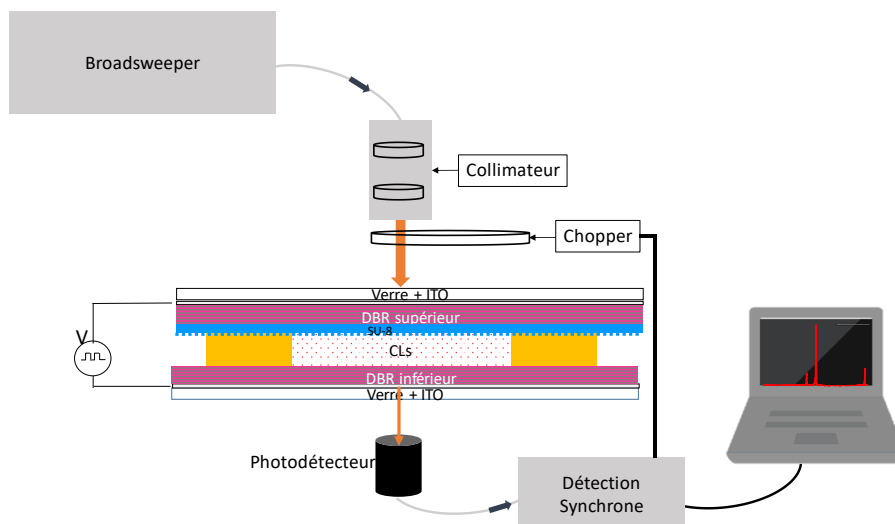


Figure II-47 : Schéma du banc de caractérisation optique de filtres à 850 nm en transmission

Ces mesures ont permis de vérifier la valeur de l'ISL et de mesurer l'accordabilité en relevant le spectre pour chaque tension appliquée. Les différents pics de transmission sont représentés sur la Figure II-48, notés par  $o_i$  pour les modes ordinaires et par  $e_i$  pour les modes extraordinaires. Le filtre caractérisé présente un ISL de 38,7 nm et une tension de seuil d'activation des CL de 1,8 V. De plus, l'accordabilité couvre tout l'ISL pour une tension de seulement 4 V appliquée. La diminution de la tension de seuil par rapport aux valeurs obtenues

à 1,55  $\mu\text{m}$  peut s'expliquer par une meilleure prise de contact sur l'ITO (nettoyage optimisé et utilisation d'un scotch dédié).

Nous avons estimé avec le logiciel Thin-Film-Mac-Leod la variation d'indice correspondante à la variation de la position du pic extraordinaire observée. Pour reproduire une accordabilité mesurée de 38,7 nm, nous trouvons une variation maximale de l'indice extraordinaire  $\Delta n_e$  de 0,12, ce qui signifie qu'on n'est pas limité par la biréfringence du CL E7 ( $\sim 0,18$ ). Ces résultats sont donc encourageants puisque l'accordabilité obtenue sur le filtre accordable n'est a priori limitée que par l'ISL. Ces résultats prouvent donc la faisabilité d'un filtre Perminex avec un réseau de 200 nm de période, avec des performances encourageantes pour les microcellules accordables à CL qui seront intégrées dans les VCSELs accordables à 850 nm.

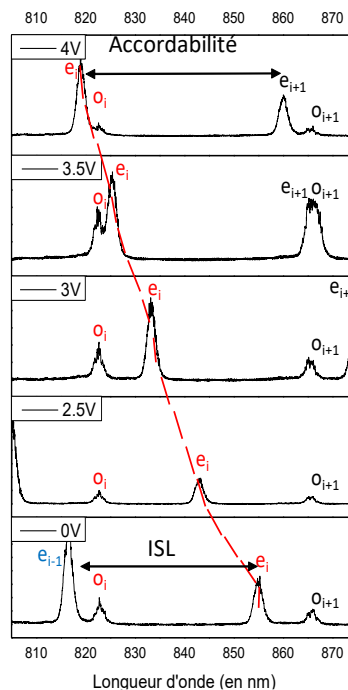


Figure II-48 : Spectres de transmission du filtre Perminex 850 nm mesurés en fonction de  $V_{CL}$

Il reste à caractériser la finesse du pic de transmission comme pour le filtre à 1,55  $\mu\text{m}$ , pour s'assurer que le réseau, les miroirs et le CL n'induisent pas de pertes optiques trop élevées dans la cavité. Nous avons tenté d'estimer la largeur à mi-hauteur du pic extraordinaire avec notre montage. Nous avons mesuré une valeur de 0,4 nm, qui correspond à la limite de résolution spectrale de notre banc de caractérisation (Figure II-49). Nous pouvons seulement en conclure qu'elle est inférieure à cette valeur.

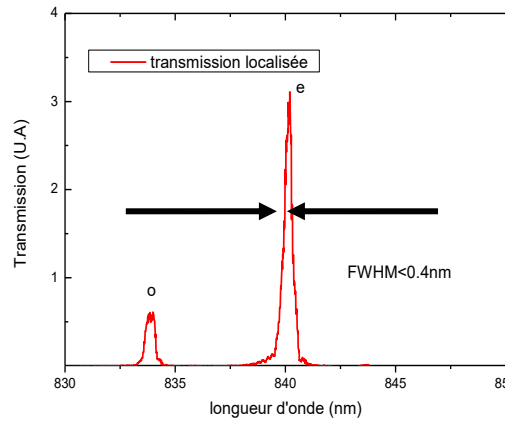


Figure II-49 : Mesure de la largeur à mi-hauteur du pic de transmission extraordinaire

#### 4. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons décrit le développement d'un procédé technologique générique pour la réalisation collective de filtres accordables à microcellules à CL intégrables sur de futurs dispositifs photoniques. Ce procédé original, basé sur l'utilisation d'espaces en polymères, exploite pour plusieurs étapes clés les avantages spécifiques d'un équipement de nanoimpression douce (soft-NIL) par voie thermique et/ou UV. Dans ce cadre, nous avons fabriqué deux types de moules souples adaptés à la réplique d'un réseau d'alignement des CL dans une couche fine de polymère et sur de grandes surfaces. Tout d'abord, un moule en silicium avec un pas de 780 nm a été réalisé par photogravure (photolithographie au stepper + gravure RIE) pour les composants fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$ . Un second moule de réseau de période de 200 nm a été également développé pour les applications à 850 nm. Nous avons également mis en place un système de remplissage sous vide des microcellules permettant d'améliorer l'uniformité des CL. L'ensemble des briques technologiques développées a permis de démontrer des filtres accordables à 1,55  $\mu\text{m}$  et à 0,85  $\mu\text{m}$ . Les meilleures performances que nous avons obtenues sont reportées dans le Tableau 4.

	Filtre 1,55 $\mu\text{m}$	Filtre 850 nm
Type d'espaceur	DF-1005	Perminex 2005
Épaisseur de CL	5 $\mu\text{m}$	3.5 $\mu\text{m}$
ISL	102 nm	38,7 nm
$\Delta n$ nécessaire pour couvrir l'ISL	0.189	0.12
$\Delta\lambda/\lambda_0$	6.5%	4.5%

Tableau 4 : Meilleures performances obtenues pour les filtres développés

Ces résultats confirment la pertinence de nos méthodes de fabrication de microcellules à CL, à 1,55  $\mu\text{m}$  comme à 850 nm, même si la finesse du filtre reste encore à vérifier pour le filtre à 850 nm. Par ailleurs, la prise de contact sur ITO reste certainement à améliorer. Suite à ces résultats encourageants, nous avons mis en place des procédés de fabrication permettant d'intégrer ces microcellules sur des composants actifs pour les deux domaines spectraux visés, 1,55  $\mu\text{m}$  et 850 nm, et nous allons maintenant les présenter.

## Chapitre 3 : Composants photoniques accordables à 1,55 $\mu\text{m}$ à base de microcellules à cristaux liquides

Dans ce troisième chapitre, la technologie générique de fabrication de microcellules à CL décrite précédemment est exploitée pour concevoir et réaliser deux types de composants hybrides accordables fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$  : une photodiode et un VCSEL à pompage optique. La démonstration d'une photodiode accordable à base d'InP a en effet constitué un objectif intermédiaire clé pour le projet HYPOCAMP, qui visait la réalisation de sources VCSELs accordables à 1,55  $\mu\text{m}$ . Ceci nous a permis de valider la faisabilité de la technologie développée jusque-là sur verre sur des composants à base de semi-conducteurs III-V, fragiles et présentant des reliefs et des contacts métalliques en surface. Nous présenterons pour chacun des dispositifs étudiés les contraintes de design et de fabrication que nous avons rencontrées, puis le procédé développé et les résultats obtenus.

### 1. Conception et fabrication de Photodiodes accordables

Notre première réalisation technologique est un photodétecteur accordable à base d'InP. Dans un premier temps, nous allons rappeler le principe de fonctionnement d'une photodiode, puis nous présenterons le design et la fabrication du composant III-V. Cette partie a été réalisée par nos partenaires du laboratoire de l'institut FOTON Rennes. Ensuite, nous présenterons la méthode développée pour intégrer la technologie microcellule à CL sur des composants en utilisant la technologie à base de films secs DF de 5  $\mu\text{m}$ .

#### 1.1. Principe d'une photodiode

Une photodiode est une jonction  $p-n$  ou  $p-i-n$  constituée à la jonction d'un matériau semiconducteur absorbant. À l'interface entre les zones  $p$  et  $n$  existe une zone de déplétion (zone de charge d'espace ZCE) où règne un champ électrique important. De façon schématique, le rayonnement incident crée par absorption des paires électron-trou dans le matériau qui sont séparées par le champ interne : l'électron généré va vers la région de type  $n$  alors que le trou va vers la zone  $p$  créant ainsi des porteurs libres. Un photocourant est alors produit : l'augmentation du courant aux bornes du dispositif est proportionnelle à l'énergie photonique absorbée.

Comme on peut le voir sur le schéma de la Figure III-1 [41], le rayonnement augmente le courant inverse par la création de porteurs minoritaires dans les régions neutres et par la génération de paires électron-trou dans la zone de charge d'espace (ZCE). Il existe deux contributions au photocourant :

- dans les régions neutres, les porteurs minoritaires diffusent jusqu'à la zone de charge d'espace puis sont accélérés par le champ électrique vers la région où ils deviennent majoritaires. Il s'agit du photocourant de diffusion.
- dans la ZCE, les paires créées sont dissociées par le champ électrique (tension inverse appliquée) puis les porteurs sont propulsés vers leurs régions majoritaires produisant le photocourant de génération.

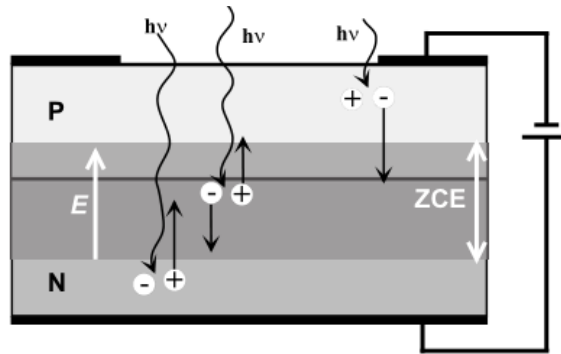


Figure III-1 : Vue en coupe d'une photodiode

La contribution des deux phénomènes s'ajoute pour créer le photocourant  $I_{ph}$  qui contribue au courant inverse de la jonction (équation : (1.1)).

$$I = I_S \left( e^{\frac{qV}{kT}} - 1 \right) - I_{ph} \quad (1.1)$$

Avec  $q$ , la charge de l'électron,  $k$  la constante de Boltzmann et enfin  $T$  la température absolue (K). Le courant total est composé du photocourant  $I_{ph}$  et du  $I_S$  correspondant au courant émis dans l'obscurité. Sur la Figure III-2 est représentée la courbe caractéristique  $I(V)$  d'une photodiode polarisée en inverse avec et sans éclairage.

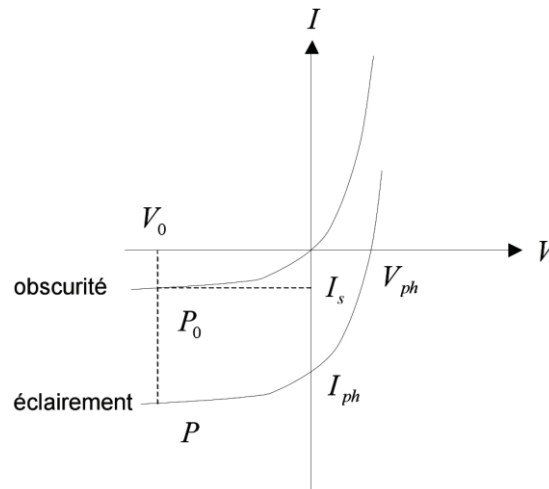


Figure III-2 : Courant d'une photodiode polarisée en inverse et en direct

On remarque que pour une polarisation inverse  $V_0$ , le courant n'est jamais nul même dans l'obscurité. La tension de polarisation inverse est négative et très supérieure à  $kT/q$  ( $\approx 25$  mV à  $25$  °C), ce qui permet de simplifier l'équation (1.1) par :

$$I = -(I_S + I_{ph}) \quad (1.2)$$

En pratique, ce courant de saturation  $I_S$  est très inférieur à  $I_{ph}$  et on considère que le courant mesuré est égal au photocourant et donc est directement proportionnel au rayonnement incident.

## 1.2. Grandeurs caractéristiques

L'efficacité quantique de détection  $\eta$  est définie par la probabilité qu'un photon incident génère une paire électron-trou qui contribue au courant de détection. Quand plusieurs photons sont présents, ce qui est généralement le cas,  $\eta$  est défini comme étant le rapport entre le flux de courant photogénéré et le flux de photons reçus.

L'efficacité quantique de détection est reliée à la sensibilité de détection  $S$  par la relation suivante :

$$S = \frac{\eta q}{h\nu} = \eta \frac{\lambda}{1,24} \quad (1.3)$$

avec  $q$  la charge de l'électron,  $h$  la constante de Planck et  $\nu$  la fréquence, et  $\lambda$  la longueur d'onde exprimée en  $\mu\text{m}$ . La sensibilité maximale dépend de la longueur d'onde. Par exemple, si on suppose une efficacité de  $\eta=100\%$ , on obtient  $S_{\max}(\lambda=850\text{ nm})=0,685\text{ A/W}$  et  $S_{\max}(\lambda=1550\text{ nm})=1,25\text{ A/W}$ .

La sensibilité spectrale de détection est la principale caractéristique d'un photodétecteur. Elle est mesurée en faisant le rapport du photocourant généré aux bornes du dispositif sur la puissance optique incidente et s'exprime en A/W.

$$S = \frac{I_{ph}}{P_{Opt}} \quad (1.4)$$

## 1.3. Photodiode accordable

Les photodiodes accordables en longueur d'onde présentent un intérêt pour de nombreuses applications, telles que les télécommunications, en tant que récepteurs compacts dans les systèmes WDM par exemple. On peut aussi les utiliser en tant que micro-spectromètres [92], [93], [94]. Dans notre cas, la conception d'un tel démonstrateur a surtout permis une étape intermédiaire de validation de la technologie CL avant de l'appliquer à la réalisation de sources VCSELS accordables.

### Photodiode renforcée par cavité résonante

La première méthode correspond à la configuration dans laquelle, la zone absorbante est directement insérée dans la cavité accordable. Dans ce photodétecteur renforcé par effet de cavité, vont s'effectuer de multiples aller-retours des photons dans la cavité absorbante ce qui va augmenter le rendement. Cette méthode permet d'avoir une sensibilité de détection très élevée à la longueur d'onde de résonance (Figure III-3). En revanche, la largeur spectrale du pic de détection ne peut pas être réduite en raison de l'importante absorption intra-cavité [41].

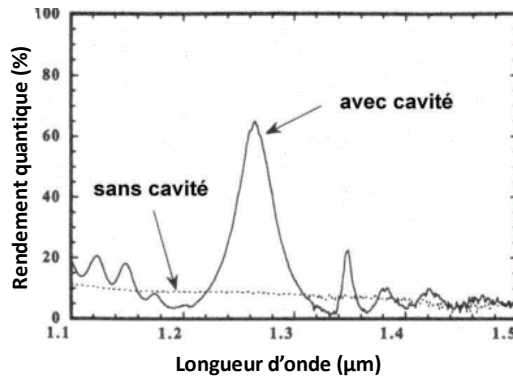


Figure III-3 : Comparaison de la réponse spectrale de photodétecteurs simple et renforcé par une cavité (extrait de la référence [95])

### Photodétecteur à filtre intégré en surface

Dans ce cas, un filtre Fabry-Pérot accordable est simplement ajouté au-dessus d'une photodiode *p-i-n* classique, ce qui permet de filtrer la sensibilité large bande du composant. Il suffit ensuite de décaler la résonance du filtre pour rendre l'ensemble accordable. On perd ici l'avantage des effets d'amplification intra-cavité, mais on peut régler plus facilement la largeur à mi-hauteur du pic de sensibilité en fonction de la résolution visée, en jouant sur le nombre de périodes avant et arrière des DBRs du filtre. La résolution pour les applications miniaturisées citées plus haut devant être de l'ordre de 1 nm, nous avons choisi de travailler dans cette seconde configuration.

L'hybridation d'une photodiode avec le filtre accordable à base de MEMS diélectrique a été reporté dès 2004 par l'Université de Darmstadt et le LPN [96] avec un accord spectral  $\Delta\lambda$  de 44 nm à 1,55  $\mu\text{m}$ . La même université a publié en 2017 une version intégrée grâce à la réalisation collective de MEMS électrothermique à DBR diélectriques en surface de photodiodes InP avec une accordabilité de 180 nm [97]. Cependant, comme nous l'avons déjà souligné pour les MEMS-VCSELs accordables, ces dispositifs peuvent présenter des inconvénients en termes de fiabilité et de stabilité et il est donc intéressant d'explorer la voie alternative basée sur les cristaux liquides.

#### 1.4. Description du composant conçu

Le design de la photodiode accordable a été conçu et réalisé conjointement avec C. Levallois et C. Paranthoen (institut FOTON Rennes) et S. Bouchoule (C2N). Il s'agit d'une photodiode *p-i-n* classique épitaxiée sur InP par l'institut FOTON intégrant une couche absorbante en InGaAs de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Après le procédé technologique de réalisation des composants, le premier DBR du filtre (miroir inférieur), composé d'une alternance de nitrure de silicium ( $\text{SiN}_x$ ) et de silicium amorphe (a-Si) est déposé par sputtering par l'Institut FOTON (Figure III-4). La microcellule à CL est ensuite intégrée par le LAAS, à l'aide d'un capot composé d'un miroir en  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  (miroir supérieur) élaboré par le C2N sur ITO/verre.

Il y a eu au cours de cette étude deux démonstrateurs avec un nombre de périodes avant et arrière différents pour le filtre :  $N_1=2/N_2=4$  et  $N_1=3/N_2=5$ .

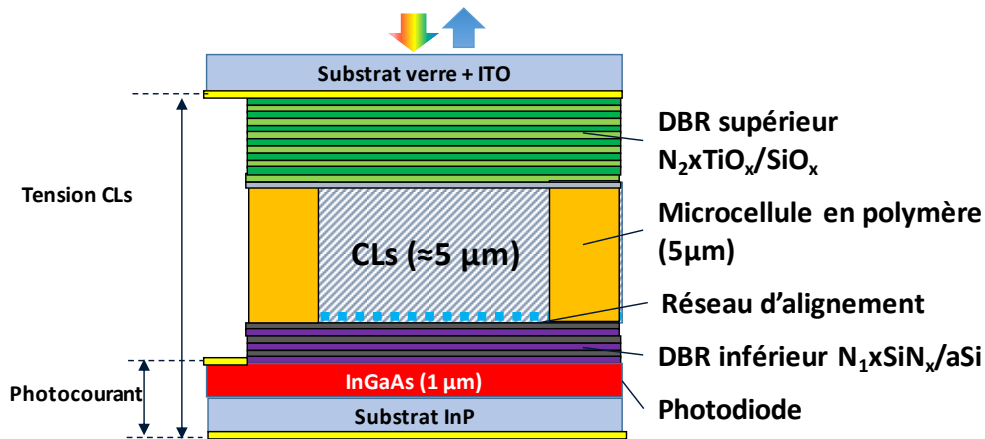


Figure III-4 : Vue en coupe d'une photodiode avec un filtre accordable à microcellules à CL

### 1.5. Réalisation de la photodiode et du miroir inférieur (FOTON)

L'empilement III-V a été épitaxié par MBE sur un substrat d'InP (001) de deux pouces. Les couches qui composent la partie *p-i-n* de la photodiode sont composées d'une couche de 200 nm d'épaisseur d'InP dopée N, d'une couche de 1 µm d'In<sub>0,53</sub>Ga<sub>0,47</sub>As non dopée et d'une couche de contact de 200 nm en In<sub>0,53</sub>Ga<sub>0,47</sub>As dopée P.

Les étapes de fabrication classique d'une photodiode consiste en une gravure sèche des couches de In<sub>0,53</sub>Ga<sub>0,47</sub>As jusqu'à la couche de contact d'InP de type N pour définir le mesa, ce qui permet de garantir une isolation électrique et d'individualiser les photodiodes. Puis un dépôt par PECVD de 200 nm d'une couche de SiN<sub>x</sub> (qui sert d'antireflet) est réalisé, avec ensuite une gravure sèche (RIE) d'ouvertures des contacts. Enfin, la délimitation du contact d'anode est réalisée par lift off après un dépôt de 20 nm de titane et 500 nm d'or. Un dépôt d'or/germanium de 300 nm d'épaisseur est utilisé pour le contact face arrière (cathode). On obtient ainsi des matrices de photodiodes avec une surface photosensible comprise entre 0,01 mm<sup>2</sup> et 0,3 mm<sup>2</sup> (Figure III-5). Les photodiodes sont ensuite caractérisées sous pointes pour vérifier la sensibilité de détection à 1,55 µm avant intégration du filtre.

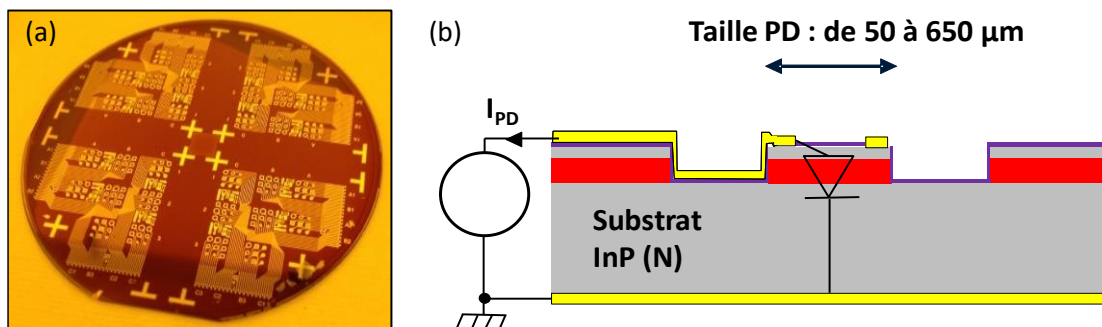


Figure III-5 : (a) Photo d'un wafer 2 pouces après la fabrication des PD, (b) schéma en coupe après le processus de fabrication (avant hybridation du filtre) (Institut FOTON)

L'étape suivante consiste à déposer le DBR diélectrique inférieur en surface de l'échantillon, en veillant à ménager un accès aux contacts électriques des photodiodes placés en périphérie du wafer (Figure III-6 (a)). Ce DBR comporte 2 (1<sup>ère</sup> génération) ou 3 périodes (2<sup>nde</sup> génération) en (aSi)/SiN<sub>x</sub> déposées par pulvérisation sous vide [98]. Ces couches



s'ajoutent avec la couche de  $\text{SiN}_x$  d'une épaisseur qui correspond à un quart de la longueur d'onde déjà présente à la surface de la photodiode lors du procédé d'isolation et de définition des zones de contacts.

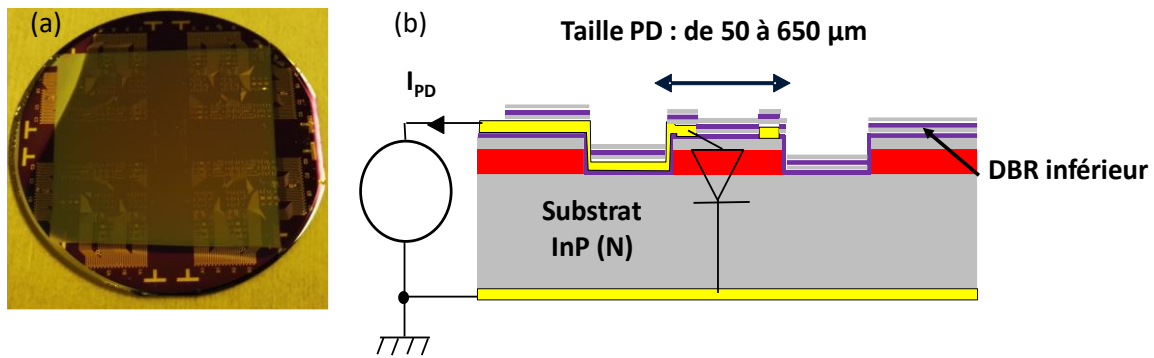


Figure III-6 : (a) Photo d'un wafer 2 pouces après la fabrication des PD et (b) dépôt du DBR et schéma d'une vue en coupe d'une PD après le dépôt du DBR inférieur. (Institut FOTON)

### 1.6. Intégration des microcellules à CL sur photodiodes III-V (LAAS-IMT-C2N)

Comme présenté dans le chapitre 2, un procédé de fabrication de microcellules à CL a été mis au point pour la réalisation de filtres accordables autour de  $1,55 \mu\text{m}$ , grâce notamment au développement d'un réseau d'alignement des CL en SU-8 de  $780 \text{ nm}$  de période.

Le principal défi réside ici dans la transposition de ce procédé sur un substrat III-V, plus fragile et avec du relief. Les étapes de fabrication du réseau, du dépôt de DF et de capotage sont réalisées par l'application d'une pression avec l'équipement de nanoimpression. Chacune de ces étapes représente un danger pour la structure III-V, notamment si la pression exercée n'est pas uniforme. Nous avons donc mené des premiers tests sur des composants en silicium pour s'assurer de la faisabilité sur un semi-conducteur. Ceux-ci se sont avérés concluants sans nécessiter de modification majeure des paramètres de fabrication, car notre équipement de nanoimpression dispose d'une double membrane flexible en silicone, permettant l'application d'une pression isostatique. Les étapes du procédé sont décrites sur la Figure III-7.

Une fois le DBR inférieur déposé et gravé (RIE), on intègre le réseau d'ancrage des CL (Figure III-7 (b) et (c)). Le film DF-1005 est ensuite déposé par transfert thermique doux. Les espaceurs qui vont permettre la définition des microcellules à CL sont ensuite définis dans le DF par photolithographie UV standard (Figure III-7 (d) et (e)). Le masque utilisé permet de définir 8 microcellules à CL par quart de wafer (Figure III-8). Chaque cellule à CL de  $3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$  intègrent neuf photodiodes de géométries et tailles variées. Ce masque, conçu en collaboration avec l'institut FOTON, sera également utilisé pour les VCSELs à CL à  $1,55 \mu\text{m}$ .

Une fois les microcellules réalisées, on procède au clivage du wafer en 4 quarts, puis au scellement de chaque quart avec un capot DBR/ITO/verre (Figure III-7 (f)). Le DBR supérieur de 4 ou 5 périodes en  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  est déposé par le C2N sur un substrat de silice fondue rectangulaire de  $40 \times 20 \text{ mm}^2$ . Une couche de  $23 \text{ nm}$  d'ITO en face avant et une couche antireflet à  $1,55 \mu\text{m}$  en face arrière sont déposées avant le dépôt du DBR.

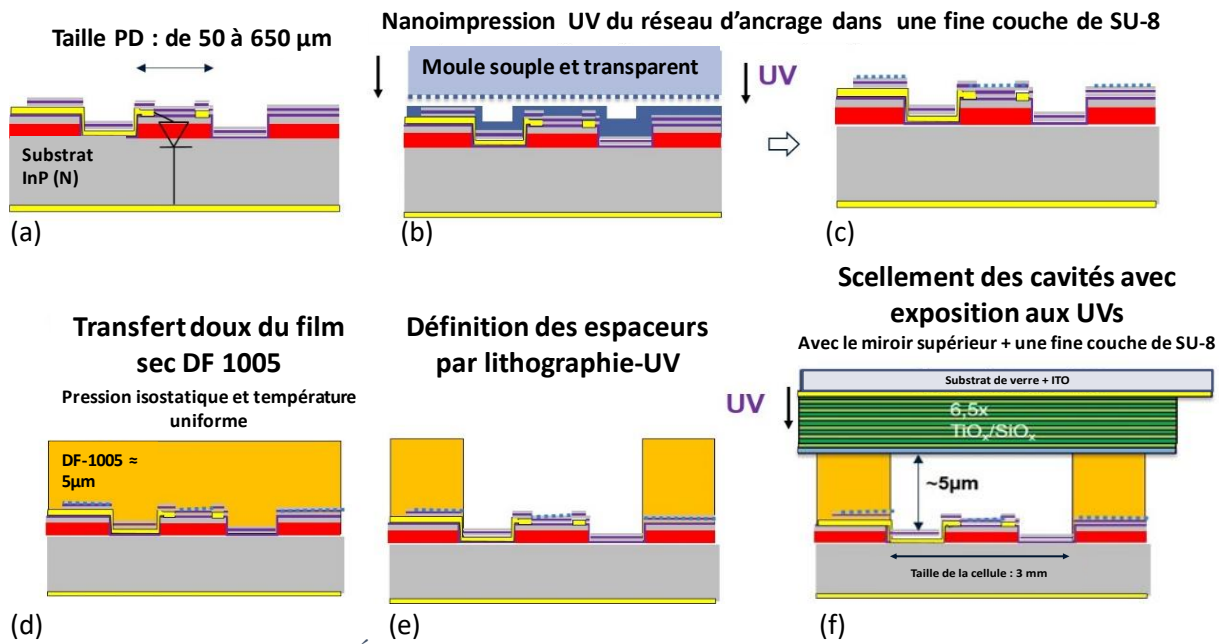


Figure III-7 : Étapes de fabrication du filtre au-dessus d'une photodiode

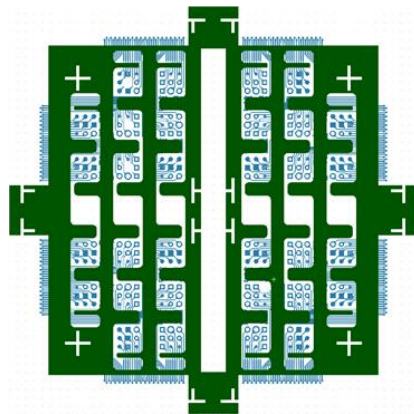


Figure III-8 : Masque de photolithographie du niveau de définition des microcellules à CL

On peut voir sur la Figure II-9 (a) le schéma et (b) la photo, d'un quart de wafer après capotage avec les deux parties superposés avec un décalage permettant l'accès aux contacts.

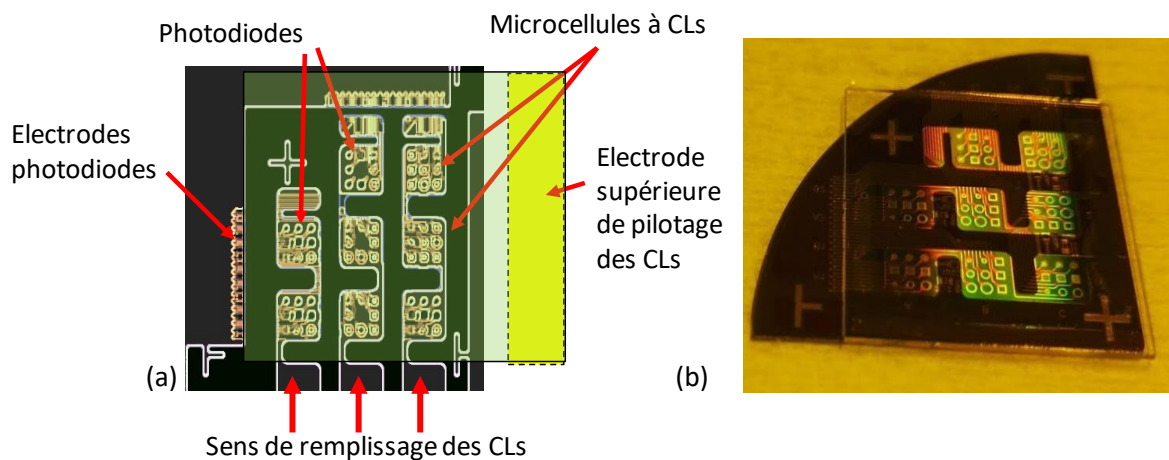


Figure III-9 : (a) Schéma des niveaux superposés sur un quart de wafer et (b) photo après capotage du miroir supérieur

On peut observer les matrices de photodiodes et les effets de diffraction dans le visible, liés au réseau d'ancrage de période 780 nm. Une fois le scellement terminé, on procède au remplissage des CL à chaud par vide différentiel comme pour les filtres accordables. Le CL utilisé est le E7 avec une température de clarification  $T_C = 70\text{ }^\circ\text{C}$ . Au moment de la réalisation des dispositifs de première génération, nous disposons uniquement du système de remplissage manuel dans la cloche à vide avec un chauffage par rayonnement.

### 1.7. Première génération de photodiodes accordables

#### iii. Mesures localisées au FTIR et observation de domaines

Pour cette première réalisation, le filtre était composé de 2 périodes sur la face arrière et de 4 périodes sur la face avant. La surface des composants réalisés sur un premier quart de plaque a été tout d'abord observée au microscope du FTIR entre polariseurs croisés. Nous avons constaté que la présence de reliefs autour des mesas (hauteur  $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$ ) et des bandes de contacts métalliques a entraîné la création de très nombreux domaines pour les CL lors du remplissage sous vide (Figure III-10).

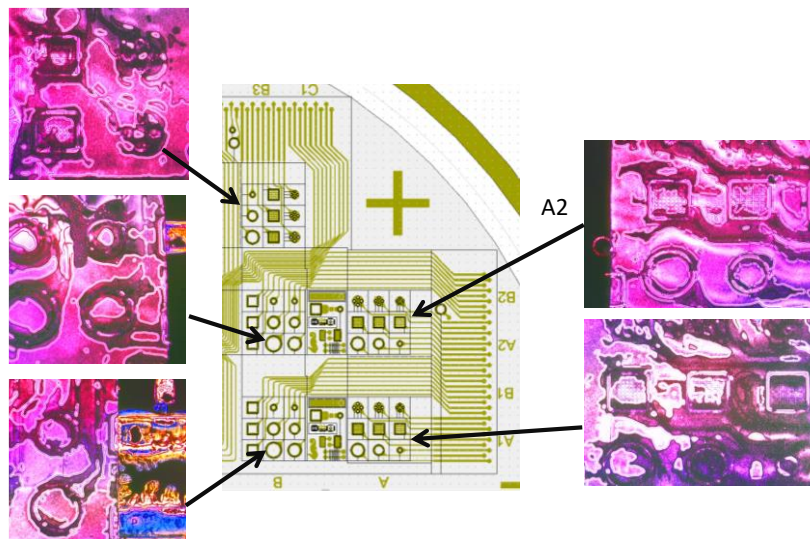


Figure III-10 : Photodiodes vues au microscope optique entre polariseurs croisés et plan du masque de photolithographie du niveau de contact métallique

Nous avons néanmoins pu réaliser des mesures de réflectivité localisées au FTIR sur des photodiodes de la zone la moins perturbée (zone A2) en appliquant une tension entre le contact ITO et l'anode des photodiodes. Les mesures ont été réalisées au centre d'un composant circulaire de  $380\text{ }\mu\text{m}$  de diamètre sur une surface de  $150 \times 150\text{ }\mu\text{m}^2$ , ce qui correspond à la zone la plus grande possible sans domaine (Figure III-11 (a)). Nous avons mesuré un ISL de 106 nm, conforme aux attentes. La position spectrale du pic de résonance a été relevée pour chaque valeur de tension appliquée (Figure III-11 (b)). La résonance se déplace comme prévu vers les longueurs d'ondes plus courtes. Ceci correspond bien à une diminution de la valeur de l'indice extraordinaire ( $n_e$ ). Nous avons de plus mesuré un seuil de 3 V et une accordabilité de 90 nm sans saut de mode pour seulement 10 V appliqués.

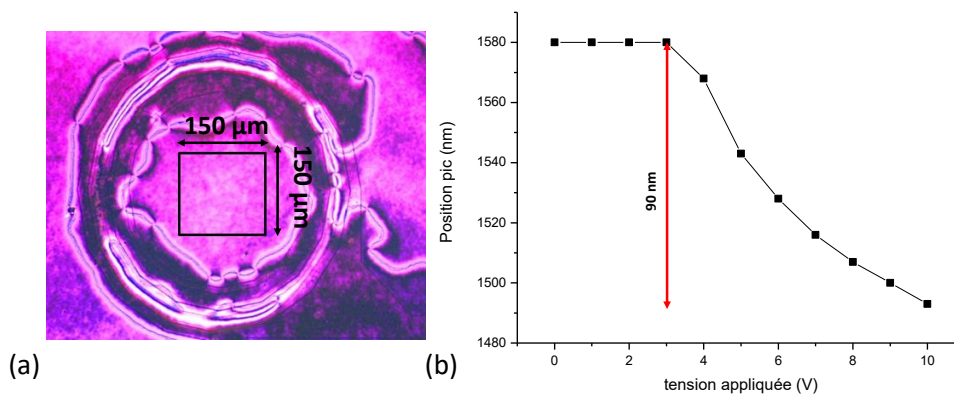


Figure III-11 : (a) Photo au microscope du FTIR de la zone de mesure de  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$  au centre d'une photodiode de  $380 \mu\text{m}$  de diamètre (b) courbe d'accordabilité spectrale obtenue

Ceci permet donc de valider la faisabilité de notre technologie sur un composant III-V actif, avec des performances spectrales équivalentes à celles observées sur les filtres sur verre. Toutefois, ce résultat n'est pas satisfaisant en raison de la très forte inhomogénéité de fonctionnement créée par les domaines et nous avons donc recherché une solution pour améliorer l'uniformité d'alignement des CL.

#### iv. Accordabilité et uniformité après application d'un traitement de surface

Nous avons décidé d'appliquer un traitement hydrophile juste avant l'étape de capotage pour améliorer les conditions de remplissage des CL et limiter ainsi les domaines observés. Celui-ci consiste à réaliser un dépôt d'une fine couche de  $\text{SiO}_2$  directement sur le réseau d'alignement en SU-8 à l'aide d'un équipement de SPD (Surface Preparation Deposition) pour rendre sa surface plus hydrophile. Cet équipement de dépôt est dédié aux préparations de surface variées au sein de notre salle blanche (modification de mouillabilité, dépôt de SAM (Self Assembled Monolayers [99]) grâce à des dépôts en phase vapeur de couches d'épaisseurs très faibles (de l'ordre du nanomètre).

##### - Effet du traitement

Avec l'aide de Fabien Mesnilgrete, ingénieur d'étude dans notre plateforme technologique, nous avons réalisé un dépôt de  $\text{SiO}_2$  de quelques nanomètres –soit 5 minutes– sur le réseau d'un second quart de plaque juste avant le capotage. Comme on peut le voir sur la Figure III-12, ce traitement hydrophile améliore clairement l'uniformité de l'ancrage des CL par rapport au cas précédent (Figure III-11 a). Les deux images prises au microscope du FTIR entre polariseurs croisés avec deux orientations à  $90^\circ$  montrent qu'on obtient bien cette fois-ci une extinction uniforme sur la surface de la matrice, ce qui n'était pas le cas précédemment.

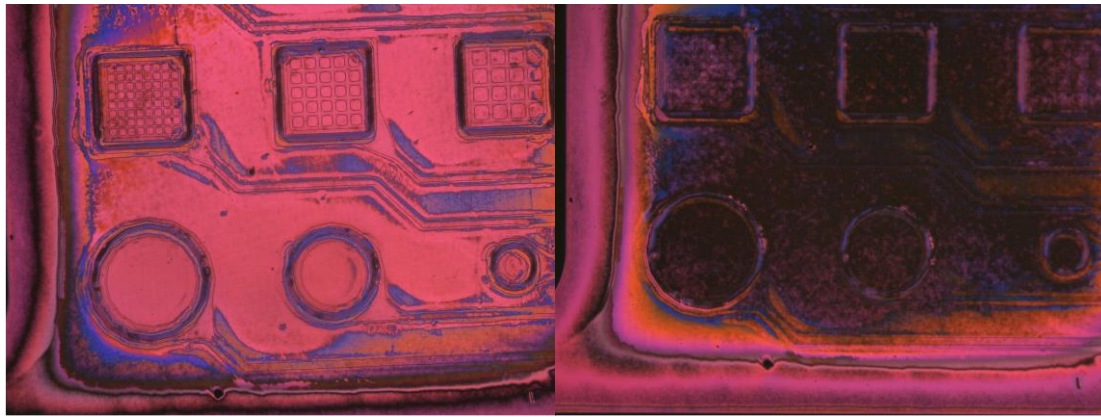


Figure III-12 : Photos prises au microscope polarisé après traitement hydrophile de 5 minutes de dépôt  $\text{SiO}_2$  suivant deux orientations différentes d'un des deux polariseurs ( $0$  et  $90^\circ$ )

L'application de ce traitement a donc apporté une amélioration significative de l'uniformité des CL après remplissage des cavités. Malgré la très faible épaisseur du dépôt, nous avons cependant constaté lors de la caractérisation optique l'apparition d'un inconvénient lié à ce traitement. Il a en effet conduit à une diminution importante de la plage d'accordabilité spectrale, de 90 nm à environ 55 nm (Figure III-13).

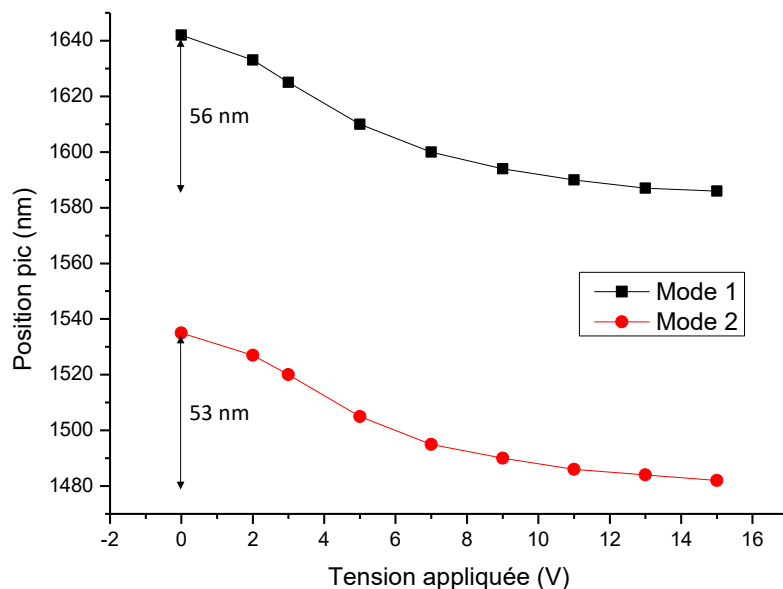


Figure III-13 : Courbe d'accordabilité sur une photodiode après un traitement  $\text{SiO}_2$  de 5 minutes

L'ajout du traitement  $\text{SiO}_2$  semble donc modifier l'ancrage ou « prétilt » des CL. Suite à des essais complémentaires menés avec l'IMT Atlantique (L. Dupont), sur des substrats comportant nos réseaux en SU-8 et assemblés en macro-cellules, nous sommes arrivés à la conclusion que les molécules de CL « voient » la très légère modification de l'état de surface après l'ajout de la fine couche de  $\text{SiO}_2$  et ne s'orientent plus tout à fait horizontalement le long des lignes du réseau, mais avec un angle de pré-tilt  $\alpha$  de quelques degrés (Figure III-14). Or, la variation d'indice optique extraordinaire des CL est liée à la modification de leur inclinaison par les lignes de champ [100]. Dans le cas où on a un pré-tilt, la biréfringence effective des CL est réduite et par conséquent la gamme d'accordabilité va l'être également.

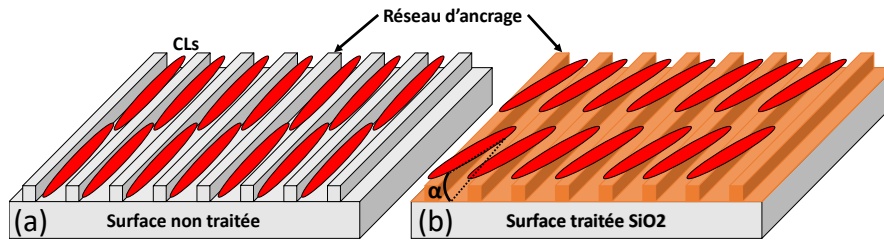


Figure III-14 : Schéma représentant une surface nanostructurée plane avec un ancrage sans traitement  $\text{SiO}_2$  (a) avec un traitement  $\text{SiO}_2$  de 5 minutes (b)

- Réduction de la durée de traitement

Nous avons donc décidé de réduire la durée du dépôt  $\text{SiO}_2$  à une minute pour minimiser cet effet tout en conservant son effet bénéfique sur l'uniformité de remplissage perturbé par les reliefs et les différents matériaux. Nous avons pu vérifier qu'une homogénéité suffisante des CL pouvait être obtenue pour cette durée (Figure III-15). De plus, l'ISL et la gamme spectrale sont cette fois identiques à ceux mesurés sans traitement (Figure III-16). Notons que nous avons mené récemment dans le cadre d'un stage DUT (E. Galinier) une étude complémentaire sur l'influence de la profondeur du réseau d'ancrage et de la durée du traitement de surface sur l'uniformité d'alignement. Celle-ci a confirmé qu'un traitement de 1 minute était suffisant.

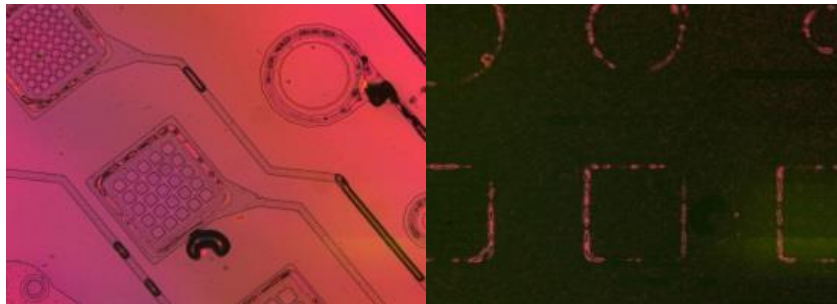


Figure III-15 : Photos au microscope polarisé pour des composants ayant subi un traitement hydrophile de 1 minute (dépôt  $\text{SiO}_2$ ) suivant deux orientations différentes d'un des deux polariseurs ( $0$  et  $90^\circ$ )

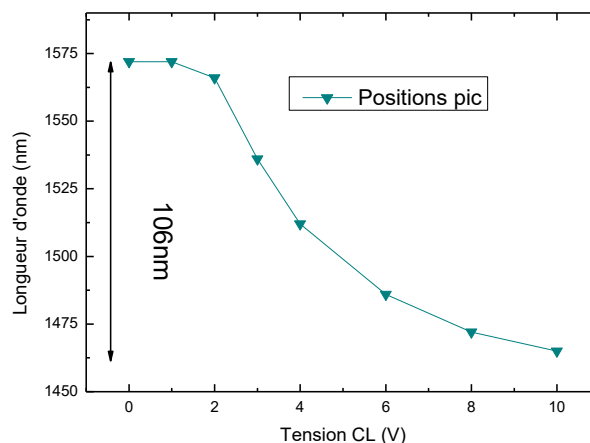


Figure III-16 : Position spectrale du pic de transmission en fonction de la tension appliquée sur un composant ayant subi un traitement  $\text{SiO}_2$  de 1 minute.

v. Photocourant en fonction de la tension appliquée sur les CL

Des mesures préliminaires du photocourant sous pointes en fonction de la tension ont pu être réalisées au LAAS sur les composants traités 1 minute à l'aide d'un laser Tunics accordable entre 1530 et 1580 nm.

Notre montage optique n'était pas optimisé pour ce domaine spectral et nous n'avons donc pas pu mesurer la taille et la puissance du faisceau sonde. Ces mesures ne sont donc pas normalisées. Néanmoins, nous avons pu observer que pour une longueur d'onde donnée du laser de sonde, on obtient bien un pic de photocourant en faisant varier la tension appliquée aux bornes de la microcellule à CL. De plus, la tension pour laquelle on obtient le pic de photocourant varie lorsque la longueur d'onde sonde varie, ce qui constitue une première démonstration de l'accordabilité de la photodétection (Figure III-17). On retrouve en outre un très bon accord entre la position spectrale des pics de photocourant observées pour les différentes tensions appliquées avec la position des résonances du filtre accordable mesurées précédemment au FTIR [101] (Figure III-18).

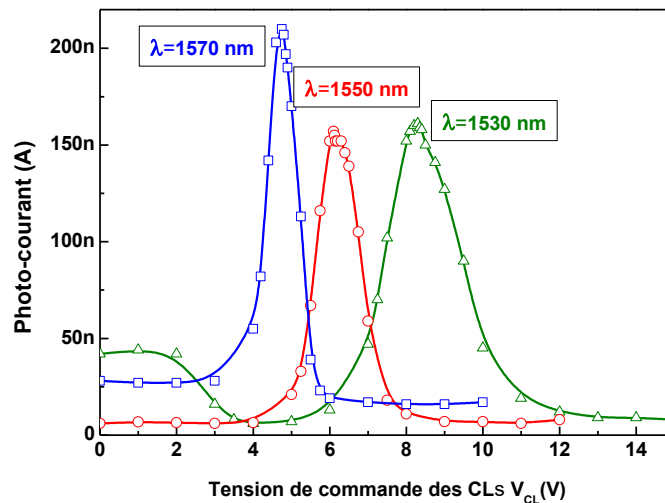


Figure III-17 : Courbes de photocourant obtenues pour différentes longueurs d'onde laser (1570 nm, 1550 nm et 1530 nm) en fonction de la tensions  $V_{CL}$  appliquée

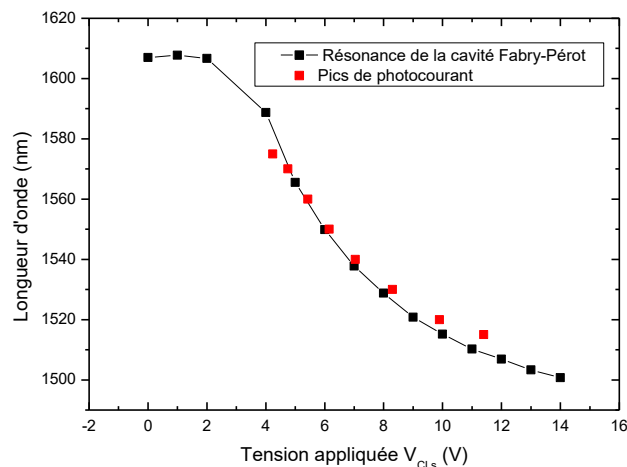


Figure III-18 : Position des pics de photocourant (carrés rouges) et de la résonance de la cavité Fabry-Pérot (FTIR carrés noirs) en fonction de la tension  $V_{CL}$  [101]

Ces composants ont été par la suite plus précisément caractérisés par l’Institut FOTON avec un montage optique adapté. Toutefois, la largeur spectrale à mi-hauteur du pic de photodétection s’est avérée trop élevée pour cette première génération (4 nm), il a donc été décidé de fabriquer une deuxième génération de photodiodes comportant un filtre de plus grande finesse, avec 3 périodes pour le miroir arrière et 5 périodes pour le miroir avant. Nous allons donc directement détailler les résultats obtenus sur ces photodiodes de deuxième génération.

## 1.8. Deuxième génération de photodiodes accordables

### i. Mesures localisées au FTIR

On peut voir sur la Figure III-19 la variation en 3D de la position des pics de résonance mesurés au FTIR en fonction de la tension appliquée pour les composants de seconde génération. L’ISL mesuré est de 88 nm autour de 1,55  $\mu\text{m}$  et la valeur du seuil d’accordabilité est de 2,5 V.

On remarque que la plage d’accordabilité couvre l’ISL pour seulement 10 V appliqués, soit 108 nm pour le pic situé entre 1,6  $\mu\text{m}$  et 1,5  $\mu\text{m}$ . Les écarts spectraux observés entre les modes ordinaire et extraordinaire ont été comparés par l’Institut FOTON à la modélisation de la réflectivité de la structure. Les écarts de 90 et 101 nm entre les modes ordinaires successifs sont correctement reproduits en considérant une épaisseur de CL de 6,4  $\mu\text{m}$ . Cette épaisseur s’avère supérieure à la valeur attendue, car l’épaisseur nominale des murs en DF-1005 est de  $4,8 \pm 0,2 \mu\text{m}$ . Ce résultat peut être expliqué par le fait que la couche de SU-8 de  $\sim 500 \text{ nm}$  déposée par spin-coating sur le DBR inférieur pour réaliser le réseau est vraisemblablement plus épaisse que prévu, probablement en raison de la topographie non plane de l’échantillon en InP après le procédé de fabrication. Ainsi, des surépaisseurs locales de cette couche de SU-8 peuvent conduire à une épaisseur résultante plus élevée pour les microcellules à CL.

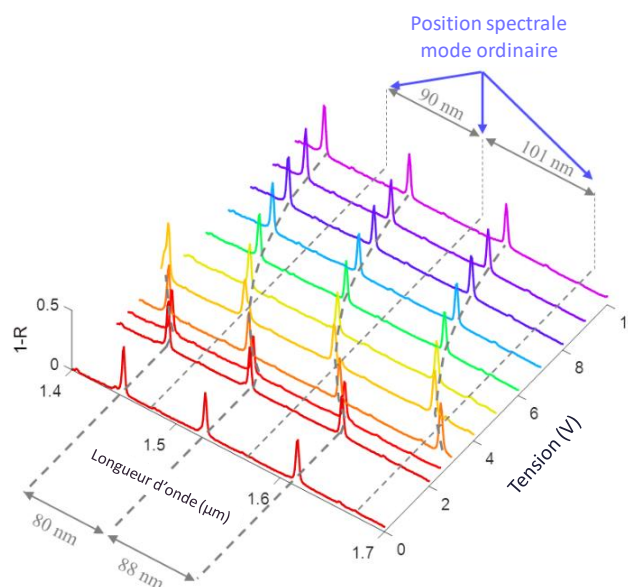


Figure III-19 : Spectres de réflectivité mesurés au FTIR sur une photodiode pour des tensions allant de 0 à 10 V à 2 kHz avec une orientation des polariseurs pour laquelle seul le mode extraordinaire est visible [102]



## ii. Mesures de photocourant localisées sous pointes

Les mesures de photocourant localisées et normalisées ont ensuite été effectuées à l'Institut FOTON à l'aide d'un laser à cavité externe accordable, offrant un accord continu sans saut de mode sur 80 nm (1480 nm-1560 nm) avec une largeur à mi-hauteur de 5 MHz. Le faisceau laser est focalisé avec une lentille de 40 mm de longueur focale pour former sur le photodiode une tache de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre, ce qui correspond à une surface inférieure à la surface des photodiodes sur l'échantillon. Les résultats présentés ci-dessous ont été obtenus sur une photodiode carrée de 380  $\mu\text{m}$  par 380  $\mu\text{m}$ , dont les caractéristiques spectrales mesurées au FTIR ont été décrites dans le paragraphe précédent. La polarisation de la lumière incidente est contrôlée afin de se concentrer sur le pic extraordinaire.

En absence de tension, on remarque que la photodiode génère un photocourant maximal de 0,65 mA pour une longueur d'onde autour de 1527 nm et pour une puissance de 1,4 mW (Figure III-20). Comme précisé précédemment, en actionnant les CL, la longueur d'onde de résonance se décale vers les longueurs d'ondes plus courtes. On a bien une diminution de la longueur d'onde de résonance pour des tensions allant de 0 à 4,25 V. Pour des tensions allant de 4,75 à 6,5 V, on voit apparaître un autre mode qui était initialement à 1600 nm à 0 V sur les mesures FTIR (Figure III-19). On a donc bien une accordabilité qui couvre la totalité de l'ISL pour une plage de tension de 7 V.

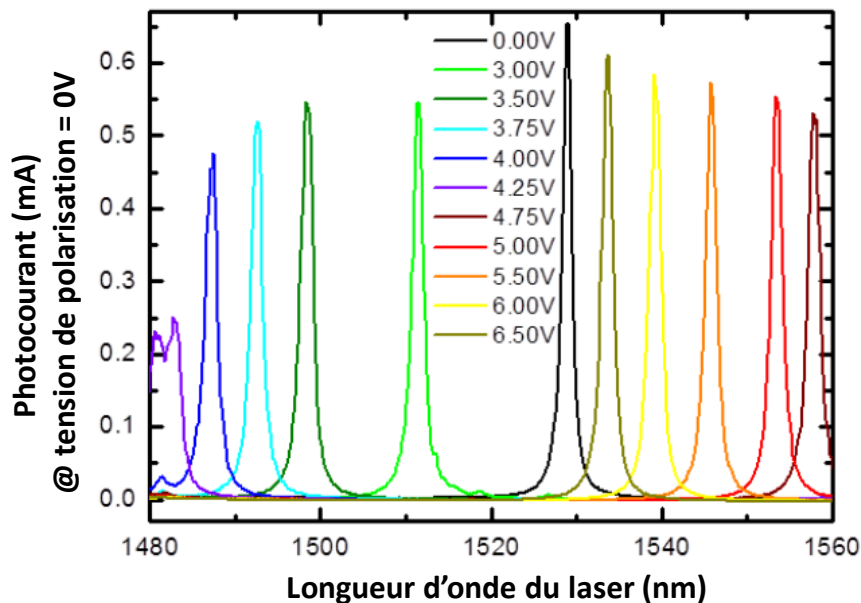


Figure III-20 : Spectre du photocourant correspondant aux pics de résonance des modes extraordinaires pour différentes tensions appliquées ( $V_{CL}$ ) en fonction de la longueur d'onde du laser de test [90]

On peut noter qu'il n'y a pas de variation significative de l'amplitude du photocourant ni de la largeur à mi-hauteur avec la tension. La largeur à mi-hauteur moyenne des pics de photocourant est égale à 1,5 nm (au lieu 4 nm pour les photodiodes de la 1<sup>ère</sup> génération). Ceci est vrai sauf pour le pic de photocourant à 1480 nm correspondant à une tension  $V_{CL}$  de 4,25 V pour lequel sont observés une forte diminution du photocourant ( $\approx 0,25$  mA) et un élargissement de la largeur à mi-hauteur. Ceci est attribué à un couplage entre les modes ordinaire et extraordinaire qui induit une dégradation du facteur de qualité de la cavité. Si cette plage spectrale de 1480 nm à 1490 nm est exclue, le facteur de qualité (Q) de la cavité est d'environ  $10^3$ , ce qui est en accord avec la valeur attendue calculée par les modélisations de l'institut

FOTON ( $Q_{\text{calculé}} \approx 1100$  sur une plage de 1500 nm à 1600 nm). Cela confirme que l'absorption des CL est négligeable autour de 1,55  $\mu\text{m}$  [103] et que le réseau en SU-8 nano-structuré intracavité n'induit pas de pertes par diffraction. Ceci conforte donc les résultats déjà obtenus lors de la réalisation et de la caractérisation des filtres accordables de haute finesse à CL utilisant du DF présentés dans le chapitre 2 [104].

En ce qui concerne la sensibilité du photodétecteur, on peut observer que le photocourant est compris entre 0,5 mA et 0,65 mA sur une large plage spectrale (de 1490 nm à 1560 nm). Compte tenu de la puissance du laser incident de 1,4 mW, cela conduit à une sensibilité comprise entre 0,35 A/W et 0,46 A/W. Ces résultats sont à comparer aux mesures de sensibilité réalisées sur des photodiodes identiques avant la réalisation du filtre. Pour ces photodiodes de référence, l'ajout d'une couche de  $\text{SiN}_x$  déposée par PECVD à la surface des photodétecteurs joue le rôle de revêtement antireflet. Ce traitement a pour effet de minimiser la réflexion à l'interface maximiser l'absorption de la lumière. Les sensibilités mesurées sur les photodiodes de référence (non accordables) sont comprises entre 0,57 A/W et 0,64 A/W sur le même domaine spectral, ce qui correspond aux valeurs attendues pour ces photodiodes intégrant une couche absorbante d' $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$  de seulement 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Cette comparaison a donc permis d'évaluer à environ 2 dB les pertes directement liées à l'insertion du filtre accordable sur le photodétecteur. Comme déjà mentionné ci-dessus, ces pertes ne sont pas liées à l'absorption des matériaux dans la microcavité. Elles sont principalement liées à la transmission maximale du filtre à la longueur d'onde de résonance, estimée à environ 80 %, en raison d'un léger déséquilibre de la réflectivité entre les DBRs inférieur (97 %) et supérieur (95 %), et aux valeurs résiduelles d'absorption dans les couches d'ITO situées à l'extérieur de la microcavité.

Les performances de ces premiers démonstrateurs pourraient donc être encore améliorées en optimisant le design et la transmission de la cavité, mais également en augmentant l'épaisseur d'InGAs pour atteindre des sensibilités de  $\sim 1$  A/W, et enfin en réduisant l'épaisseur de CL pour augmenter l'ISL et donc la gamme d'accordabilité.

### iii. Utilisation en tant que micro-spectromètre

À la suite des premières caractérisations, les performances de ces photodiodes accordables ont été comparées à celles d'un analyseur de spectre commercial de type OSA par l'Institut FOTON. L'idée est de vérifier que les photodiodes peuvent effectivement servir de microanalyseur de spectre. Pour ce faire, il a été nécessaire de calibrer la réponse des photodiodes en fonction de la tension  $V_{\text{CL}}$  pour connaître a priori la position spectrale.

Une fois cette calibration réalisée, la réponse des photodiodes accordables a été testée avec une fibre dopée erbium de 20 m pompée à 980 nm et émettant entre 1530 nm et 1565 nm (Figure III-21(a)). Cette gamme spectrale se situe idéalement entre deux modes ordinaires successifs de la photodiode, respectivement à 1482 nm et à 1572 nm (cf. Figure III-20). On remarque que pour deux niveaux de pompage différents testés, la réponse spectrale obtenue avec la photodiode est très proche de celle obtenue par l'analyseur commercial avec des sensibilités équivalentes (Figure III-21 (b)).

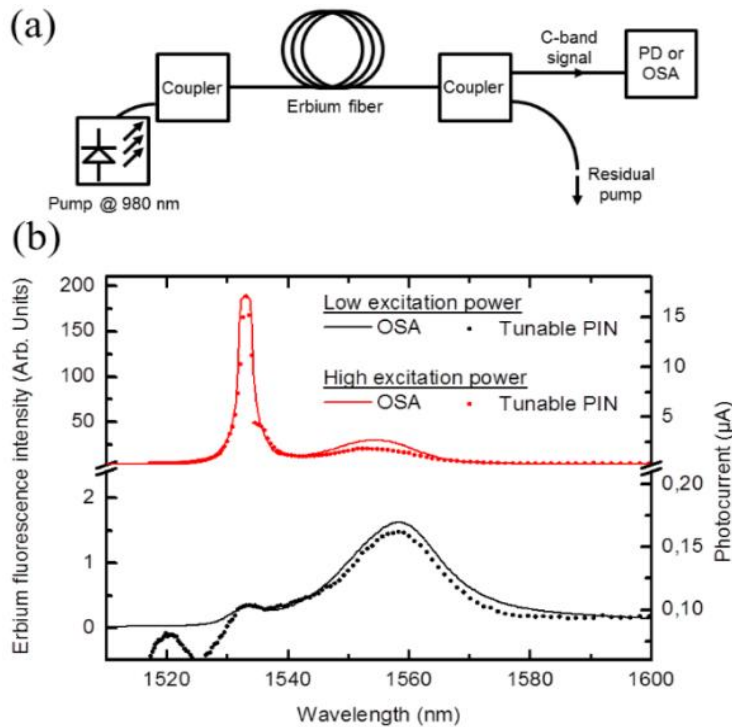


Figure III-21 : (a) Schéma du banc de test servant à caractériser la photodiode accordable en tant que microanalyseur de spectre et (b) spectres d'émission mesurés par une photodiode et par un analyseur de spectre pour deux niveaux de pompage différents (OSA)[90]

### 1.9. Bilan sur les photodiodes à CL à 1,55 $\mu\text{m}$

Les photodiodes accordables à CL que nous venons de décrire sont les premiers composants optiques actifs utilisant la technologie générique à microcellules à CL développée par nos travaux. Les résultats obtenus ont permis de valider l'adaptation et l'intégration des microcellules sur des composants III-V et de prouver que les filtres à CL ainsi intégrés permettent d'avoir des largeurs de raie et des sensibilités adaptées à la détection accordable miniaturisée.

## 2. Conception et fabrication de VCSELs accordables à CL à pompage optique

À la suite des premiers résultats obtenus sur les photodiodes accordables, nous avons fabriqué un VCSEL accordable à pompage optique émettant à 1,55  $\mu\text{m}$ . Historiquement, le pompage optique a été très souvent utilisé pour les premières démonstrations de nouveaux VCSELs avant de tester le pompage électrique, car dans ce cas, la structure est plus simple à réaliser. En effet, les couches épitaxiées ne sont pas dopées. De plus, il n'y a pas besoin de processor le composant ni de mettre en place une méthode de confinement transverse, puisque la densité de pompage optique est déterminée par le diamètre et la puissance du faisceau de pompage. Nous avons donc conçu dans le cadre du projet HYPOCAMP deux démonstrateurs de VCSEL pompés optiquement intégrant une microcellule accordable à CL à base de film DF, puis de résine Perminex. Nous allons tout d'abord détailler la partie demi-VCSEL.

### 2.1. Conception et fabrication du demi-VCSEL (FOTON)

La zone active du demi-VCSEL est réalisée sur substrat InP par MBE à sources gaz (Figure III-22). La structure est constituée de trois séries de trois puits quantiques contraints (SQWs) de 8 nm d'épaisseur avec des barrières de 10 nm, placés aux maximum du futur champ

électrique stationnaire. Chacune de ces zones est entourée par une couche de  $Q_{1.18}$ . La dénomination  $Q_{1.18}$  détermine un alliage quaternaire composé de  $In_{0,8}Ga_{0,2}As_{0,44}P_{0,56}$  dont le gap se situe autour de 1,05 eV. Cet alliage présente une absorption élevée à la longueur utilisée pour le pompage optique (980 nm). Cet ajout permet d'augmenter l'efficacité du pompage [105].

Un des objectifs du projet HYPOCAMP visait à remplacer les puits quantiques contraints classiques par des brins quantiques (QDH ou « quantum dashes ») pour induire une anisotropie du gain et ainsi favoriser l'émission suivant le mode extraordinaire, ce qui est nécessaire pour les composants accordables à CL. Toutefois, les zones actives incorporant des brins quantiques mises au point par l'Institut FOTON émettent à des longueurs d'onde supérieures à 1,6  $\mu m$  [106]. Un des résultats remarquables du projet a consisté à démontrer qu'on pouvait associer des zones à puits et des zones à brins quantiques (pour former un VCSEL à zone active hybride) afin de concilier haut rendement et sélectivité de la polarisation à 1,55  $\mu m$ . Dans le cadre des travaux présentés ici, seules les plaques à puits quantiques classiques ont pu être processées avec des microcellules à CL.

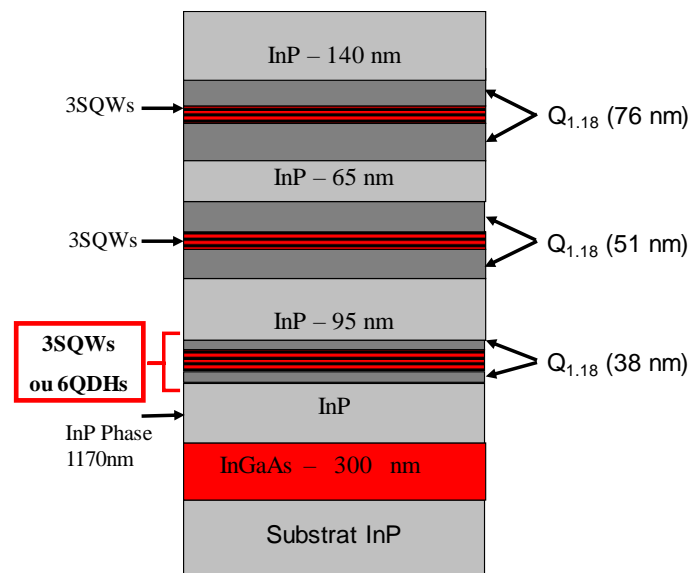


Figure III-22 : Schéma de la structure épitaxiée pour les structures VCSELs à pompage optique

Après l'épitaxie, le futur miroir arrière en  $(SiN_x/a-Si)$  de 5 périodes complété par une couche d'or est déposé sur la structure pour atteindre une réflectivité de 99.7 %. L'ensemble est reporté par collage sur un substrat de silicium aminci avec une couche de BCB de 3  $\mu m$ . Le substrat en InP est ensuite éliminé par polissages mécanique et chimique. Cette étape de report sur silicium contribue aussi à l'amélioration de la dissipation thermique dans le composant (procédé TSHEC : Through Silicon Holes Electroplated Copper bonding) [107]. Une fois le collage terminé, une gravure est réalisée dans le silicium pour percer des trous sur toute l'épaisseur jusqu'à la zone III-V. Après cette gravure, une croissance électrolytique de cuivre est effectuée dans les trous. Ainsi, même si l'on est en configuration de pompage optique, il faudra aligner les microcellules à CL en face avant avec les zones situées au-dessus des plots de cuivre en face arrière.

## 2.2. Fabrication des VCSELs accordables à CL à base de DF-1005

Pour cette première génération de dispositifs, nous avons utilisé la technologie DF déjà éprouvée pour les filtres et les photodiodes accordables. Le schéma de principe est présenté sur la Figure III-23. Pour la réalisation de la partie CL, nous avons appliqué le procédé de fabrication optimisé pour les photodiodes accordables en utilisant le même masque de photolithographie (Figure III-24 (a)). La seule différence a concerné l'alignement des microcellules à CL avec les composants actifs sur plots de cuivre en face arrière.

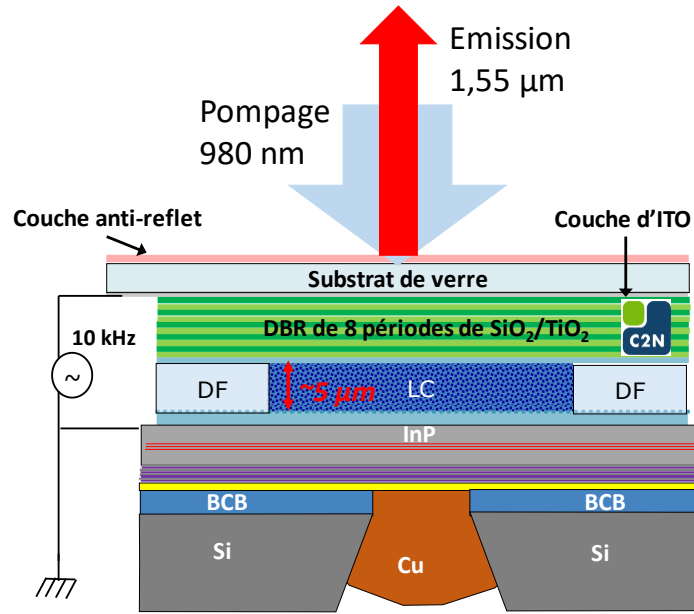


Figure III-23 : Schéma d'un composant VCSEL à pompage optique de première génération

Sur la face arrière du VCSEL reporté sur silicium, il y a en effet une matrice de neuf plots de cuivre en face arrière pour permettre l'évacuation de chaleur (Figure III-24 (b)). C'est au-dessus de ces plots de cuivre que l'effet laser sera a priori le plus favorable. Cette étape d'alignement est difficile, car il n'est pas possible de repérer en face avant les plots de cuivre sur l'échantillon placé dans notre aligneur, qui n'est pas un équipement double-face. Malgré cette difficulté, nous avons réussi à faire en sorte que certains plots de cuivre coïncident avec des cellules à CL. Il subsiste néanmoins un décalage, conduisant à un faible nombre de composants exploitables par cellule pour cette première réalisation technologique.

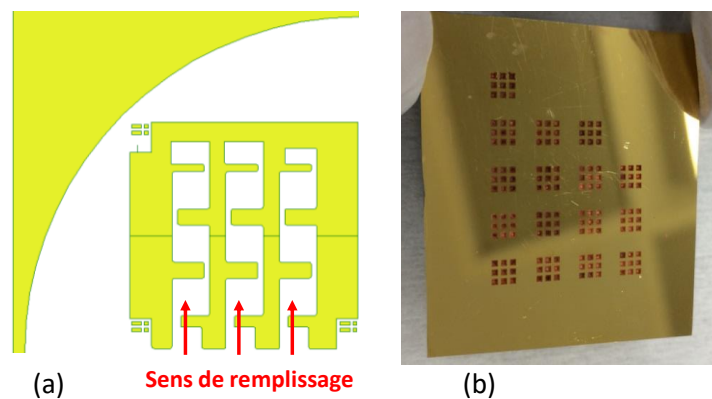
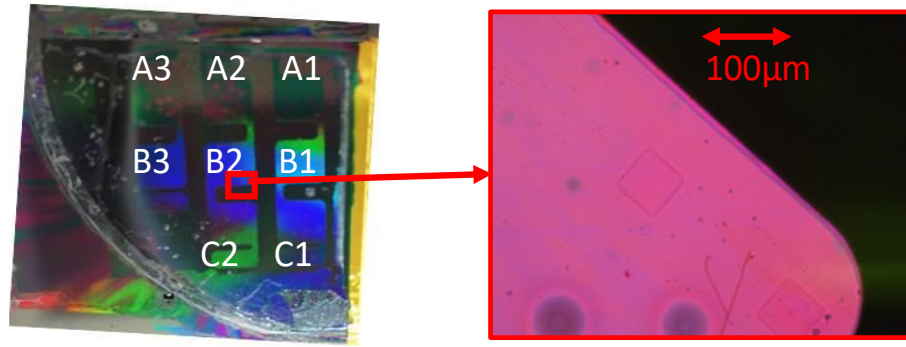


Figure III-24 : Dessin issu du masque de photolithographie du niveau DF pour un quart de wafer de 2 pouces de diamètre (a), photo du substrat VCSEL en face arrière avec les plots de cuivre (b)

Le DBR supérieur du capot comporte 8 périodes  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  (réflectivité visée = 99.5%) déposées par le C2N sur un substrat de silice fondue sur lequel ont été préalablement déposés une électrode en ITO de 23 nm en face avant et une couche anti-reflet en face arrière. Une fois l'échantillon capoté avec ce miroir et rempli avec les CL, nous l'avons caractérisé au microscope FTIR. On remarque que les plots de cuivre, qui étaient très peu visibles lors de l'alignement, sont bien visibles sur le composant complet observé entre polariseurs croisés (cf. inserts encadrés en rouge de la Figure III-25).



(a) Photo du composant VCSEL après capotage et avant remplissage et scellement des cellules à CL. On peut observer la diffraction de la lumière dans le visible, liée au réseau à l'intérieur des cellules et sur le substrat de silicium. (b) Zoom sur la zone B2 après remplissage observée entre polariseurs croisés.

### 2.3. Caractérisation des VCSELs accordables à CL à base de DF-1005

La zone photographiée de la Figure III-25 (b) correspond à la zone B2 caractérisée au FTIR. Lorsqu'on applique une tension aux bornes de la microcellule, on vérifie qu'il y a un pic fixe (mode ordinaire) et un pic qui se déplace en fonction de la tension (mode extraordinaire). En suivant la variation du pic extraordinaire situé autour de  $1,58 \mu\text{m}$  en fonction de la tension appliquée sur les CL, on obtient la courbe d'accordabilité présentée sur la Figure III-26. La tension de seuil se situe autour de 15 V et l'accordabilité est de 22 nm pour 25 V appliqués, alors que l'ISL mesuré est d'environ 62 nm.

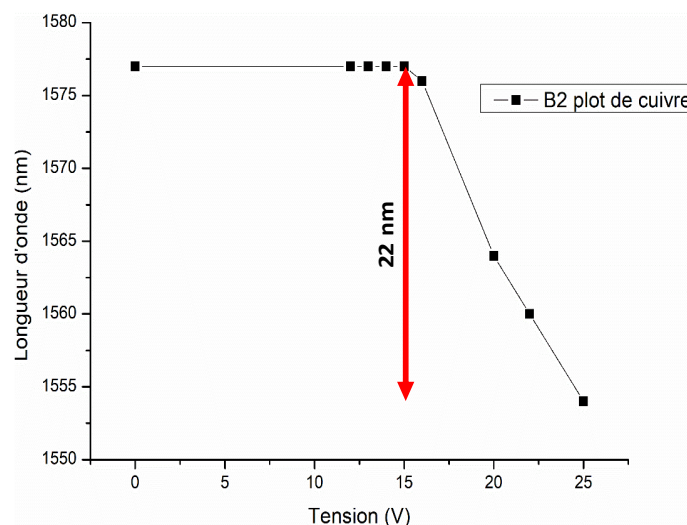


Figure III-26 : Courbe d'accordabilité issue des mesures obtenues au FTIR avec une tension de seuil autour de 15 V et une accordabilité de 22 nm autour de  $1,58 \mu\text{m}$

Cette faible gamme d'accordabilité pour 25 V appliqués peut s'expliquer par la présence d'un seuil très élevé (15 V contre 3 V pour les précédents composants) due à notre méthode de prise de contact sur l'ITO avec un scotch cuivré, qui est très peu reproductible. Elle est en effet sensible à un mauvais nettoyage de la bande d'ITO ou à une dégradation de celle-ci au cours du process (rayures possibles). Cette prise de contact est déterminante pour assurer un bon pilotage des CL lors de la caractérisation et il nous faudra l'améliorer avec une méthode de soudure plus adaptée.

L'Institut FOTON a ensuite caractérisé ce composant en pompage optique à l'aide d'un laser fibré à 980 nm. On peut voir sur la Figure III-27 la zone testée (insert rouge (a)) et le câblage réalisé par leurs soins. On remarque que la zone pompée est très proche du bord de la microcellule à cause des difficultés d'alignement évoquées précédemment. Un effet laser a néanmoins été obtenu, avec un seuil de pompage autour de 8 mW et un maximum d'émission de 1 mW pour un pompage en continu de 14 mW (Figure III-27 (b)). C'est la première fois qu'un VCSEL à microcellule à CL lase à l'ambiante en continu (CSW 2019) [108].

Toutefois, pour ce premier échantillon, il n'a pas été possible d'accorder le mode extraordinaire. En effet, la hauteur de cavité fixée par le film DF est trop élevée et conduit à favoriser systématiquement le mode ordinaire (non sensible au changement d'indice) au détriment du mode extraordinaire. Un accord spectral du mode extraordinaire a quand même pu être observé en modifiant la forme du faisceau de pompe (elliptique au lieu de circulaire), mais l'émission s'est avérée multimode pour plusieurs tensions. À la suite de ces premiers résultats, un second dispositif a donc été réalisé en visant une hauteur de cavité moindre, grâce à la technologie à base de la résine Perminex.

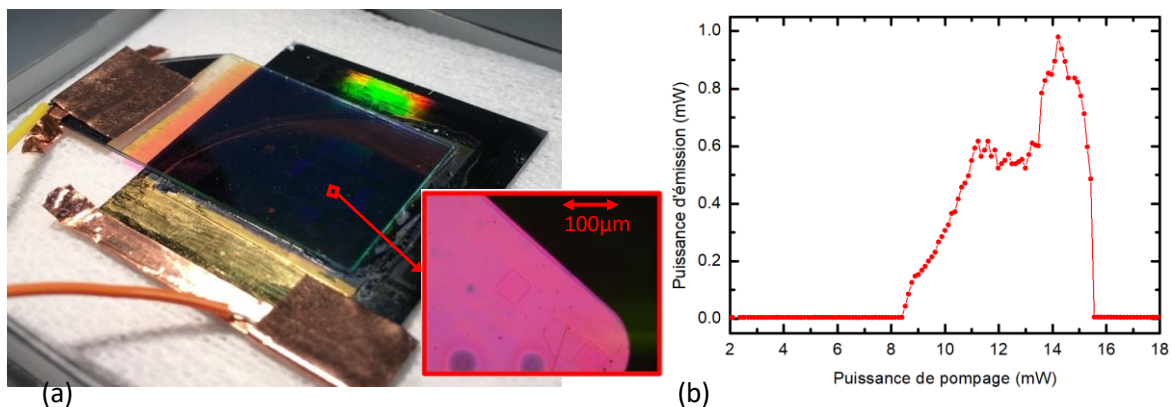


Figure III-27 : Photo du dispositif complet sur le banc de test, et en insert, une photo au microscope d'une microcellule à l'endroit des tests laser entre polariseurs croisés (a), courbe de puissance VCSEL obtenue en pompage optique en fonction de la puissance de pompage (b).

#### 2.4. Fabrication de VCSELs accordables à CL à base de la résine Perminex

Pour la seconde génération de dispositifs, la partie épitaxie des couches actives du semi-conducteur n'a pas été modifiée. La structure de la seconde génération est donc très proche de la première, comme on peut le voir sur la vue en coupe de la Figure III-28. La modification majeure réside dans le remplacement du film DF-1005 par de la résine Perminex, pour pouvoir réduire la hauteur de cavité à  $\sim 2,5 \mu\text{m}$ . Comme décrit dans le chapitre 2, la couche de 500 nm de SU-8 servant au scellement peut être supprimée grâce à la Perminex, ce qui va aussi dans le sens d'une réduction de la hauteur de cavité.

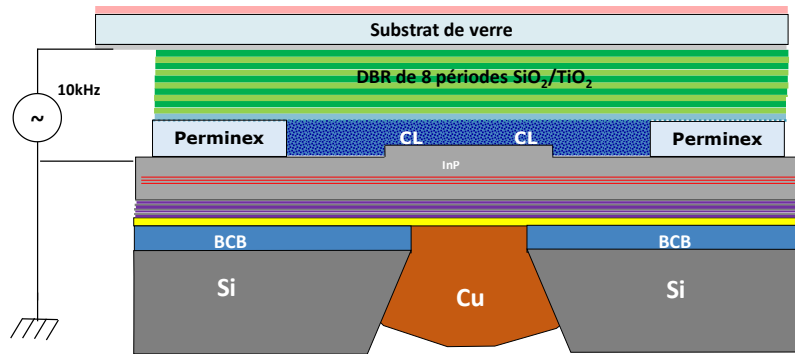


Figure III-28 : Schéma d'un composant de deuxième génération

On peut noter également la présence d'un relief supplémentaire au centre du composant lié à une gravure d'alignement réalisée par l'Institut FOTON. Cette légère gravure de l'InP (~200 nm) laisse apparaître des motifs carrés sous lesquels se trouvent les plots de cuivre (Figure III-29 (a)). Ceci nous a permis de réaliser un alignement satisfaisant pour cette seconde génération de composants, (Figure III-29 (b)) avec 9 VCSELs testables par cellule.

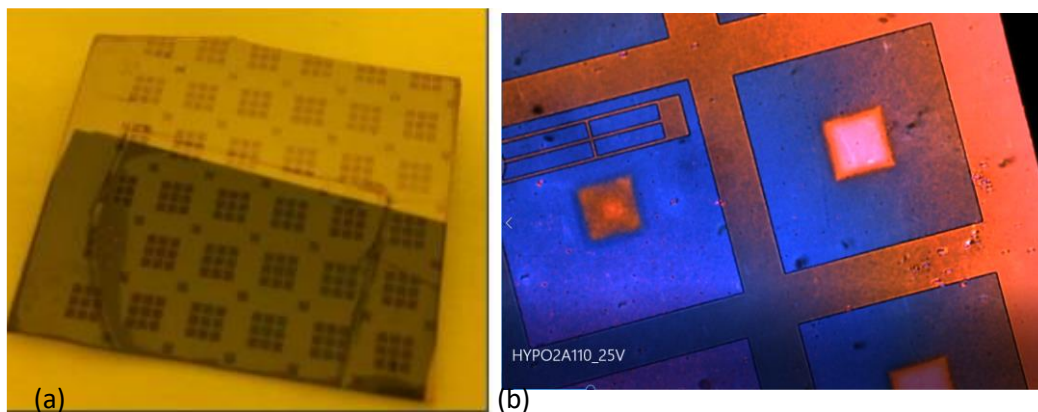


Figure III-29 : (a) Photo de la face avant de l'échantillon avant l'étape de réalisation des microcellules avec les zones carrées gravées, (b) photo après la réalisation des microcellules prise au microscope entre polariseurs croisés et avec une tension appliquée  $V_{CL} = 10$  V permettant de visualiser le bon alignement des carrés gravés en face avant avec les plots de cuivre en face arrière.

## 2.5. Caractérisation des VCSELs accordables à CL à base de résine Perminex

Une fois le remplissage des CL effectué, la partie accordable a été caractérisée à l'aide du microscope FTIR de la même manière que pour les composants de la première génération. Grâce au passage à la Perminex, l'ISL est passé de 62 nm à 88 nm (Figure III-30). Nous avons cependant rencontré de nouveau une difficulté de pilotage de ces composants, avec une tension de seuil élevée (15 V) et une accordabilité maximale mesurée à 25 V comme pour la génération précédente. Pour améliorer ces performances, nous avons donc augmenté la fréquence de modulation de la tension de pilotage des CL pour tenter de réduire les résistances d'accès. Ainsi, nous avons pu étendre la plage d'accord de 17 nm pour 2 kHz, à 26 nm pour 40 kHz. Malgré cette amélioration, l'accordabilité maximale mesurée reste toujours très inférieure à la valeur de l'ISL.



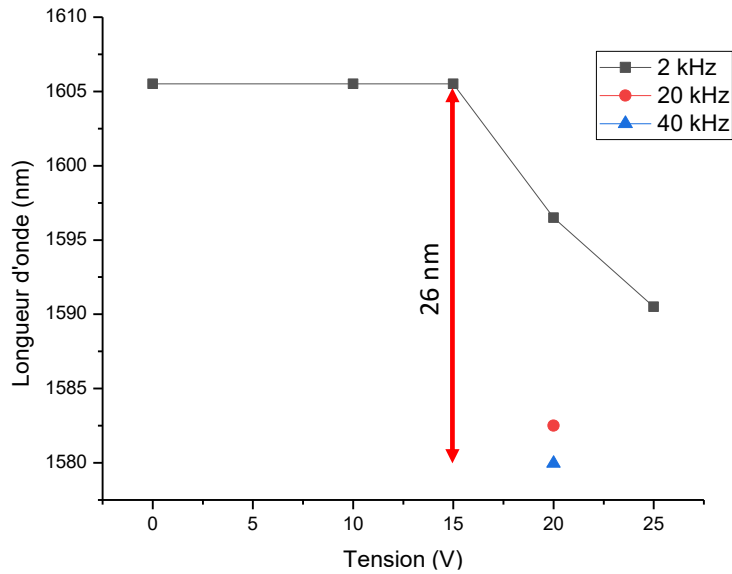


Figure III-30 : Courbe d'accordabilité (mesures FTIR) avec la tension pour plusieurs fréquences de pilotage des CLs (2 kHz, 20 kHz et 40 kHz)

À la suite des caractérisations de la partie accordable des VCSELs, le laser a été caractérisé par l'Institut FOTON en pompage optique. Seules les zones périphériques autour des plots de cuivre ont permis d'obtenir une émission laser avec des seuils faibles et de l'accorder. En effet, sur les plots de cuivre les seuils observés sont élevés et même si l'émission laser a été parfois atteinte, l'échauffement est tel que les CL se retrouvent dans leur phase isotrope rendant l'accord de l'émission laser impossible. De plus, le procédé de croissance électrolytique sur cet échantillon a probablement été mal amorcé avec une croissance du cuivre s'effectuant d'abord sur les flancs du via en Si et non au fond de celui-ci. On suppose donc la présence de porosité d'air à l'interface entre le miroir de fond de cavité et le dissipateur en cuivre rendant l'obtention de l'émission laser très difficile.

Dans les zones les plus favorables, le composant présente un seuil laser autour de 6,5 mW, ce qui correspond à 3,5 kW/cm<sup>2</sup>, soit une valeur comparable à celles obtenues par l'Institut FOTON sur des structures non accordables. Ceci est observé quelle que soit la tension  $V_{CL}$  appliquée (Figure III-31). On a donc un effet laser qui émet cette fois-ci sur le mode extraordinaire et avec une puissance qui ne varie quasiment pas avec la tension  $V_{CL}$ . En raison d'une meilleure application de la tension liée à une soudure d'un fil directement sur l'ITO, le seuil d'activation des CL est réduit de 15 V à 2 V, ce qui est proche des meilleurs seuils atteints pour les photodiodes accordables. La puissance maximale émise par ce composant VCSEL se situe autour de 0,7 mW pour une puissance de pompage de 9 mW et une tension  $V_{CL}$  de 8 V (Figure III-31).

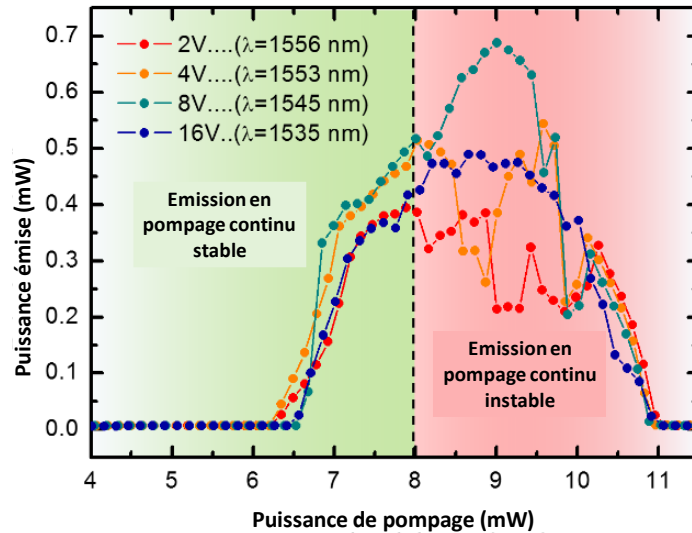


Figure III-31 : Courbes de la puissance émise en fonction de la puissance de pompage pour différentes tensions  $V_{CL}$  appliquées (mesures effectuées par l'institut FOTON)

Des mesures d'accordabilité spectrale du mode extraordinaire en fonction de la tension appliquée sur les CL ont été réalisées pour une puissance de pompage de 7,8 mW, car au-delà de cette puissance, on se retrouve dans un régime instable. L'émission oscille en effet entre les modes ordinaire et extraordinaire (Figure III-31). Pour 7,8 mW de pompage, la puissance laser émise varie entre 0,35 mW et 0,5 mW suivant la tension  $V_{CL}$ . Lorsque l'on fait varier la tension  $V_{CL}$  entre 0 et 20 V, la position spectrale du mode se décale de 23,5 nm (Figure III-32).

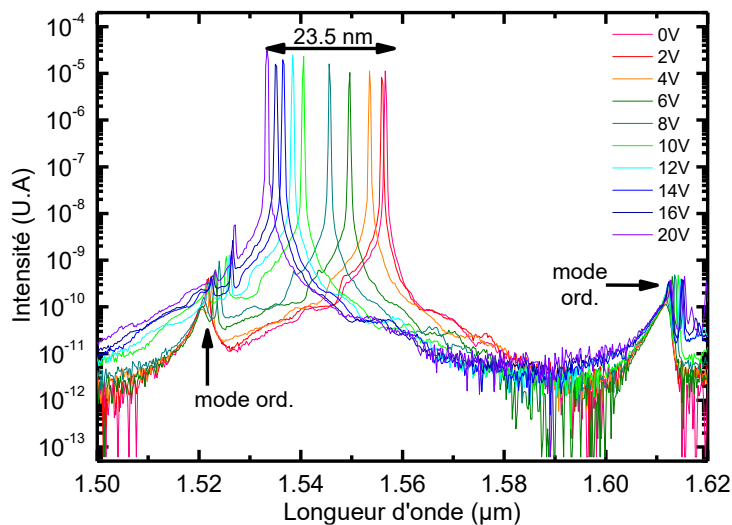


Figure III-32 : Spectres d'émission laser en fonction de la tension  $V_{CL}$  à 290 K en pompage en continu juste en dessous de la partie instable (7,8 mW) (mesures effectuées par l'institut FOTON)

Cette plage d'accord en continu de 23,5 nm est une première, même si elle représente un ratio  $\Delta\lambda/\lambda_0$  de 2 % encore faible par rapport aux résultats publiés pour les VCSEL-MEMS à 1,55  $\mu\text{m}$  (cf. chapitre 1). Cette limite peut être attribuée à des effets thermiques sur le CL E7, dont la biréfringence s'effondre au-delà de 60°C (cf. Figure II-4)[78]. En effet, il est tout à fait possible que la température dans le composant sous pompage optique dépasse 60°C dans les zones testées. Il faudra donc réduire à l'avenir l'échauffement dans le composant pour éviter ce problème. Il sera également possible d'utiliser d'autres CL présentant une température de

clarification plus élevée, comme le BL-036 de Merck ( $T_C = 90\text{ °C}$ ) ou le QYDLC-HD002 de Qing Dao ( $T_C = 145\text{ °C}$ ), afin de s'affranchir de ces effets thermiques.

## 2.6. Bilan sur les VCSELS accordables à CL à pompage optique à $1,55\text{ }\mu\text{m}$

Les deux générations de composants réalisés ont permis d'obtenir un effet laser en pompage optique en continu à l'ambiante, avec une puissance de pompe seuil légèrement supérieure à  $8\text{ mW}$  pour la première, et de  $6,5\text{ mW}$  pour la seconde. Nous avons pu augmenter l'ISL de  $62\text{ nm}$  à  $88\text{ nm}$  en diminuant l'épaisseur de la cavité entre les deux générations. Malgré cela, la gamme d'accord spectral mesurée n'a augmenté que de  $4\text{ nm}$  pour la seconde génération ( $26\text{ nm}$  au lieu de  $22\text{ nm}$ ). Cependant, une émission laser sur le mode extraordinaire a pu être obtenue et accordée sur  $23,5\text{ nm}$ . Ce résultat est le premier reporté en continu et à température ambiante pour un VCSEL utilisant des CL intra-cavité (article en cours de préparation).

## 3. Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord rappelé le principe de fonctionnement d'une photodiode et présenté l'approche visant à intégrer un filtre accordable pour réaliser un démonstrateur de photodiode accordable à CL avec une résolution spectrale de l'ordre de  $1\text{ nm}$ . Nous avons ensuite décrit comment nous avons adapté la technologie de microcellule à CL pour les composants photoniques III-V visés par le projet HYPOCAMP. Nous avons en particulier étudié l'effet de l'application d'un traitement hydrophile sur le réseau d'alignement des CL, ce qui nous a permis d'améliorer le remplissage et l'uniformité des CL dans les composants présentant des reliefs. Nous avons ensuite présenté les résultats obtenus sur les photodiodes réalisées à base de la technologie DF, avec une plage d'accord de  $80\text{ nm}$  pour  $10\text{ V}$  appliqués et une sensibilité maximale de  $0,43\text{ A/W}$ .

Sur la base de ces résultats encourageants, nous avons appliqué la même technologie à la réalisation de VCSELS accordables émettant à  $1,55\text{ }\mu\text{m}$ . Pour ces dispositifs à pompage optique, deux générations ont pu être réalisées à l'aide des deux voies de réalisation des microcellules présentées dans le chapitre 2 (DF et Perminex). Une émission laser en continu à l'ambiante a pu être démontrée dans les deux cas. La technologie Perminex a permis de réduire la hauteur des microcellules à  $2,5\text{ }\mu\text{m}$  et d'augmenter l'ISL, ce qui a conduit à une émission laser accordable sur  $23,5\text{ nm}$  pour une tension  $V_{CL}$  appliquée de  $20\text{ V}$ . La puissance d'émission est comprise entre  $0,35$  et  $0,4\text{ mW}$  pour une puissance de pompe de  $7,8\text{ mW}$ . L'accordabilité de ces composants reste encore faible par rapport à celle rapportée sur les MEMS-VCSELS dans la littérature (cf. chapitre 1) et semble limitée par des effets thermiques altérant la biréfringence du CL utilisé. Des travaux sont en cours pour optimiser le design et le process des composants et modifier le type de CL utilisé.

Nous allons maintenant présenter nos travaux sur la conception et la réalisation de VCSELS accordables à CL à pompage électrique à  $850\text{ nm}$ .

## Chapitre 4 : Conception et réalisation d'un VCSEL accordable à CL à 850 nm à pompage électrique pour le swept-source OCT

Dans ce chapitre, nous présentons les travaux de conception et de réalisation d'une source VCSEL à 850 nm accordable à cristaux liquides à pompage électrique. Ici, les principaux défis résident dans la réalisation d'une structure demi-VCSEL à injection électrique compatible avec l'insertion en surface d'une microcellule polymère à CL intracavité. Nous avons vu dans le chapitre 2 que les microcellules développées pour les filtres fonctionnant à 850 nm comportent un réseau nanostructuré de 200 nm de période afin d'éviter les pertes par diffraction. Nous allons présenter ici les autres contraintes posées par la réalisation d'un composant VCSEL à CL à 850 nm et les études que nous avons menées pour les prendre en compte.

### 1. Conception du composant

Comme pour le chapitre précédent, la structure du VCSEL accordable à pompage électrique à cristaux liquides se compose de deux parties que l'on peut fabriquer de manière indépendante : une partie 1/2-VCSEL « classique » qui est très proche d'une structure 1/2-VCSEL utilisée pour les MEMS-VCSELs et le miroir supérieur diélectrique sur verre/ITO (Figure IV-1). Il y a eu deux générations de composants réalisés à 850 nm. Le réseau d'ancrage a été soit intégré à la surface du demi-VCSEL (première génération à base de films DF-1005) soit imprimé sur le DBR diélectrique supérieur (seconde génération à base de Perminex). Nous allons tout d'abord nous concentrer sur la structure semi-conductrice commune et sur le procédé de fabrication technologique du demi-VCSEL.

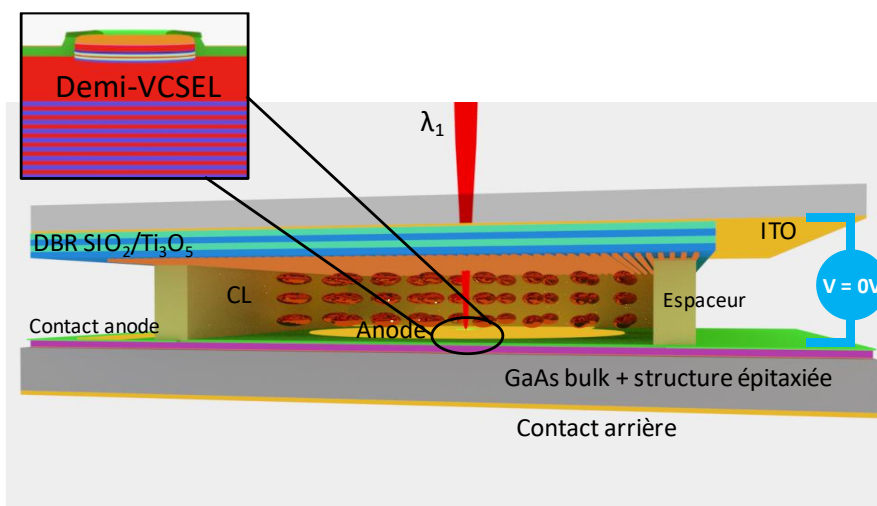


Figure IV-1 : Schéma du VCSEL accordable à microcellule à CL à pompage électrique

### 1.1. Structure multicouche du demi-VCSEL

La conception de la structure verticale a été réalisée en collaboration avec Pierluigi Debernardi du Politecnico de Turin (IEIT), expert en modélisation vectorielle opto-électrothermique des VCSELs. En s'appuyant sur l'expérience qu'il a acquise sur le design de MEMS-VCSELs lors du projet européen SUBTUNE [48] et en prenant en compte la géométrie 3D du dispositif final visé, P. Debernardi a conçu une structure multicouche 1/2-VCSEL susceptible de conduire à un effet laser monomode à température ambiante, avec une accordabilité de l'ordre de 25 nm centrée autour de 850 nm.

La structure multicouche III-V est très proche de celle utilisée par B. Kögel et al de l'Université de Chalmers. Ce design est « résonant » c'est-à-dire que le mode Fabry-Pérot de la structure complète après le remplissage des CL et à l'état initial (i.e. sans commande appliquée) sera placé à peu près à 850 nm, soit au centre de la bande de haute réflectivité du dispositif, par opposition à un design « anti-résonant », plus risqué, dans lequel le mode est volontairement décalé en bord de bande pour pouvoir couvrir une plus large gamme d'accord spectral [109]. Le détail des couches de la structure et le profil d'indice correspondant sont reportés sur la Figure IV-2. Le DBR inférieur dopé N (silicium,  $3.10^{18}$  at/cm<sup>3</sup>) comporte 36 périodes en Al<sub>15%</sub>Ga<sub>85%</sub>As/Al<sub>90%</sub>Ga<sub>10%</sub>As avec des gradualités de composition à chaque interface pour minimiser les résistances séries et optimiser l'injection électrique. La zone active, non dopée, comporte en son centre trois puits quantiques en GaAs avec des barrières en Al<sub>30%</sub>Ga<sub>60%</sub>As. L'épaisseur des puits a été calculée pour conduire à un maximum de gain à ~843 nm. En effet, dans les VCSELs standards, on vise en général pour le pic d'électroluminescence des puits une position spectrale plus courte que celle de la résonance Fabry-Pérot, afin de compenser l'échauffement inévitable du composant sous injection électrique. Ce detuning vers le bleu permet de maximiser la plage de fonctionnement possible. Suite aux caractérisations de la première génération de composants, un deuxième design a ensuite été réalisé en 2018 avec un detuning plus élevé (position du maximum du gain à 830 nm) (cf. Tableau 5).

Dans la partie supérieure, dopée P (carbone,  $5 \times 10^{17}$  at/cm<sup>3</sup>), on retrouve une couche de 30 nm en Al<sub>98%</sub>Ga<sub>2%</sub>As qui sera oxydée latéralement pendant le procédé de fabrication afin de permettre un confinement électrique et optique dans le demi-VCSEL (AlOx). Les couches supérieures en Al<sub>15%</sub>Ga<sub>85%</sub>As sont des couches de « spreading » servant à propager depuis le contact intracavité le courant électrique en surface avant qu'il ne se concentre vers le diaphragme d'oxyde enterré. Le niveau de dopage P dans ces couches est modulé en tenant compte de la position des maxima et des minima du champ stationnaire dans la structure afin d'éviter les pertes optiques. La variation de dopage est de  $10^{18}$  à  $10^{19}$  at/cm<sup>3</sup> pour le premier design, et de  $5.10^{17}$  à  $5.10^{18}$  at/cm<sup>3</sup> dans le second.

Enfin, la dernière couche épitaxiée est la couche de contact en GaAs P++, surdopée à  $1 \times 10^{20}$  at/cm<sup>3</sup> pour assurer un contact ohmique avec l'anode métallique supérieure. Notons que, contrairement au cas des VCSELs standards, cette couche doit impérativement être gravée dans la zone d'émission après la réalisation du contact, car elle va se trouver au centre de la cavité laser. Son épaisseur est de 70 nm dans le premier design et a ensuite été portée à 90 nm dans le second afin de compenser la réduction du niveau de dopage modulé dans les couches sous-jacentes de « spreading » du courant.

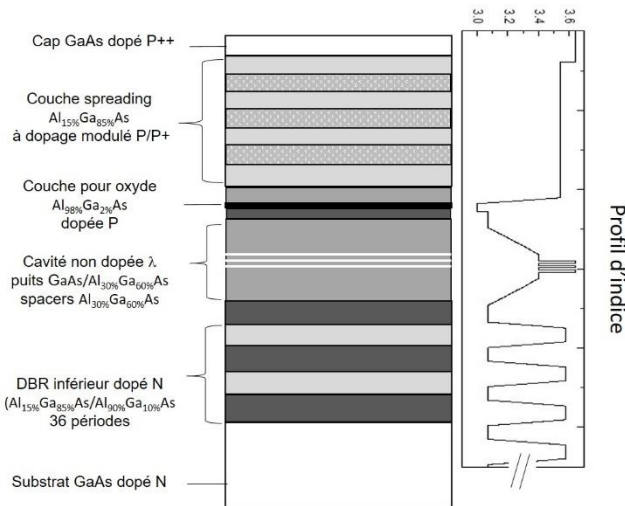


Figure IV-2 : Description du demi-VCSEL à design résonant et profil d'indice correspondant

	Design 1	Design 2
EL puits quantiques visée	843 nm	830 nm
Niveaux de dopage p/p+ couche spreading	$10^{18} - 10^{19}$ at/cm <sup>3</sup>	$5.10^{17} - 5.10^{18}$ at/cm <sup>3</sup>
Épaisseur cap GaAs p++	70 nm	90 nm

Tableau 5 : Différences principales entre les deux générations de demi-VCSELs épitaxiés

Le spectre de réflectivité attendu pour cette structure 1/2-VCSEL avant et après gravure du cap est représenté sur la Figure IV-3 (design 2). Le creux de réflectivité après gravure doit être à peu près positionné au centre de la bande de haute réflectivité.

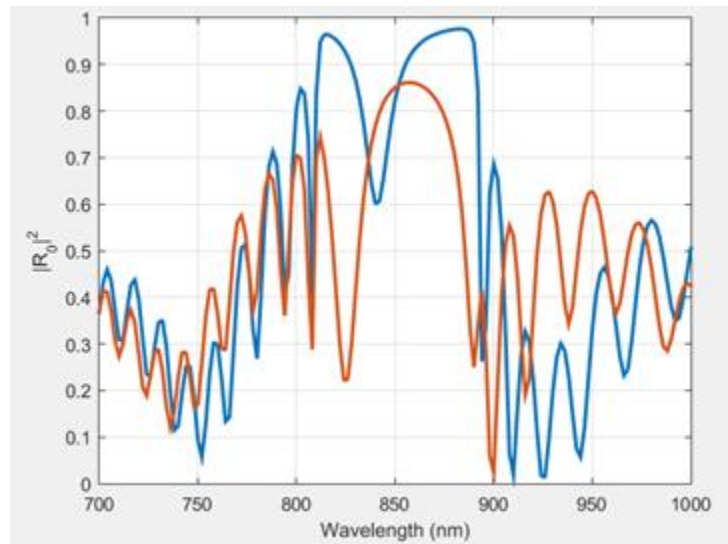


Figure IV-3 : Spectres de réflectivité attendus avant (courbe orange) et après (courbe bleue) la gravure du cap (design 2) (Calculs IEIIT)

## 1.2. Miroir diélectrique supérieur

Le DBR supérieur est composé d'un empilement d'une dizaine de périodes en (SiO<sub>2</sub>/Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub>) déposé par pulvérisation cathodique par la compagnie Optimask sur des substrats

verre/ITO rectangulaires de 2 cm par 2,2 cm de chez PGO. La réflectivité de ce miroir est supérieure à 99,6 % à  $850 \pm 50$  nm (Figure IV-4). Ce sont les mêmes miroirs qui ont été utilisés pour les filtres accordables à 850 nm présentés dans le chapitre 2.

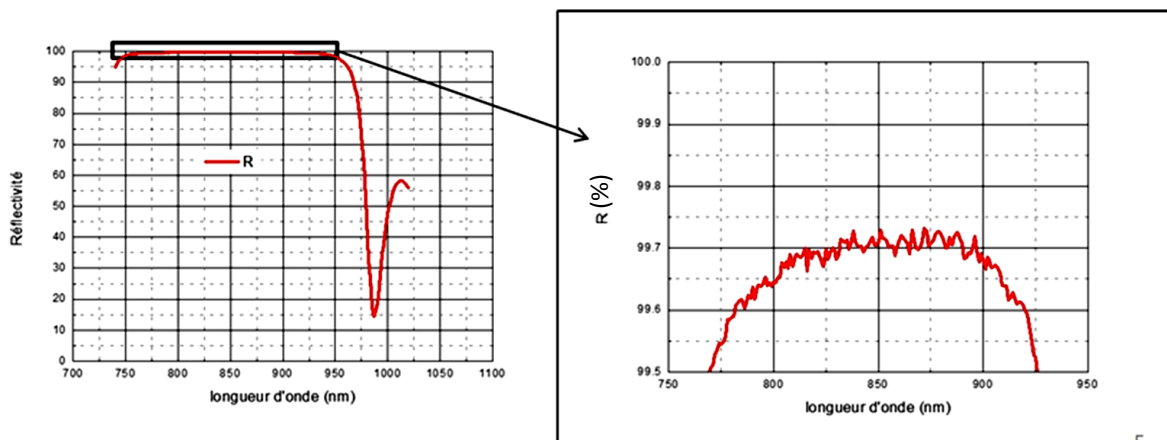


Figure IV-4 : Spectre de réflectivité du miroir supérieur réalisé par la société Optimask sur les capots ITO/verre

### 1.3. Épaisseur de cristal liquide intracavité

Dans le composant que nous avons conçu, l'épaisseur de CL intracavité est fixée d'une part par la hauteur des murs en polymère de la microcellule à CL et d'autre part, par le relief au centre du demi-VCSEL. Du point de vue optique, l'épaisseur optimale de CL résulte d'un compromis entre l'intervalle spectral libre (ISL), sur lequel le laser pourra être accordé continuellement sans sauts de mode, et la variation maximale de la position du mode pour une tension donnée. L'ISL sera d'autant plus grand que l'épaisseur de cavité sera petite, et donc de CL, sera faible, alors que l'effet du CL sur le déplacement spectral du mode sera d'autant plus important que l'épaisseur de CL sera élevée [110]. Il faut donc réaliser un compromis sur l'épaisseur de CL pour garantir un fonctionnement en régime monomode sur une plage d'accordabilité maximale.

Nous avons vu dans le chapitre 2 que, pour  $3,5 \mu\text{m}$  d'épaisseur de CL, le filtre réalisé à 850 nm présentait un ISL de 38,7 nm et une accordabilité sur tout l'ISL. L'ISL et l'accord spectral maximal sont cependant plus faibles pour le cas du VCSEL à CL, car l'épaisseur effective de cavité est plus élevée en raison de la pénétration de l'onde dans la partie III-V. De plus, on va être limité par la demi-largeur de la stop-band du miroir inférieur, notamment pour le cas d'un design résonant ( $\sim 30$  nm) comme illustré sur la Figure IV-5.

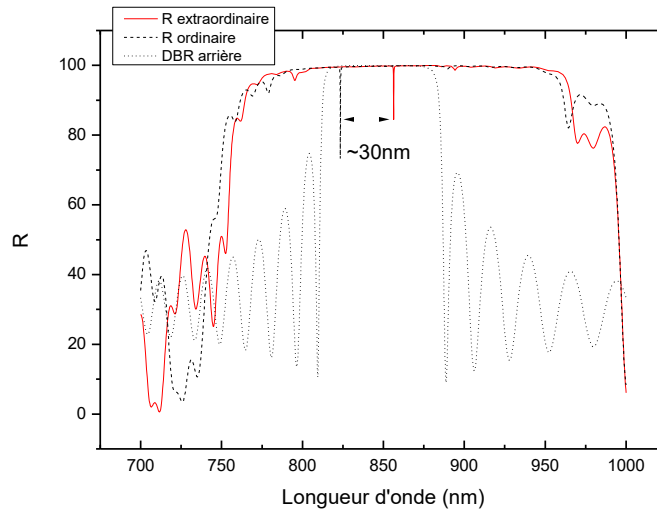


Figure IV-5 : Spectres de réflectivité simulé du composant complet visé suivant l'axe ordinaire (pointillés noir) et extraordinaire (rouge) et spectre de réflectivité du DBR inférieur (tirets noirs)

Nous avons simulé la variation du mode FP de l'empilement multicouche visé en fonction de l'épaisseur de CL intracavité en supposant une épaisseur de SU-8 de  $0,6 \mu\text{m}$ . Si la biréfringence est de  $0,2$  (E7 standard), il semble possible d'atteindre  $25 \text{ nm}$  d'accordabilité monomode avec une épaisseur de  $2 \mu\text{m}$  de CL (Figure IV-6). Notons que si l'on exploite une biréfringence de seulement  $0,14$  pour le E7 (cf. paragraphe suivant), la plage maximale sera plutôt de  $\sim 20 \text{ nm}$  pour une épaisseur de  $\sim 3,5 \mu\text{m}$  de CL (Figure IV-6). On voit donc qu'en fonction des besoins, il sera nécessaire d'avoir une épaisseur de CL comprise entre  $2$  et  $3,5 \mu\text{m}$ .

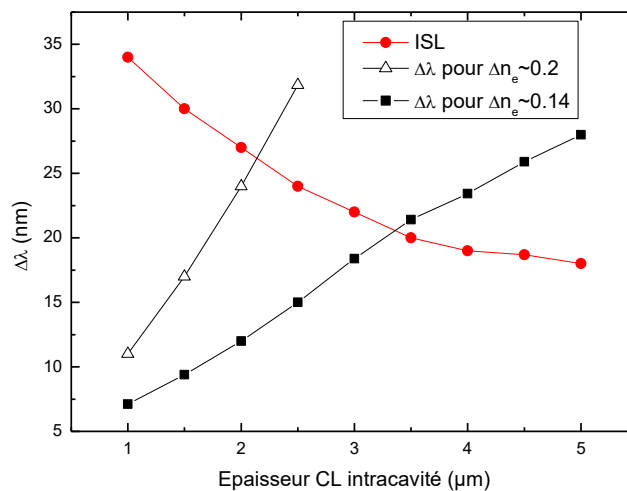


Figure IV-6 : Accordabilité  $\Delta\lambda$  et ISL en fonction de l'épaisseur de CL intracavité

#### 1.4. Sélection de la polarisation dans le VCSEL accordable

Comme expliqué précédemment, les CL sont biréfringents. Lorsque l'on applique une tension, on modifie la valeur de l'indice extraordinaire, alors que l'indice ordinaire va rester fixe, ce qui veut dire que l'épaisseur optique va varier uniquement pour la polarisation extraordinaire. Pour avoir un seul mode laser et que ce mode soit accordable, il est donc nécessaire de sélectionner la polarisation de la lumière. Ainsi, on évite que les modes ordinaire et extraordinaire coexistent ou que le mode ordinaire soit favorisé au détriment du mode extraordinaire, ce qui rendrait le VCSEL non-accordable.



Le contrôle de la polarisation dans les VCSELs a mobilisé de nombreux efforts de recherche ces vingt dernières années, car ce contrôle est impératif pour la plupart des applications capteurs et pour certaines applications datacom [108]. Pour fixer la polarisation d'un VCSEL standard, plusieurs voies sont possibles. On peut introduire une anisotropie au niveau du gain, comme prévu par l'institut FOTON dans le projet HYPOCAMP, avec les brins quantiques sur InP, (cf. chapitre 3). Malheureusement, l'anisotropie de gain dans les puits quantiques standard en GaAs (100) est très faible. On peut également agir sur la géométrie du composant en le rendant asymétrique, mais cette approche ne permet pas une sélectivité suffisante et rend souvent la fabrication plus complexe. L'anisotropie peut être également introduite au niveau de la réflectivité du miroir supérieur, avec la gravure d'un réseau sub-longueur d'onde en surface du DBR (solution la plus efficace et adoptée dans les VCSELs standards commerciaux) ou encore en optant pour un miroir supérieur à réseau sub-longueur d'onde à haut contraste d'indice (HCG). Ces deux solutions ont été évaluées par P. Debernardi et il s'avère qu'elles ne sont pas applicables au composant VCSEL accordable que nous souhaitons réaliser. En effet, notre technologie hybride est basée sur des couches de polymère dont l'épaisseur ne peut être maîtrisée avec une précision meilleure que  $\pm 300$  nm. Les structures à réseaux sub-longueur d'onde sont donc beaucoup trop sensibles pour être résonantes pour de telles variations d'épaisseur. Nous avons donc recherché un moyen de sélection alternatif qui soit compatible avec nos incertitudes technologiques.

Afin de sélectionner la polarisation du mode extraordinaire, P. Debernardi a donc conçu un guide optique 3D qui permet de favoriser le mode extraordinaire en exploitant la biréfringence du CL (rappel pour E7 :  $n_o=1,52/n_e=1,72$ , soit  $\Delta n \sim 0,2$ ).

Un anneau circulaire composé d'un matériau transparent à 850 nm, dans notre cas de l'oxynitride de silicium (ou  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ ) est rajouté en surface du demi-VCSEL avant la fabrication de la microcellule à CL (Figure IV-7). Cet anneau va former la gaine d'un guide optique cylindrique dont le cœur sera composé de cristal liquide après le remplissage de la microcellule. L'indice du matériau de l'anneau doit être légèrement supérieur à l'indice ordinaire du CL, ce qui est le cas du  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  que nous avons mis au point ( $n_{\text{gaine}}=1,58$ ). Notons qu'on aurait pu également utiliser de la SU-8, dont l'indice est de 1,58. Le  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  a été choisi car ce matériau peut aussi servir pour la couche de passivation du  $\frac{1}{2}$ -VCSEL. Ainsi, il ne sera pas nécessaire de créer un niveau de fabrication supplémentaire.

Dans ces conditions, pour la lumière émise suivant la polarisation ordinaire, le cœur aura un indice plus faible ( $n_{\text{cœur}}=1,52$ ) que la gaine ( $n_{\text{gaine}}=1,58$ ) et il n'y aura pas de guidage (Figure IV-7(a)). En revanche, pour la polarisation extraordinaire, comme on aura un indice de cœur plus élevé,  $n_{\text{cœur}}=n_e$ , il y aura guidage (Figure IV-7 (b)). Ce guidage sera efficace pour  $n_e$  compris entre 1,74 et 1,59, donc pour une gamme de biréfringence du CL E7 réduite ( $\Delta n \sim 0,14$ ), mais a priori suffisante pour accorder le mode sur 25 nm.

Pour le bon fonctionnement de cette méthode de sélection du mode, l'épaisseur de l'anneau doit être au moins égale à 600 nm, afin d'assurer un effet de guidage. La dimension de l'ouverture du  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  au niveau de la zone d'émission n'est pas critique. Il suffit que son diamètre soit légèrement inférieur ou égal à la taille de l'ouverture de l'oxyde enterré.

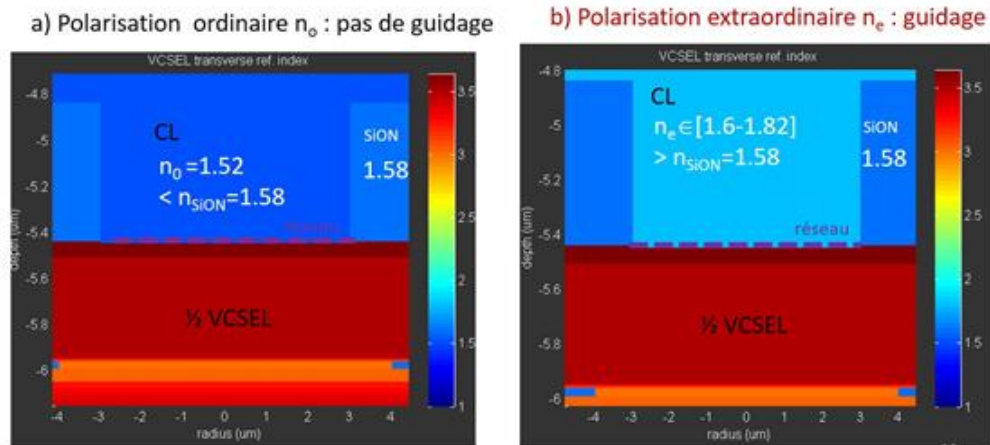


Figure IV-7 : Vue en coupe zoomée de la cavité VCSEL à CL avec anneau anti-guidant en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  d'indice optique légèrement supérieur à l'indice du mode ordinaire  $n_o$ . À gauche : cas de la polarisation ordinaire :  $n_o < n_{\text{SiO}_x\text{N}_y}$  pas de guidage. À droite : cas de la polarisation extraordinaire :  $n_e > n_{\text{SiO}_x\text{N}_y}$  sélection du mode par guidage optique

Si on considère une épaisseur de CL de  $2,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$ , un réseau d'ancrage directement gravé sur la surface du demi-VCSEL et un diaphragme d'oxyde enterré de  $8 \mu\text{m}$  de diamètre, les simulations indiquent que, grâce à l'insertion du guide annulaire en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  de  $6 \mu\text{m}$  de diamètre interne, on devrait obtenir une anisotropie de gain suffisante entre les polarisations ordinaire et extraordinaire, et ce pour une gamme d'indice extraordinaire comprise en 1,58 et 1,72 et pour toutes les épaisseurs probables fixant la hauteur de la microcellule (séries de points colorés) (Figure IV-8). Ces simulations semblent donc indiquer que la méthode de sélection par guidage optique devrait être adaptée à nos incertitudes de fabrication.

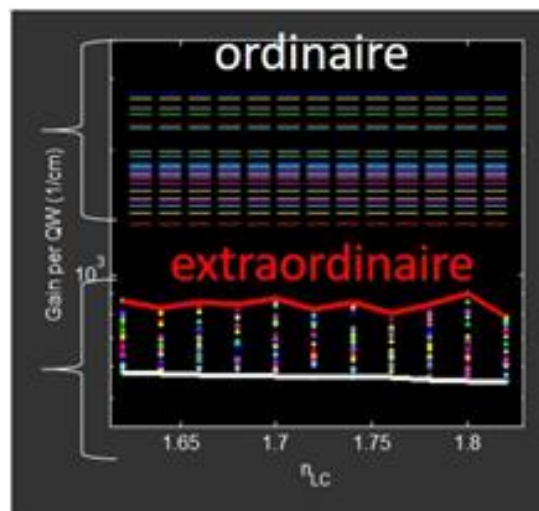


Figure IV-8 : Calcul du gain au seuil des modes ordinaire et extraordinaire du laser (cas du réseau imprimé sur le 1/2 VCSEL) par simulation vectorielle 3D (IEIIT Torino) : le mode extraordinaire est favorisé quelle que soit la valeur de l'indice du CL ( $n_{\text{CL}}$ ) et pour toutes les épaisseurs probables de polymère mises en jeu (points colorés).

Le modèle développé par l'IEIIT a été également exploité pour estimer la plage de variation spectrale du mode extraordinaire en fonction de la variation de  $n_e$  et de l'épaisseur de polymère formant les espaceurs. Pour tous les cas considérés, il semble possible d'émettre sur un mode laser extraordinaire et de l'accorder sur une plage de l'ordre de  $\sim 25 \text{ nm}$ . Il y aura cependant des épaisseurs de polymère moins favorables que d'autres, pour lesquelles on aura

une discontinuité liée à un saut de mode à l'ordre supérieur au milieu de la plage de variation de  $n_e$ . Ces premiers calculs encourageants devront être de toute façon affinés après confrontation à des premiers résultats expérimentaux pour pouvoir établir des règles de design plus précises. Notons que dans le cas où le réseau d'ancrage est intégré sur la face opposée au  $\frac{1}{2}$ -VCSEL (i.e. sur le DBR du capot supérieur), les calculs de l'IEIIT indiquent que la sélectivité du mode sera moins élevée avec une accordabilité totale de l'ordre de 20 nm.

Nous allons maintenant détailler les méthodes de fabrication en salle blanche que nous avons utilisées pour fabriquer les composants de première et de deuxième génération.

## 2. Procédé de fabrication technologique de 1<sup>ère</sup> génération à base de films DF-1005

Suite à la phase de conception optique, un premier procédé de fabrication a été défini et des masques de photolithographie dédiés ont été réalisés. On peut voir sur la Figure IV-9 une vue en coupe du composant visé pour la première génération basée sur l'utilisation d'une microcellule à base de films secs en DF-1005 présentée dans le chapitre 2.

Pour rappel, l'utilisation du film DF-1005 pour fabriquer les espaceurs de la microcellule impose de sceller le capot supérieur à l'aide d'une couche de SU-8 de 500 nm. Ceci implique donc de réaliser le réseau d'ancrage des CL de l'autre côté, i.e. sur le demi-VCSEL. Or, à l'inverse d'un composant à pompage optique, le demi-VCSEL à pompage électrique présente des reliefs relativement importants liés aux différents mesas et métallisations. Ceci impose donc des nouvelles contraintes sur la fabrication du réseau qui doit être localisée. De plus, comme déjà évoqué, ce réseau d'alignement ne doit pas engendrer de pertes par diffraction à 850 nm à l'intérieur de la cavité ; sa période doit donc être inférieure à 250 nm.

Par ailleurs, la gravure de mesa du demi-VCSEL doit être suffisamment profonde ( $\sim 2,5 \mu\text{m}$ ) pour pouvoir conduire, à partir d'une hauteur de mur de  $5 \mu\text{m}$ , fixée par le film DF-1005 et d'une épaisseur de passivation en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  de 650 nm, à une épaisseur finale de CL comprise entre 2 et  $3 \mu\text{m}$  au centre du composant afin d'obtenir un fonctionnement monomode sur une large gamme. Nous verrons que cette gravure de mesa a été prévue en deux étapes pour conduire à un relief moins abrupt et assurer ainsi une bonne continuité de la métallisation en aluminium déportée à l'extérieur de la microcellule.

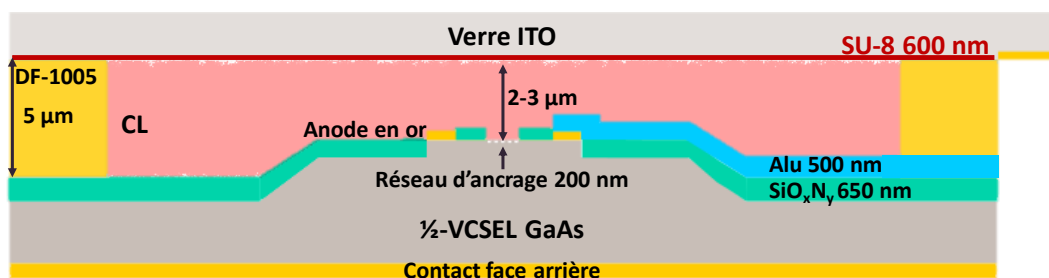


Figure IV-9 : Vue en coupe d'un composant individuel comportant deux gravures de mesa et un réseau d'ancrage des CL gravé en surface du  $\frac{1}{2}$ -VCSEL.

### 2.1. Épitaxie du $\frac{1}{2}$ -VCSEL

La croissance des structures de première génération a été réalisée par épitaxie par jets moléculaires au LAAS-CNRS par Alexandre Arnoult, ingénieur de recherches dans la plateforme technologique. Malheureusement, notre bâti d'épitaxie (RIBER 412) a été inutilisable pour les croissances VCSELs de novembre 2016 à juillet 2018, ainsi que pendant

les fermetures pour la modification du système de traitement de l'air de la salle blanche durant 4 mois en 2018 et 4 mois en 2019, soit 26 mois en tout sur une durée de thèse de 3 ans. Dans ces conditions, les croissances qui ont pu être réalisées ne l'ont pas été dans les conditions optimales. Malgré un travail important mené sur la minimisation des dérives de flux pendant la croissance, aucune des épitaxies n'a donné entière satisfaction en ce qui concerne les épaisseurs, les compositions et le niveau de dopage des couches déposées. De plus, la présence de nombreux défauts ovales a été constatée en surface des couches de première génération. Ces plaques ont été néanmoins processées pour valider les modifications du procédé en attendant l'obtention de couches optimisées.

La Figure IV-10 montre le spectre de réflectivité mesuré au FTIR avant gravure de la meilleure structure qui a pu être obtenue en 2016 (A-637). Il n'est pas en très bon accord avec le spectre visé, mais on obtient un fit approximatif en appliquant dans le modèle de réflectivité (basé sur un formalisme matriciel) une variation moyenne d'épaisseur de -3%. De plus, le maximum du gain des puits mesurés sur un échantillon de référence élaboré au même moment se situe à 851 nm, ce qui va créer un « detuning » défavorable vers le rouge. Néanmoins, cette première structure était la seule disponible et a donc été utilisée pour la réalisation des premiers composants et pour la validation des briques technologiques.

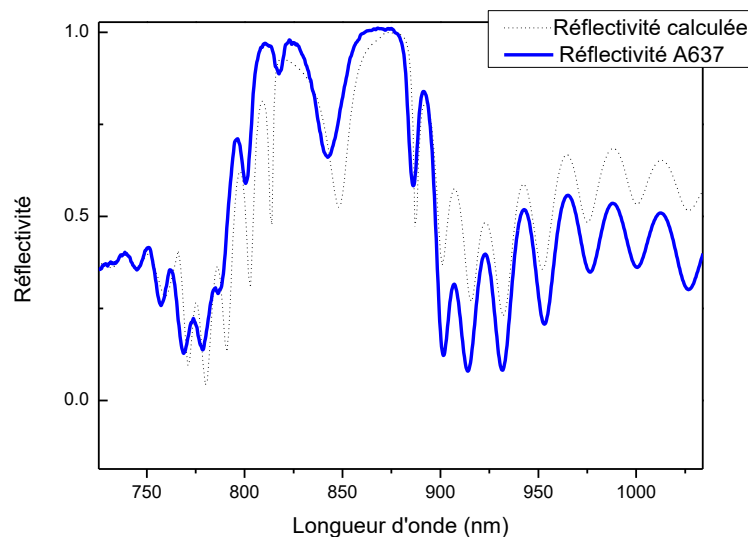


Figure IV-10 : Spectre de réflectivité de la structure A637 épitaxiée par MBE au LAAS ( avant gravure du cap)

## 2.2. Masques et étapes de fabrication de la 1<sup>ère</sup> génération

La Figure IV-11 présente une vue générale des 6 niveaux de masques de fabrication que nous avons conçus pour un wafer de 2 pouces, ainsi qu'une vue zoomée des motifs définis sur un quart de wafer et sur un composant individuel, sur lequel on retrouve les anodes et l'anneau de guidage diélectrique. L'enchaînement des étapes de fabrication correspondant à ces 6 niveaux de photolithographie UV et à une gravure localisée par FIB est détaillé dans le Tableau 6.

Les composants sont arrangés par matrices de 5 ou de 8 dans des microcellules carrées espacées de 4 mm (soit 9 cellules par quart de wafer, avec un niveau de masque identique à celui utilisé dans les chapitres précédents). L'écart entre VCSELs d'une même matrice a été fixé à 1 mm, pour correspondre au cahier des charges de l'imageur DOCT-VCSEL. Les

contacts métalliques sont déportés vers l'extérieur des microcellules grâce à des pistes en aluminium. Le procédé est réalisé sur deux pouces et l'échantillon est clivé en quatre quarts juste après la fabrication des murs en DF-1005. On procède ensuite au scellement et au remplissage des CL.

Nous allons maintenant détailler les étapes successives du process et en particulier celles qui ont nécessité des développements ou des adaptations particulières (soulignées dans le tableau). Les étapes de fabrication de la partie III-V sont des étapes classiques pour un VCSEL à diaphragme d'oxyde, à l'exception de la gravure localisée du cap en GaAs, de la gravure du deuxième mesa et de la définition de l'anneau en SiON. La partie microcellule à CL est reprise des travaux décrits dans le chapitre 2.

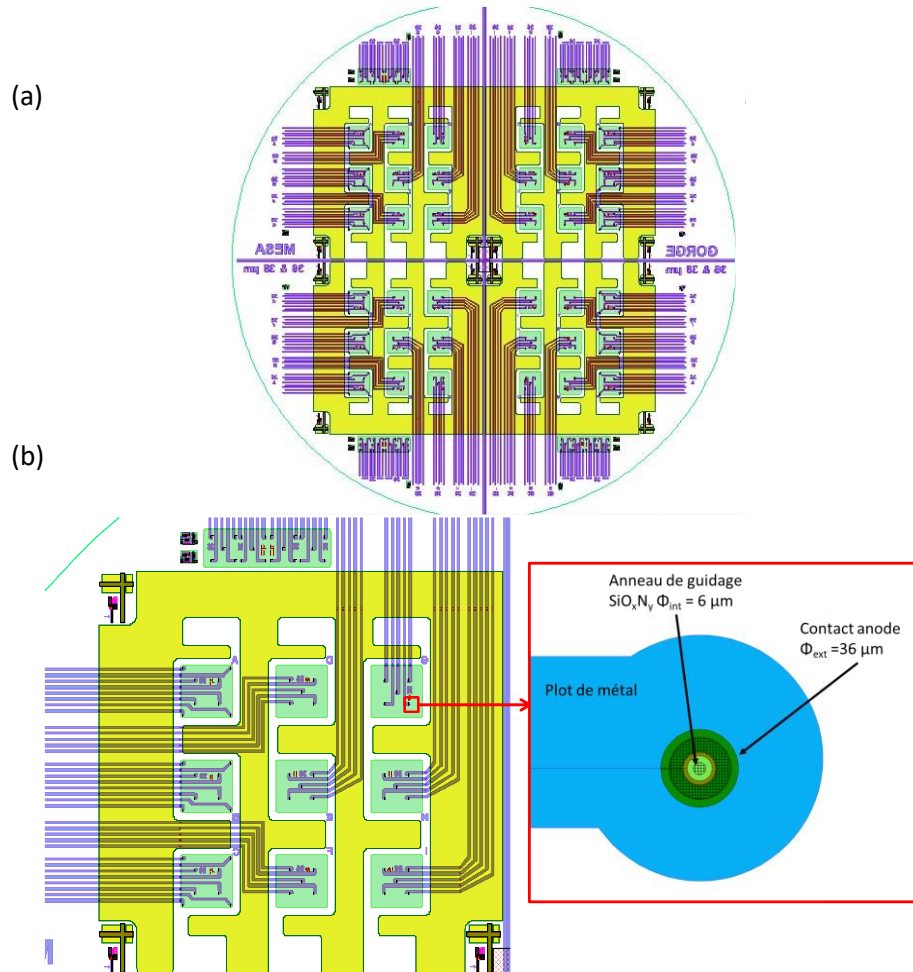


Figure IV-11 : (a) Vue générale des masques de fabrication sur plaque 1/2-VCSEL de deux pouces de diamètre, (b) Zoom sur un quart du masque correspondant à la taille finale de la matrice de VCSELS et sur la zone d'émission d'un composant individuel comportant un anneau diélectrique guidant

Étapes de fabrication procédé de 1 <sup>ère</sup> génération	Niveau Masque
<b>Partie III-V :</b>	
- <u>Épitaxie</u>	-
- Dépôt cathode AuGe/Ni/Au (contact N face AR)	-
- Dépôt et ouverture anode Ti/Au par lift-off (contact P face AV)	<b>L0</b>
- <u>Gravure humide du cap GaAs</u>	-
- Gravure ICP-RIE mesa 1	<b>L1</b>
- <u>Gravure ICP-RIE mesa 2</u>	<b>L2</b>
- <u>Oxydation thermique sélective (AlOx) et recuit du contact AR</u>	-
- <u>Dépôt SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> par ICPECVD et ouvertures contact et guide annulaire</u>	<b>L3</b>
- <u>Dépôt aluminium et ouverture contact métallique par gravure humide</u>	<b>L4</b>
<b>Partie μ-cellule à CL :</b>	
- Transfert thermique doux DF1005 et photolithographie des murs cellules	<b>L5</b>
- Clivage en 4 du wafer	-
- <u>Fabrication localisée réseau d'alignement sur le ½ VCSEL (FIB)</u>	-
- Traitement de surface du réseau d'alignement (uniformité)	-
- Dépôt couche de scellement SU-8 sur le capot	-
- Scellement par impression thermique du capot sur le ½ VCSEL	-
- Remplissage CL à chaud sous vide	-

Tableau 6 : Listes des étapes du procédé complet de première génération et des niveaux de photolithographie correspondants

i. Contacts métalliques de type N et P

La première étape du procédé de fabrication consiste en la réalisation de la cathode commune de type N en face arrière du substrat, avec le dépôt par évaporation sous vide d'une séquence AuGe (220 nm) puis de Ni(50 nm)/Au(150 nm). Ce contact sera allié lors de l'étape d'oxydation enterrée à 420 °C pour le rendre ohmique.

Une fois le contact face arrière réalisé, on dépose en face avant de la résine photosensible négative n-LOF d'une épaisseur d'environ 2,5 μm pour définir les anodes par la méthode de lift-off (niveau L0). Les paramètres d'insolation, de recuit et de développement de la résine permettent d'avoir des flancs inclinés rentrants pour la résine, ce qui est nécessaire pour le lift-off.

Nous avons testé deux motifs d'anode différents, un motif annulaire classique et un motif formant une gorge autour du futur mesa, comme on peut le voir sur la Figure IV-12. L'utilisation de ce motif prospectif a été motivée par la recherche d'une meilleure uniformité de l'oxyde enterré et par l'objectif à plus long terme de passer à une technologie totalement planaire. Elle nous a permis de vérifier l'impact du design du mesa sur la vitesse et l'uniformité de l'oxydation sélective (cf. paragraphe sur l'oxydation).

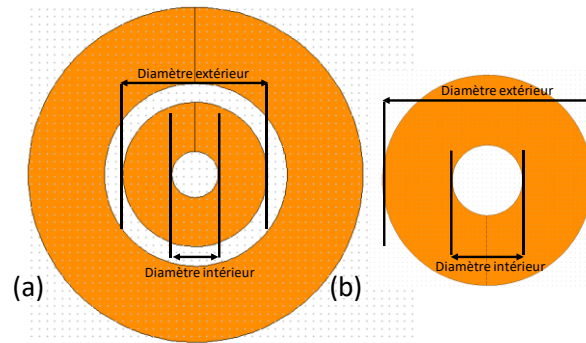


Figure IV-12 : Motifs de définition des anodes (a) de type "gorge" et (b) de type "mesa"

Le diamètre extérieur des anodes est égal soit à  $36\ \mu\text{m}$  soit à  $38\ \mu\text{m}$ , et le diamètre intérieur mesure  $12\ \mu\text{m}$  dans les deux cas. Nous avons en effet prévu deux tailles de diamètre extérieur d'anode, car c'est l'anode qui va servir de masque de gravure sèche pour le premier mesa et ainsi assurer un auto-centrage du centre du mesa avec la zone d'émission. En prévoyant deux tailles de composants, on aura deux tailles d'ouvertures d'oxyde enterrées, et ainsi on maximisera nos chances d'obtenir des composants fonctionnels et monomodes.

On procède ensuite au dépôt par évaporation d'une bicouche Ti/Au ( $50\ \text{nm}/150\ \text{nm}$ ), le titane servant de couche d'accroche sur le GaAs. On peut voir sur la Figure IV-13 une représentation du wafer en cours de fabrication après le dépôt métallique des anodes et avant le lift-off. On voit bien les flancs inclinés qui permettent un bon accès du solvant pour dissoudre la résine (Figure IV-13(a)) et l'échantillon après lift-off, avec le métal qui ne reste comme prévu qu'au niveau des anodes (Figure IV-13(b)).

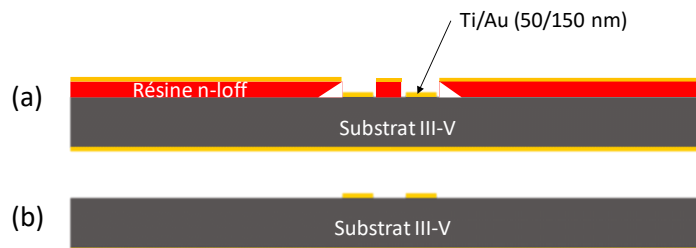


Figure IV-13 : Schéma du wafer après le dépôt métallique Ti/Au avant le lift-off (a) et après (b)

### 2.3. Gravure locale du cap de GaAs P++

La couche supérieure en GaAs P++ (appelé cap layer) permet d'assurer la qualité de la prise de contact entre l'anode et le semiconducteur III-V et doit être éliminée au niveau des zones d'émission, car elle est très absorbante à  $850\ \text{nm}$ . Pour cette première génération, l'étape de gravure locale du cap layer en GaAs P++ a été réalisée après la fabrication des contacts face arrière et face avant, sans niveau de masque dédié, en utilisant simplement l'anode comme masque (Figure IV-14).

Cette étape devait être initialement effectuée par gravure plasma avec un gaz chloré, mais le seul équipement d'ICP-RIE disponible à cette période s'est avéré inadapté, en raison d'une vitesse de gravure trop élevée. En effet, ce réacteur a un temps de stabilisation du plasma supérieure à la durée de gravure nécessaire ( $\sim 10\ \text{s}$ ).

Nous avons donc opté pour une gravure sélective par voie humide, mise au point par J.B. Doucet, ingénieur d'étude dans notre plateforme technologique. Cette solution à base d'acide citrique monohydraté et d' $\text{H}_2\text{O}_2$  (2%) permet de graver le GaAs avec une durée suffisamment longue (2 minutes). La précision de gravure est cependant trop faible, de l'ordre

de  $\pm 20$  nm. Nous avons donc choisi de graver légèrement la couche dopée en AlGaAs ( $x=15\%$ ) située juste en dessous du cap, pour éviter de laisser une couche absorbante en surface. Malheureusement, nous avons parfois constaté une dégradation de l'état de surface de cette couche.

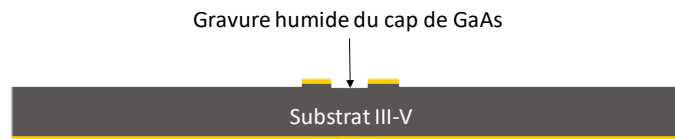


Figure IV-14 : Gravure humide du cap layer de GaAs dopé P++ délimitée par le masque d'anode  $L_0$

#### 2.4. Gravure du mesa 1

Comme expliqué précédemment, ce sont les bords extérieurs des anodes qui vont définir les dimensions des mesas, grâce à une gravure sèche sélective, qui grave le semi-conducteur sans graver l'or (gaz chloré). Ainsi, pour l'étape de photolithographie du mesa 1, nous devons simplement protéger l'intérieur des anodes qui ne comporte pas de métal (Figure IV-15 (a)) avec un disque de résine de protection de  $30\ \mu\text{m}$  de diamètre, que ce soit pour les diamètres d'anode de  $36$  et  $38\ \mu\text{m}$  (niveau L1). Cette méthode est doublement avantageuse, car elle permet non seulement de simplifier l'alignement de ce niveau avec une marge d'erreur de plusieurs microns, mais également de garantir un auto-centrage de la zone d'émission sur le mesa. Cela permettra en effet que l'oxyde enterré soit centré avec les anodes et que l'oxydation soit symétrique, quel que soit l'alignement relatif des deux premiers niveaux.

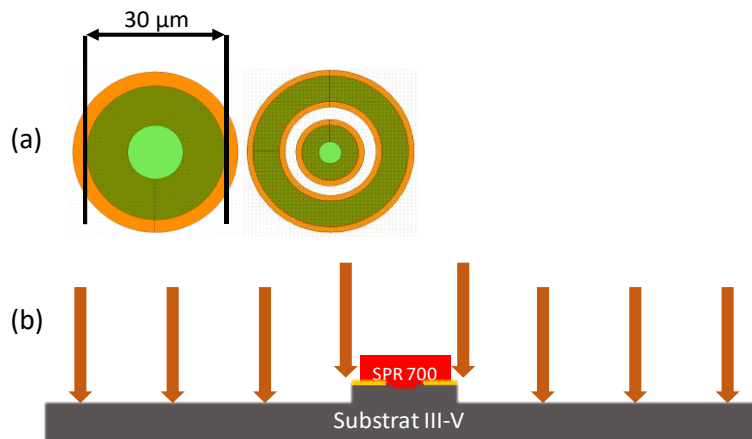


Figure IV-15 : (a) Dessin du niveau L1 du masque de photolithographie de résine SPR 700 (positive) pour la gravure du mesa, (b) schéma de la structure après le dépôt de la résine pendant et la gravure du mesa 1

Pour graver le mesa 1, nous utilisons une gravure sèche par ICP-RIE utilisant un mélange chloré et un masque de résine positive (SPR 700) d'une épaisseur d'environ  $1,5\ \mu\text{m}$ . La SPR 700 est une résine qui réagit très bien à la gravure de III-V (gaz chloré), ce qui permet d'éviter le dépôt de résidus sur les flancs après la gravure. L'équipement de gravure que nous utilisons dispose d'un dispositif DFA (Détection de Fin d'Attaque) avec lequel on peut suivre en temps réel l'évolution de la gravure grâce à un suivi laser interférométrique. Les interférences observées sont liées au changement de concentration en aluminium dans l'empilement. Le but de cette gravure est de rendre accessible la couche en  $\text{Al}_{98\%}\text{Ga}_{2\%}\text{As}$  à oxyder sélectivement pour le confinement électrique et optique, mais aussi d'isoler électriquement les futurs VCSELs. Ainsi, on peut s'assurer d'avoir suffisamment gravé la



structure (jusqu'à la zone N), soit sur  $1,3\ \mu\text{m}$ , ce qui correspond à un arrêt dans une des deux premières périodes du DBR arrière.

## 2.5. Gravure du mesa 2

Nous avons mis au point, avec Aurélie Lecestre, ingénieur de recherche dans la plateforme technologique, une deuxième gravure sèche de mesa. En effet, la première gravure consiste à graver des mesas circulaires à flancs quasi-verticaux afin de définir les plots d'injection électrique et de mettre à nu des flancs verticaux pour l'oxydation humide sélective. La profondeur de cette gravure n'est que de  $1,3\ \mu\text{m}$ .

Or, pour appliquer la technologie DF-1005 à  $850\ \text{nm}$  impose d'avoir au moins un relief de mesa de  $2,5\ \mu\text{m}$  pour pouvoir réduire la hauteur de CL à moins de  $3\ \mu\text{m}$  dans la zone d'émission. Nous avons donc prévu une deuxième gravure autour de zones plus larges (carrés de  $2,2\ \text{mm}$  par  $2,2\ \text{mm}$ ). Ce deuxième mesa présente des flancs inclinés ( $70^\circ$ ) pour favoriser la continuité des pistes métalliques en aluminium déposées ultérieurement (Figure IV-16). Ceci est effectué en optimisant des paramètres de gravure (mélange gazeux ( $\text{Cl}_2/\text{N}_2$ ) et puissance ICP).

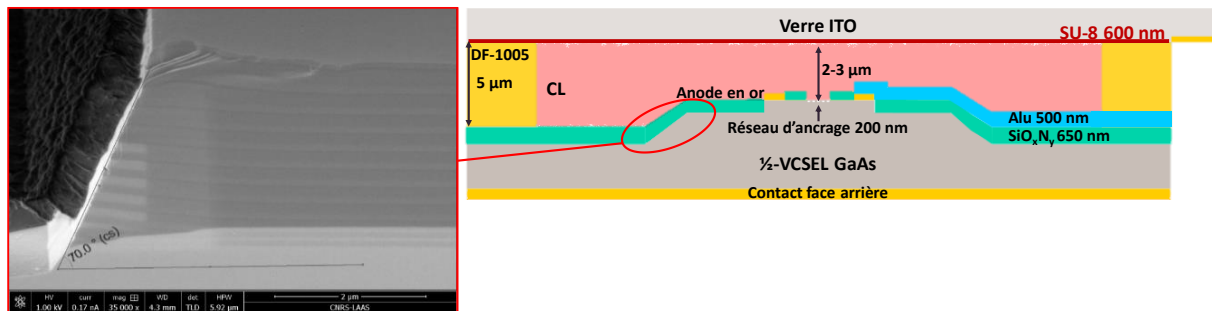


Figure IV-16 : Vue en coupe du composant à fabriquer et en insertion, une vue en coupe au MEB du second mesa gravé avec un flanc incliné de  $70^\circ$  pour assurer la continuité métallique

On peut voir sur la Figure IV-17 le dessin du masque de photolithographie utilisé (niveau L2) avec les mesas 2 colorés en vert clair et englobant des matrices de 5 VCSELs (a) ou de 8 VCSELs (b) ainsi qu'un motif de test rectangulaire de  $100 \times 200\ \mu\text{m}^2$  non gravé (rajouté au cours de l'étude pour pouvoir réaliser des contrôles optiques au cours du process).

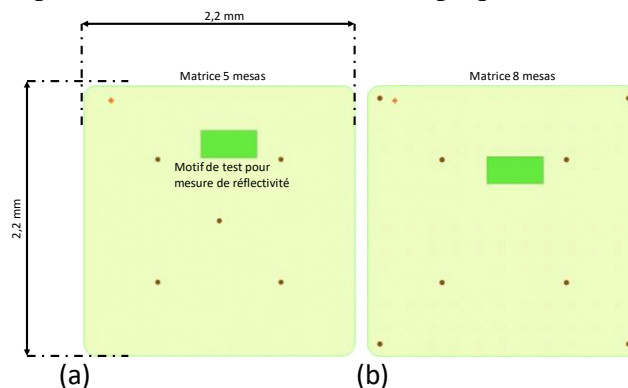


Figure IV-17 : (a) Dessin issu du masque de photolithographie du deuxième mesa (niveau L2) pour les matrices de 5 composants ou (b) 8 composants

## 2.6. Oxydation thermique sélective ( $\text{AlOx}$ )

Une fois les flancs des mesas dégagés, on procède à l'oxydation humide enterrée de la couche en  $\text{Al}_{98\%}\text{Ga}_{2\%}\text{As}$  mise à nu par la gravure du mesa 1. Cette oxydation est la technique

la plus efficace et la plus répandue pour former un diaphragme d'oxyde enterré dans les VCSELs et optimiser l'injection électrique dans la zone d'émission. Cette étape est cruciale car elle va déterminer la taille de la zone active et donc le caractère monomode transverse du futur composant [111]. Deux diamètres de mesa ont été prévus sur le masque : 36 et 38  $\mu\text{m}$ , pour obtenir, après une oxydation latérale de longueur 15  $\mu\text{m}$ , un diaphragme d'oxyde compris entre 6 et 8  $\mu\text{m}$ .

Il est nécessaire de procéder à une brève désoxydation du flanc de l'échantillon avant de le mettre dans le réacteur. Cela supprime l'oxyde natif présent après la gravure est susceptible d'altérer la vitesse et l'uniformité de l'oxydation. Pour cela, nous plongeons l'échantillon pendant 30 secondes dans un bain d'acide chlorhydrique dilué dans de l'eau à une concentration de 1 : 10.

L'oxydation est ensuite réalisée à 420 °C sous  $\text{N}_2\text{H}_2$  et de la vapeur d'eau dans un four AET de la plateforme de technologie du LAAS-CNRS. La progression de l'oxyde peut être observée sur des motifs de test. On sait que la vitesse d'oxydation n'est pas constante et qu'elle augmente fortement quand l'ouverture d'oxyde se referme. L'emploi de ces motifs de test permet de prédire avec le maximum de précision la durée d'oxydation pour obtenir une ouverture d'oxyde comprise entre 6 et 8  $\mu\text{m}$  (Figure IV-18).

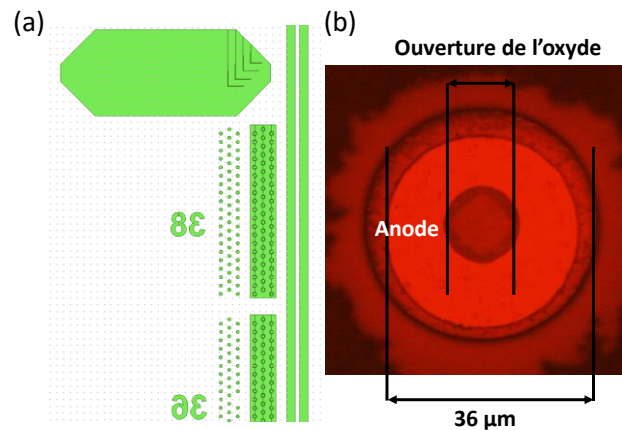


Figure IV-18 : (a) Dessin du masque de photolithographie du niveau gravure mesa avec les motifs de tests et (b) photo au microscope optique avec un filtre optique pour visualiser l'ouverture d'oxyde

#### i. Influence de la géométrie d'anode sur l' $\text{AlO}_x$

Nous avons vérifié sur des motifs de test l'influence de la géométrie du mesa, classique ou avec gorge, sur la longueur d'oxydation pour plusieurs durées d'oxydation. On peut voir sur le Tableau 7 un récapitulatif de l'étude pour trois géométries différentes, mesa de 30  $\mu\text{m}$  de diamètre, gorge de 6  $\mu\text{m}$  et gorge de 10  $\mu\text{m}$  (G06 et G10). Ceci nous a permis de vérifier qu'il n'y avait pas de différence majeure dans la vitesse d'oxydation pour ces différentes géométries, notamment pour les longues durées d'oxydation (notre cas) et que l'on pourra exploiter les motifs à gorges dans nos futurs designs pour obtenir une technologie planaire.

T Ox (min)	Longueur moyenne d'AlOx ( $\mu\text{m}$ )		
	Mesa	G06	G10
25	11,6	12,8	12,9
30	12	12,3	12,2
35	15,5	15,5	15,9

Tableau 7 : Étude de la variation de la longueur d'AlOx en fonction du temps pour trois géométries : mesa de 30  $\mu\text{m}$ , gorge de 6 et 10  $\mu\text{m}$  de largeur

### Uniformité de l'oxydation sur deux pouces

Le four AET du LAAS dispose d'une amenée latérale des gaz de réaction (Figure IV-19). Comme nos composants doivent présenter une ouverture d'oxyde identique au sein d'une même matrice du futur imageur OCT, nous avons évalué l'uniformité de la longueur d'oxydation pour plusieurs zones du four. Nous avons trouvé que celle-ci varie au maximum de  $\pm 2 \mu\text{m}$  suivant la zone considérée (1,2 ou 3).

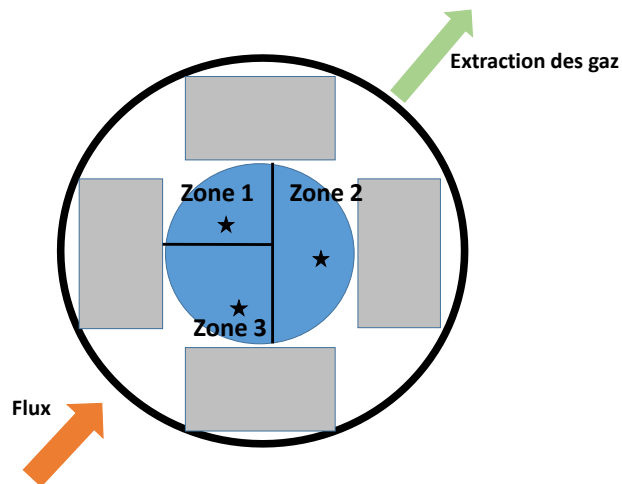


Figure IV-19 : Vue de dessus schématique de la chambre d'oxydation du four AET

Il faut aussi noter que l'uniformité de l'oxydation dépend fortement de l'uniformité de composition et d'épaisseur de la couche en  $\text{Al}_{98\%}\text{GaAs}$  à oxyder, mais également de l'état de surface du flanc après oxydation (résidus de résine après la gravure plasma du mesa, oxyde natif...) (Figure IV-20).

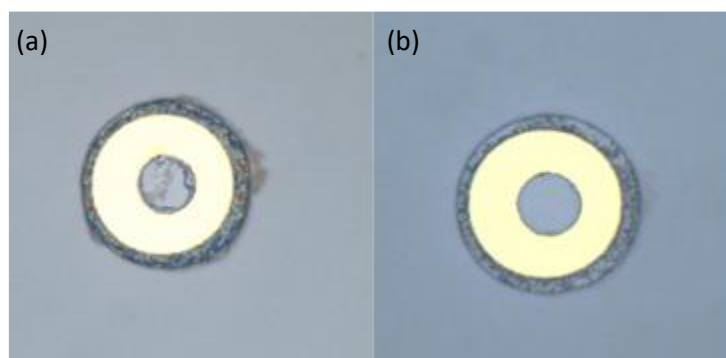


Figure IV-20 : Image au microscope optique d'un mesa : (a) avant nettoyage et (b) après

Grâce à une optimisation des étapes de nettoyage du flanc des mesas, nous sommes parvenus à réduire l'écart moyen de longueur d'oxydation mesurée sur un wafer de 2 pouces (placé au centre du four) de  $\pm 0,61 \mu\text{m}$  à  $\pm 0,37 \mu\text{m}$ . Ainsi, en utilisant les paramètres optimisés, nous obtenons une longueur d'oxydation moyenne de  $14,8 \pm 0,37 \mu\text{m}$ , soit une ouverture d'oxyde moyenne respective de  $6,4 \mu\text{m}$  ( $8,4 \mu\text{m}$ ) pour un diamètre respectif de  $36 \mu\text{m}$  ( $38 \mu\text{m}$ ) (Figure IV-21). On remarque également que la variation de la longueur d'AlOx constatée suit le flux du gaz dans le réacteur d'oxydation avec une longueur d'oxydation plus élevée dans la zone d'évacuation des gaz.

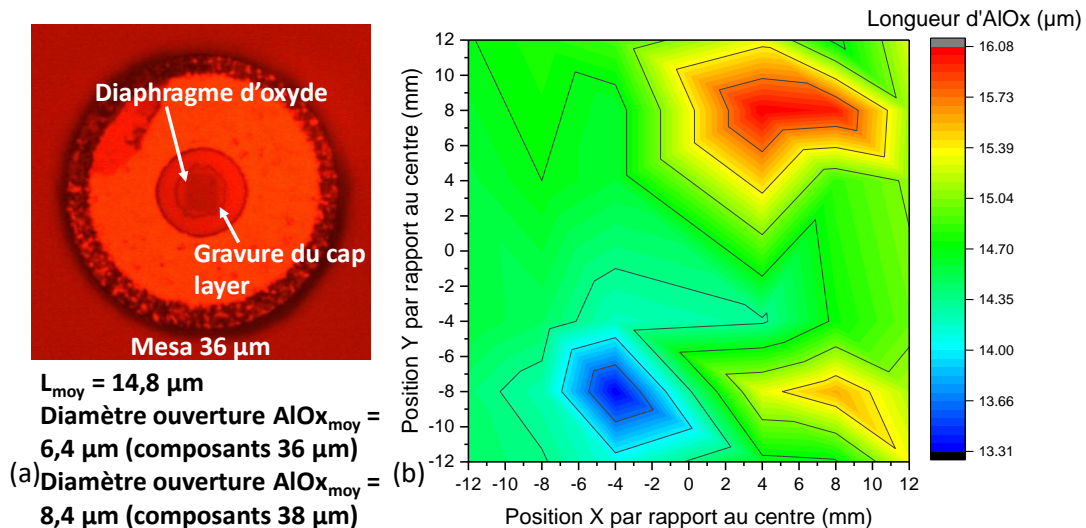


Figure IV-21 : Diaphragme d'oxyde enterré nécessaire à l'injection électrique dans le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL : (a) Vue de dessus au microscope optique équipé d'un filtre optique spécifique d'un diaphragme de  $7 \mu\text{m}$  de diamètre réalisé à partir d'un mesa de  $36 \mu\text{m}$  de diamètre. (b) Variation du diamètre d'oxyde enterré en fonction de la position sur un échantillon de 2 pouces de diamètre.

## 2.7. Passivation et guide en $\text{SiO}_x\text{N}_y$

Après l'oxydation, nous déposons sur le wafer une couche de diélectrique en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  de  $650 \text{ nm}$  pour pouvoir passiver les VCSELs et définir la gaine du guide optique en surface nécessaire à la sélection de la polarisation. Ce dépôt plasma par ICPECVD (Inductive Coupled Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) à basse température ( $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) est un dépôt conforme qui permet d'épouser parfaitement la topologie du substrat. La mise au point du matériau  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  a été réalisée par Benjamin Reig, ingénieur de recherche dans la plateforme technologique. Après vérification de l'épaisseur et de l'indice de la couche par ellipsométrie spectroscopique, on délimite par photolithographie les zones que l'on veut graver au niveau des contacts d'anode et des zones d'émission (niveau L3). On utilise une gravure par ICP-RIE avec un suivi DFA. Le  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  est gravé au niveau de la zone d'émission sur un disque de diamètres interne de  $6 \mu\text{m}$  et externe de  $16 \mu\text{m}$  (Figure IV-22 (a) et (b)). Cette ouverture est la même pour les composants mesas et gorges et pour les deux diamètres,  $36$  et  $38 \mu\text{m}$ . Sur la Figure IV-22 (c) est représentée une vue en coupe d'un composant et un zoom d'une image MEB sur le premier mesa, sur lequel on visualise mieux la topologie.

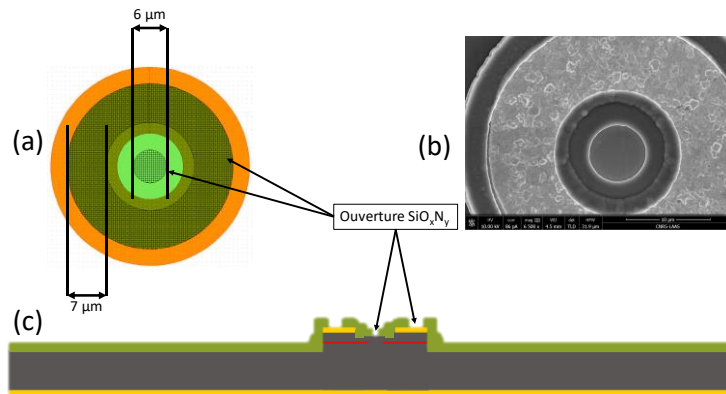


Figure IV-22 : (a) Dessin du masque de photolithographie de la gravure du  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  (niveau L3), (b) vue au MEB d'un composant après gravure (c) une vue schématique en coupe d'un mesa après gravure du passivant

Lors du premier run de fabrication, nous avons dû faire face à un problème de délamination de la couche de  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ . Nous avons déterminé que l'origine du problème provenait de l'état de surface avant dépôt et nous avons ajouté une désoxydation préalable de la surface pour y remédier.

## 2.8. Pistes métalliques

Une fois le passivant déposé et localement gravé, la réalisation des pistes métalliques fait appel à un dépôt pleine plaque par évaporation sous vide d'une couche d'aluminium d'environ 500 nm, ce qui nous permettra d'assurer, grâce à l'inclinaison des flancs du mesa 2, une bonne continuité des pistes métalliques. Pour graver l'aluminium, nous utilisons une gravure humide (à base d'acide phosphorique) en protégeant les pistes métalliques par une résine positive (AZ-4562) d'une épaisseur d'environ 5  $\mu\text{m}$  (niveau L4) (Figure IV-23 (a)).

Lors de cette gravure humide, il faut veiller à bien graver l'aluminium au niveau des zones d'émission car l'aluminium est absorbant à 850 nm et empêcherait l'effet laser. Pour favoriser l'attaque chimique dans les reliefs au-dessus des zones d'émission, nous appliquons un léger plasma  $\text{O}_2$  après le développement de la résine pour enlever les derniers résidus de résine, mais aussi pour rendre hydrophile la surface et éviter que des bulles ne se créent à l'intérieur des zones d'émission. Grâce à ce traitement de surface, la gravure est plus rapide au niveau des zones d'émission des demi-VCSELs.

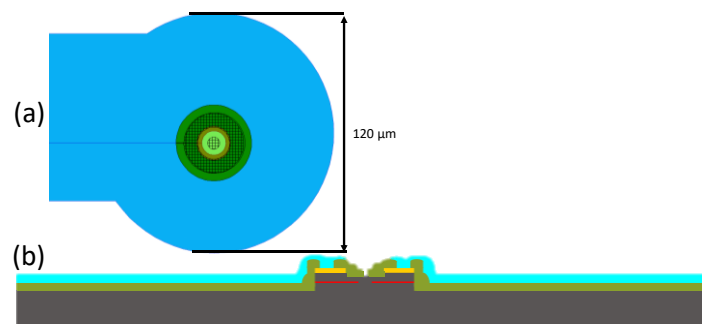


Figure IV-23 : (a) Dessin du masque pour la gravure humide d'aluminium (niveau L4) (b) vue en coupe du composant après gravure d'aluminium

## 2.9. Gravure du réseau d'alignement à la surface du demi VCSEL

Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre 2, dans le cas de l'utilisation de la technologie DF, nous devons utiliser une couche de SU-8 de ~500 nm pour sceller le capot supérieur DBR/ITO/verre. L'utilisation de cette couche de scellement nous empêche donc de fabriquer le réseau d'alignement en SU-8 par nano-impression sur ce même capot. La nano-impression du réseau SU-8 de l'autre côté, i.e. sur tout le VCSEL, est également impossible, car le relief au niveau des mesas est trop important. De plus, l'indice optique de la SU-8 est très proche de celui du  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ , ce qui supprimerait le contraste d'indice recherché au centre du demi-VCSEL. Nous avons donc décidé de réaliser le réseau en le gravant localement directement à la surface III-V du mesa du demi-VCSEL.

Nous souhaitons pour cela utiliser une technique d'écriture électronique (e-beam) pour définir le réseau en tout début du procédé. Malheureusement, l'équipement du LAAS était en panne au moment du démarrage du process. Nous avons donc dû opter pour une méthode alternative, une gravure FIB (Faisceau d'ions localisés), pour écrire le réseau directement au niveau des zones d'émission. L'avantage du FIB réside dans le fait qu'on peut écrire le réseau à n'importe quel moment du procédé. Son principal défaut est qu'il n'est pas collectif. Ainsi, l'écriture d'un réseau sur un seul  $\frac{1}{2}$ -VCSEL prend environ 40 minutes, sans compter les réglages d'alignement de la colonne ionique qui doivent être refaits pour chaque composant.

Nous avons déterminé avec l'aide de Benjamin Reig les paramètres permettant de graver le réseau en surface avec une profondeur suffisante ( $> 10$  nm) et avec la période visée (200 nm). Pour obtenir une gravure propre, nous devons appliquer des courants d'extraction et des tensions d'accélération dans la colonne ionique relativement faibles, ce qui explique les temps d'écriture très longs. En effet, le FIB fonctionne par bombardement ionique, la source d'ions utilisée est en Gallium et si on utilise un courant d'extraction trop important, il se crée à la surface gravée des résidus de Gallium dans les sillons du réseau. On peut voir sur Figure IV-24, une image au MEB du réseau d'ancrage réalisé par gravure FIB sur un des composants de la plaque A-637.

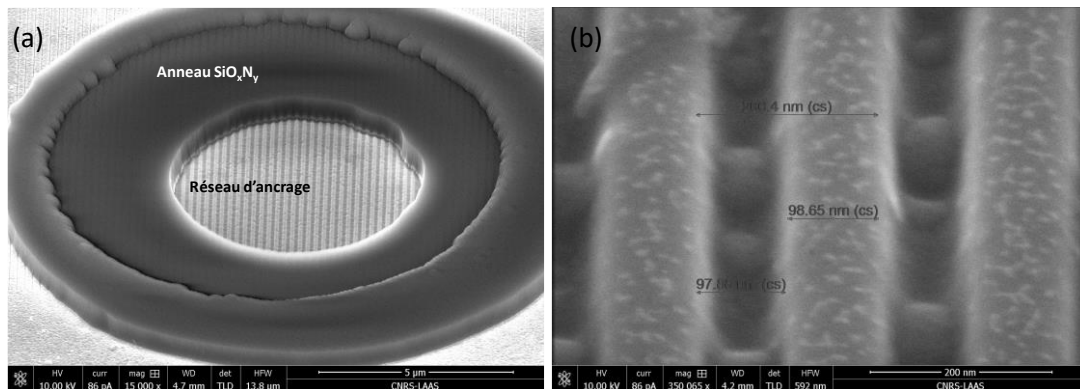


Figure IV-24 : (a) Vue au MEB d'un composant avec un réseau d'ancrage réalisé par gravure FIB et (b), un zoom sur le réseau

## 2.10. Capotage et remplissage de la microcellule

Pour le scellement, une couche 500 nm de SU-8 est déposée par spin-coating sur le miroir comme pour la fabrication des filtres DF du chapitre 2. On procède ensuite au scellement du miroir sur les murs DF à l'aide de l'équipement de nano-impression permettant à la fois

d'appliquer une pression, d'exposer aux UV, et de chauffer pour recuire la résine. Enfin, nous procédons au remplissage des CLs par différentiel de pression à chaud. Pour cette première génération, nous avons utilisé le système de remplissage par cloche à vide présentée dans le chapitre 2. Après le remplissage, nous obturons toutes les entrées fluidiques à l'aide d'une colle réticulable par UV pour avoir une bonne étanchéité des cellules. Le contact sur l'ITO est pris avec un scotch de cuivre, comme l'illustre la photo de la Figure IV-25.

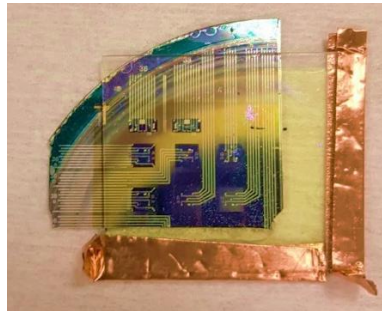


Figure IV-25 : Photo d'un composant typique terminé après remplissage des CL

### 2.11. Caractérisations

La Figure IV-26 montre des photos prise entre polariseurs croisés au microscope optique du FTIR d'une cellule du composant. On remarque qu'il y a de nombreux domaines, notamment au niveau des métallisations. Les CL sont en effet très perturbés par le relief et les métallisations, car le réseau d'alignement n'est présent qu'à l'intérieur des électrodes (gravure locale par FIB) pour ce premier procédé.



Figure IV-26 : Photo prise au microscope FTIR entre polariseurs croisés

Nous avons néanmoins réalisé des mesures localisées au FTIR pour déterminer la position spectrale des pics de résonance Fabry-Pérot dans chacune des cellules. Dans ce premier procédé, nous n'avons pas prévu de motifs de test assez larges et préservés de la gravure du mesa 1. Les mesures au centre du mesa du VCSEL lui-même, à l'intérieur des anodes n'ont pas été possibles compte tenu de la faible taille de la zone d'analyse et a conduit à des mesures trop bruitées. La seule mesure possible a donc été effectuée en bas des mesa (Figure IV-27) sur des surfaces de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ . On distingue quelques pics et on mesure un ISL d'une trentaine de nanomètres, ce qui permet de penser que l'ISL est au moins égal à cette valeur en haut du mesa. Il n'a pas été possible de réaliser un suivi des pics sous tension dans ces conditions.

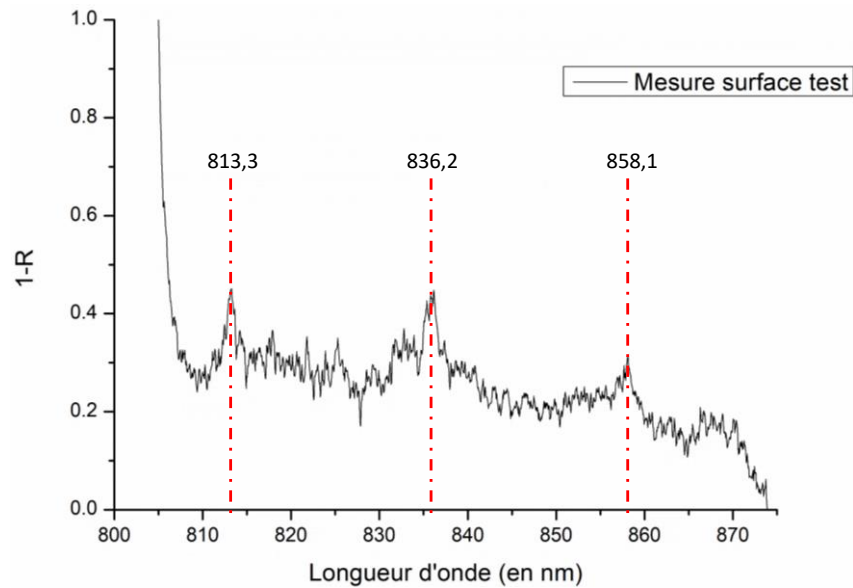


Figure IV-27 : Spectre de réflectivité sur une surface de test en bas du mesa 1

#### i. Mesures P-I-V

La caractérisation P-I-V du composant a été mesurée sous pointes. L'injection du courant dans le VCSEL se fait par une pointe métallique qui sert également d'électrode commune pour le pilotage des CLs pour la face avant et par le support pour la face arrière (Figure IV-28).

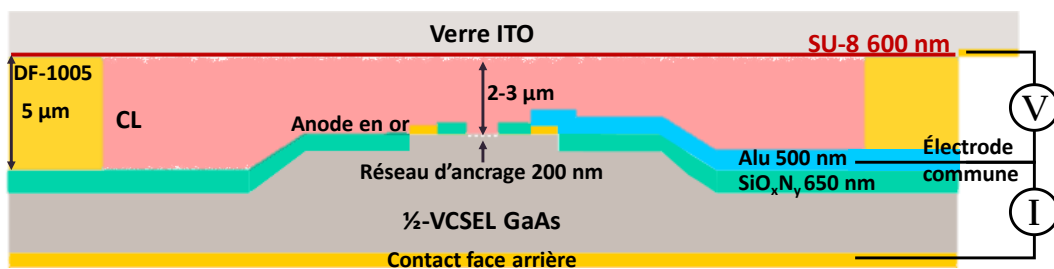


Figure IV-28 : Schéma d'un composants avec prise de contact utilisée pour le test des composants

La caractéristique I(V) est conforme aux attentes (Figure IV-29) avec une tension de coude de 1,7 V et une résistance de 57  $\Omega$ . Toutefois, nous n'avons pu observer pour l'émission qu'un faible signal d'électroluminescence (0,01  $\mu$ W) et ce, quelle que soit la tension appliquée sur les CL.

Ceci peut être attribué à plusieurs problèmes cumulés. En premier lieu, nous avons vu que la structure épitaxiée n'est pas conforme au design visé, avec probablement une cavité désaccordée et un décalage spectral défavorable entre le gain des puits et la résonance. De plus, le process n'est pas optimal. En particulier, les trois étapes de gravure sur l'axe optique (cap de GaAs, réseau d'alignement et contact aluminium) sont très critiques. Si elles sont insuffisamment maîtrisées, ce qui a été le cas lors de cette phase de mise au point, elles peuvent toutes trois conduire à une absorption intracavité trop élevée et/ou à la présence de défauts incompatibles avec un effet laser. Enfin, il est possible qu'il y ait des pertes dans le substrat en verre borofloat de PGO que nous avons utilisé pour le miroir du capot, qui n'entre pas en jeu dans l'effet laser mais qui peut réduire le niveau de puissance émise.



Afin de remédier à tous ces problèmes, nous avons mis au point une seconde génération avec un nouveau design, une nouvelle épitaxie et un nouveau procédé de fabrication.

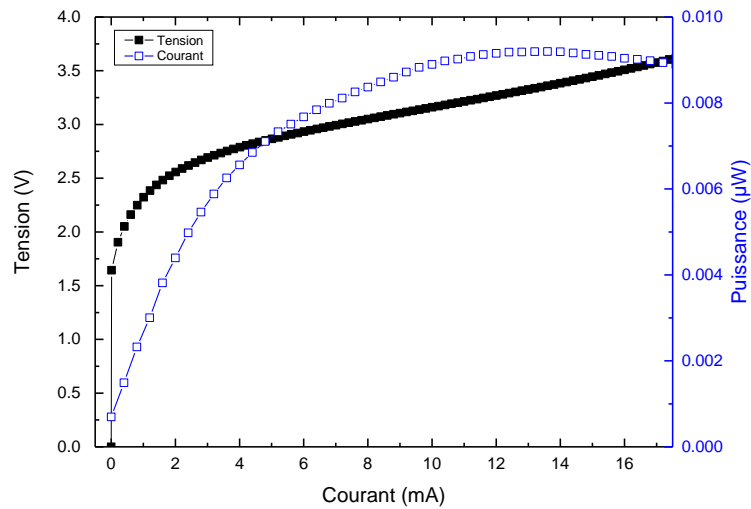


Figure IV-29 : Caractéristique puissance-tension en fonction du courant appliqué (puissance en bleu et tension en noir) pour un composant d'AlOx  $\sim 8 \mu\text{m}$

### 3. Procédé de fabrication seconde génération

#### 3.1. Nouvelle épitaxie du demi-VCSEL

Suite aux problèmes de disponibilité de notre bâti de MBE, nous avons collaboré au début de l'année 2018 avec la société Jenoptik, spécialisée dans la croissance contrôlée de VCSELs par MOCVD (Metal-Organic Chemical Vapor Deposition) pour réaliser de nouvelles épitaxies de demi-VCSELs. Le design a été légèrement modifié par l'IEIIT (design 2) : les puits quantiques ont une épaisseur plus faible, 6 nm, et des barrières d'épaisseur 8 nm. Les niveaux de dopage modulés de la couche de spreading du courant sont également plus faibles pour minimiser les pertes optiques. Le cap layer de GaAs a quant à lui une épaisseur de 90 nm au lieu de 70 nm pour compenser cette modification. Les spectres de réflectivité et d'électroluminescence livrés par Jenoptik sont tracés sur la Figure IV-30 et sont en bon accord avec les simulations de l'IEIIT.

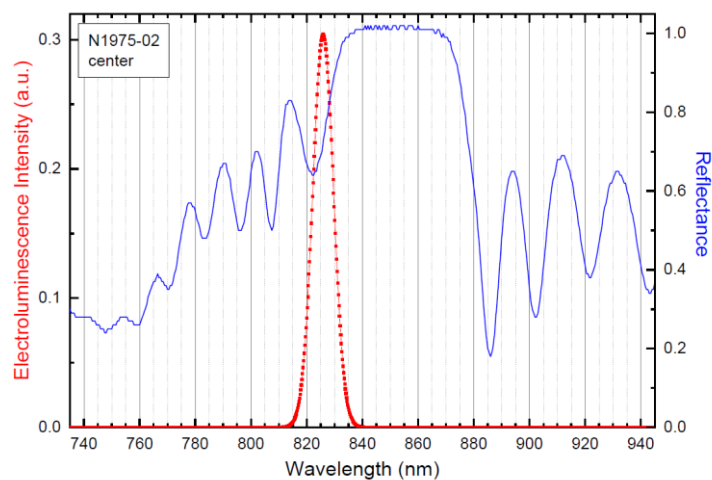


Figure IV-30 : Spectres de réflectivité (bleu) et d'électroluminescence (rouge) du design 2 épitaxié par MOCVD par Jenoptik (avant gravure du cap)

Lors de la première génération de dispositif, nous avons mis en évidence plusieurs problèmes de réalisation. Pour les surmonter, nous avons modifié et adapté notre procédé de fabrication. On peut voir sur la Figure IV-31 le schéma du nouveau dispositif VCSEL accordable à pompage électrique à cristaux liquides à 850 nm. On remarque deux différences. Il n'y a plus qu'un seul mesa puisque nous avons utilisé la Perminex 2005 pour ajuster la hauteur de la cavité (chapitre 2). La seconde différence concerne le réseau d'ancrage des cristaux liquides désormais fabriqué sur toute la surface du miroir supérieur. Le Tableau 8 permet de comparer les différentes étapes des deux procédés. Nous allons détailler les principaux changements apportés (soulignés dans le Tableau 8).

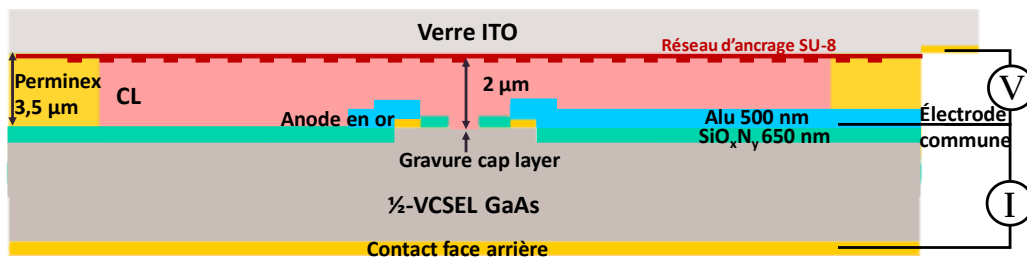


Figure IV-31 : Schéma d'un VCSEL de deuxième génération (Perminex) : le réseau est désormais fabriqué sur toute la surface du capot supérieur

Étapes de fabrication procédé de 1ere génération	Modifications 2nde génération
<b>Partie III-V :</b>	<b>Partie III-V :</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Epitaxie (design 1)</li> <li>- Dépôt cathode AuGe/Ni/Au</li> <li>- Dépôt et ouverture anode Ti/Au</li> <li>- Gravure humide du cap GaAs</li> <li>- Gravure ICP-RIE mesa 1</li> <li>- Gravure ICP-RIE mesa 2</li> <li>- Oxydation thermique sélective (AlOx) et recuit contact AR</li> <li>- Dépôt et ouverture SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub></li> <li>- Dépôt et ouverture contact aluminium</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Epitaxie (design 2)</li> <li>- <u>Gravure sèche localisée du cap GaAs</u></li> <li>- Dépôt cathode AuGe/Ni/Au</li> <li>- Dépôt et ouverture anode Ti/Au</li> <li>- Gravure ICP-RIE mesa 1</li> <li>- Oxydation thermique sélective (AlOx) et recuit contact AR</li> <li>- Dépôt et ouverture SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub></li> <li>- <u>Dépôt et ouverture contact aluminium</u></li> </ul>
<b>Partie μ-cellule à CL :</b>	<b>Partie μ-cellule à CL :</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Transfert thermique doux DF1005 et photolithographie des murs cellules Clivage de l'échantillon</li> <li>- Fabrication localisée réseau d'alignement sur le ½ VCSEL (gravure FIB)</li> <li>- Traitement de surface du réseau d'alignement (uniformité)</li> <li>- Dépôt couche de scellement SU-8 capot</li> <li>- Scellement par impression thermique du capot sur le ½ VCSEL</li> <li>- Remplissage CL à chaud sous vide</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <u>Spin coating résine Perminex et photolithographie des murs cellules</u></li> <li>- Clivage de l'échantillon</li> <li>- <u>Fabrication pleine plaque du réseau d'alignement sur le capot</u></li> <li>- Traitement de surface du réseau d'alignement (uniformité)</li> <li>- Scellement par impression thermique du capot sur le ½ VCSEL</li> <li>- Remplissage CL à chaud sous vide</li> </ul>

*Tableau 8 : Comparaison des étapes des procédés de première et deuxième génération*

### 3.2. Gravure locale du cap P++

Pour ce deuxième procédé, nous avons pu utiliser un équipement de gravure sèche ICP-RIE capable de faire des nanogravures reproductibles (SENTECH SI500). Toutefois, cet équipement ne peut pas traiter les échantillons comportant de l'or (compatible CMOS). Il est donc impératif que cette gravure soit réalisée en tout début de procédé et que toutes les étapes ultérieures s'alignent ensuite sur ces motifs. Nous avons donc rajouté un niveau de masque comprenant des mires d'alignement.

La première étape du procédé de fabrication est donc une étape de photolithographie avec ce niveau dans de la résine SPR-700 pour définir les zones à graver (Figure IV-32 (a)). Pour cette gravure, il faut avoir une épaisseur de résine de protection la plus proche possible de l'épaisseur à graver pour limiter les problèmes de pollution de la surface par des re-dépôts. Nous sommes parvenus à mettre au point une recette de dépôt par spin-coating nous permettant de descendre à une épaisseur d'environ 450 nm (au lieu de 1,4 μm en standard).

On ouvre la résine uniquement au niveau des zones d'émission sur un diamètre de 8 μm (Figure IV-32 (b)) pour les mesas/gorges de 36 μm de diamètre et de 9 μm pour les designs de 38 μm. Nous avons aussi prévu de graver le cap dans des motifs rectangulaires de test pour les mesures de réflectivité pour vérifier certaines étapes pendant le process (Figure IV-32 (b)). On remarque que le diamètre de la gravure du cap layer au niveau des zones d'émission est plus petit (8 μm) que le diamètre intérieur des anodes métalliques (12 μm). Ce choix a été fait pour favoriser au maximum l'injection de courant et son étalement latéral. Il faudra donc que l'ouverture d'oxyde enterré ait un diamètre inférieur au diamètre de cette gravure de cap GaAs.

Après l'enduction et la photolithographie, les zones ouvertes localement sont gravées avec une précision de l'ordre de 5 nm.

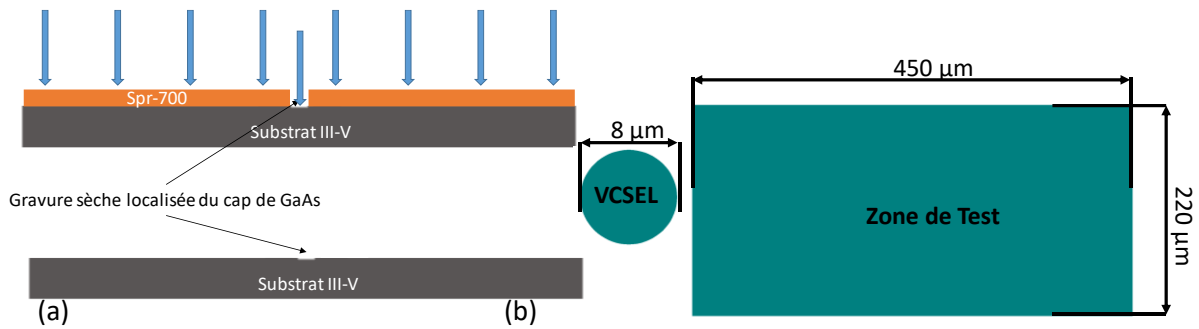


Figure IV-32 : (a) Schéma de la gravure sèche localisée du cap layer de GaAs dopé P++ de 90 nm d'épaisseur et (b) dessin issu du masque de photolithographie pour un mesa/gorge de 36 µm de diamètre et pour les motifs de tests de réflectivité.

Nous avons malgré tout constaté une sur-gravure du cap de 10 à 15 nm. Le spectre de réflectivité avant et après gravure est tracé sur la Figure IV-33. La résonance Fabry-Pérot après gravure est positionnée à une longueur d'onde de 830 nm au lieu de 840 nm. Il conviendra donc d'améliorer encore la précision de cette étape.

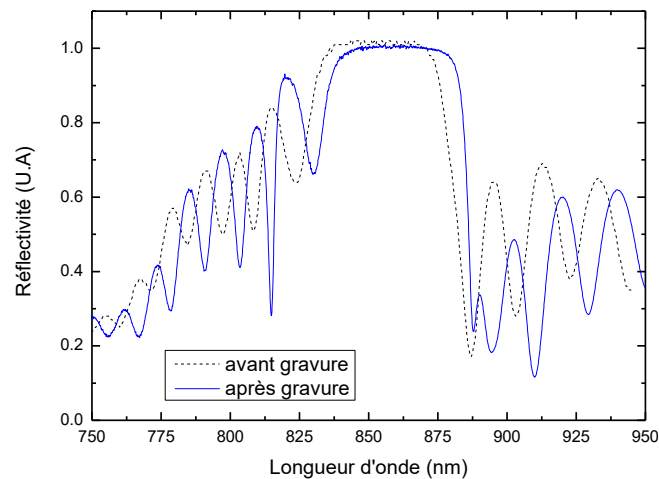


Figure IV-33 : Spectres de réflectivité mesurés sur les zones de test avant (pointillés/noir) et après (bleu) de 100 nm du cap en surface

### 3.3. Ouverture des pistes en aluminium

Nous avons également rajouté une étape de photolithographie avant le dépôt de l'aluminium. Cette modification nous permet de protéger les futures zones d'émission des VCSELs par un plot de résine et ainsi faire en sorte que la surface d'émission ne soit jamais en contact avec le métal. En effet, nous nous sommes rendus compte qu'une inspection au microscope optique ne suffisait pas pour vérifier s'il restait des résidus d'aluminium après gravure. Nous avons réalisé sur un échantillon de test des observations EDX à l'aide d'un MEB semblant montrer la présence résiduelle d'Aluminium (Figure IV-34). Or, la moindre trace d'aluminium dans la cavité peut empêcher l'effet laser à cause de l'absorption.

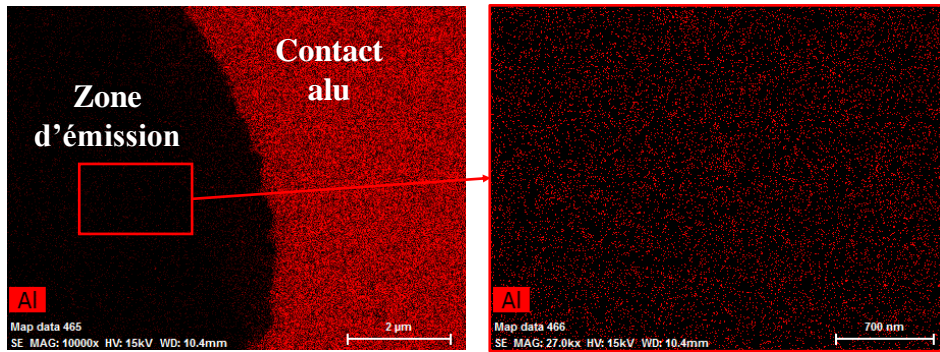


Figure IV-34 : Image EDX d'une surface d'émission après la gravure humide de l'aluminium sans protection de résine

On peut voir sur la Figure IV-35 le dessin issu du masque de photolithographie conçu (en rouge), avec en orange, le niveau des anodes métalliques et en rouge, la protection en résine pour l'aluminium. Après ce dépôt de résine de protection, nous déposons l'aluminium d'une épaisseur de 500 nm et nous le gravons de la même manière que pour la première génération.

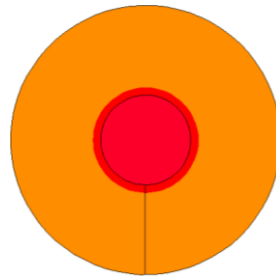


Figure IV-35 : Dessin issu du masque de photolithographie avec en orange le niveau anode et en rouge la résine de protection d'aluminium

### 3.4. Fabrication de la partie CL avec le réseau à 200 nm sur grande surface

Pour cette seconde génération, nous avons utilisé la Perminex 2005 comme espaceur pour les microcellules à cristaux liquides avec le même procédé que pour les filtres (chapitre 2). Une fois le process Perminex réalisé sur le demi-VCSEL, nous fabriquons le réseau d'ancrage dans ~500 nm de SU-8 déposée sur le miroir supérieur. Pour capoter les cellules, il suffit d'appliquer une forte pression tout en chauffant l'échantillon à 150 °C. Pour le remplissage des cristaux liquides, nous avons utilisé cette fois-ci l'étuve à vide décrite dans le chapitre 2. Nous allons maintenant présenter les résultats obtenus sur ce composant à 850 nm.

### 3.5. Caractérisations du composant

#### i. Observations FTIR

Nous avons mesuré le spectre de réflectivité avant remplissage comme pour la génération précédente, mais cette fois ci sur les zones de test non gravées, plus représentatives de la surface du VCSEL. On obtient un ISL de ~37 nm (Figure IV-36). Par contre, la mesure est toujours très bruitée et il n'a pas été possible de vérifier l'accordabilité des pics sous tension.

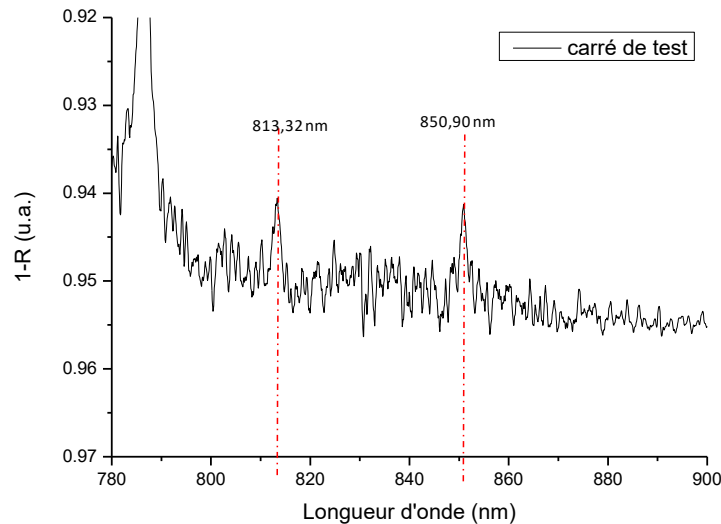


Figure IV-36 : Spectre de réflectivité mesuré au FTIR sur un motif de test

Les observations du comportement des CL au microscope FTIR entre polariseurs croisés montrent une très nette amélioration de l'homogénéité des cristaux liquides à l'échelle d'une cellule (Figure IV-37) avec un changement de couleur uniforme pour deux orientations à  $45^\circ$ . Ceci est dû au fait que le réseau d'alignement est fabriqué sur une grande surface du capot supérieur et non plus sur la surface très réduite du  $\frac{1}{2}$ -VCSEL, mais également à l'utilisation de l'étuve à vide.

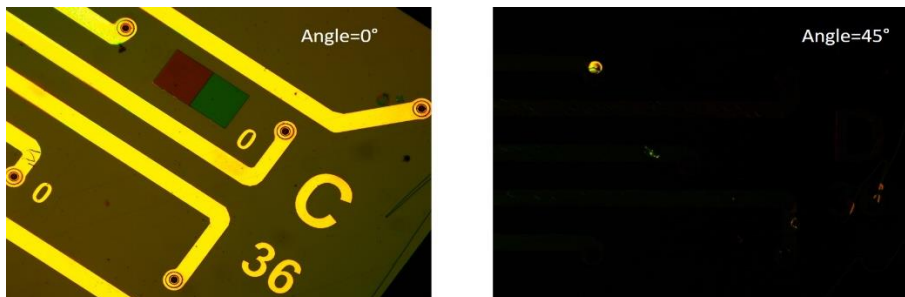


Figure IV-37 : Photos entre polariseurs croisés d'un composant de deuxième génération à  $0^\circ$  et  $45^\circ$

La réponse sous tension est également homogène à grande échelle avec une activation des CL qui débute pour des tensions de l'ordre de 5 V (Figure IV-38). On observe néanmoins quelques lignes de domaine éparses et des variations locales de couleur liées aux reliefs et métallisations du composant.



Figure IV-38 : Photos d'un composant observé entre polariseurs croisés pour différentes tensions

## ii. Mesures P-I-V

La P-I-V des composants de cette seconde génération ne présente toujours pas de seuil laser (Figure IV-39). La résistance de ce composant, qui a une ouverture d' $\text{AlOx}$  plus faible

que pour la première génération ( $\sim 6 \mu\text{m}$ , contre  $8 \mu\text{m}$  pour le première génération), est de  $129 \Omega$  (contre  $56 \Omega$  pour la première génération) ce qui peut également s'expliquer par un niveau moyen de dopage dans les couches de spreading, plus faible que dans la première génération.

Notons également que la puissance maximale émise par ce composant reste très faible ( $0,055 \mu\text{W}$ ) avec une saturation autour de  $3 \text{ mA}$  (au lieu de  $12 \text{ mA}$  auparavant) ce qui peut s'expliquer par un auto-échauffement plus rapide lié au dopage plus faible et à la réduction de la taille de l' $\text{AlOx}$ .

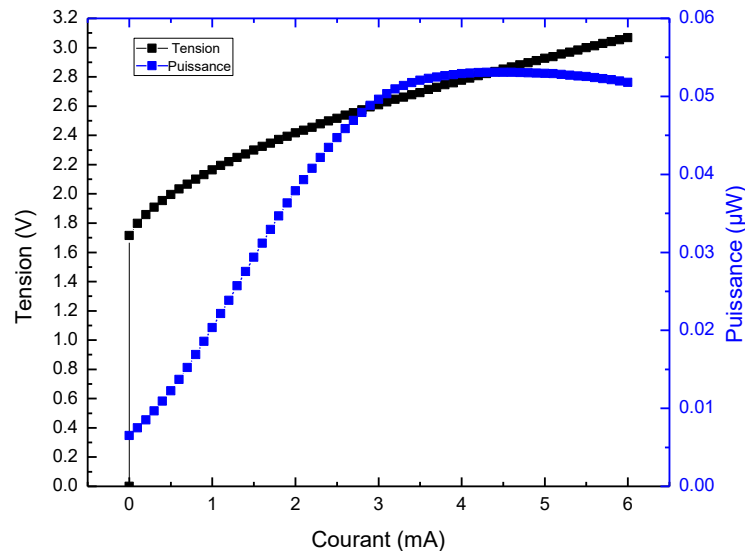


Figure IV-39 : Courbes  $I(V)$  et  $P(I)$  d'un composant de la seconde génération terminé et rempli de CL

Lorsqu'on applique une tension  $V_{\text{CL}}$  pour déplacer la résonance de la cavité et qu'on augmente simultanément le courant appliqué sur les  $\frac{1}{2}$ -VCSELs, les composants se détériorent rapidement.

Pour tenter de comprendre ce problème, nous avons installé sur notre banc sous pointes une fibre optique multimode reliée à un spectromètre (résolution  $1 \text{ nm}$ ) afin de mesurer le spectre d'émission. L'analyse spectrale du faisceau émis montre qu'on observe bien un pic d'électroluminescence vers  $840 \text{ nm}$ , mais que c'est le pic positionné à  $740 \text{ nm}$  qui devient vite prépondérant lorsque l'on augmente le courant au-delà de  $2 \text{ mA}$  (Figure IV-40 (a)). Nous ne mesurons donc que l'augmentation monotone de ce pic avec le courant avec le puissance-mètre à cause du filtrage lié au miroir supérieur de très haute réflectivité. En effet, des mesures complémentaires avant capotage montrent une E.L centrée autour de  $825/840 \text{ nm}$  et dont l'intensité n'est pas saturée en-dessous de  $8 \text{ mA}$  (Figure IV-40 (b)). Il est important de préciser que la mesure de puissance de l'E.L ne peut pas être comparée entre les deux mesures puisque l'échelle est ajustée pour voir un maximum de signal.

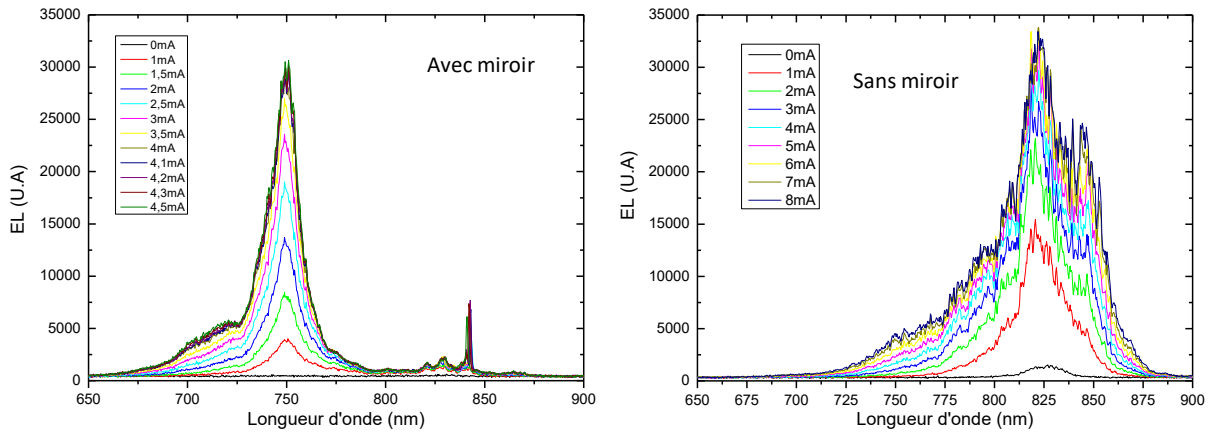


Figure IV-40 : Spectres d'émission sous pointes mesurés pour plusieurs courants d'injection ( $V_{CL}=0$  V) (à gauche) après capotage du  $\frac{1}{2}$ -VCSEL avec le miroir supérieur et remplissage des CL (à droite)  $\frac{1}{2}$ -VCSEL seul

De plus, lorsque nous essayons de suivre ces pics d'électroluminescence en fonction de la tension appliquée aux CL, le champ électrique ne semble pas s'appliquer comme prévu. Nous pensons que ceci est dû au fait que, contrairement au cas des photodiodes (chapitre 3), il n'est pas possible de piloter les CLs en utilisant l'anode d'injection de courant du demi VCSEL comme électrode commune. Celui-ci est en effet perturbé et se détériore. De plus, en absence de courant appliqué et en appliquant uniquement la tension entre l'anode et le miroir supérieur, on observe une réaction des CLs dans toutes les microcellules, alors que les anodes sont a priori isolées les unes des autres et ce, d'un bout à l'autre de l'échantillon. Il semble donc que le courant continu injecté dans le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL perturbe aussi fortement le fonctionnement des CL commandé via la même électrode.

Nous avons donc décidé d'utiliser une deuxième pointe de test pour piloter les CL et le VCSEL de manière indépendante, et d'utiliser une autre piste reliée au VCSEL voisin situé dans la même cellule. En dissociant ainsi le pilotage des CLs et l'injection de courant continu dans le composant III-V, nous avons réussi à appliquer un champ sur les CL sans détériorer le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL.

Même si les lignes de champ sont moins verticales dans cette configuration, nous avons pu déplacer avec la tension la résonance Fabry-Pérot autour de 840 nm. On peut voir sur la Figure IV-41 le résultat que nous avons obtenu pour un courant fixe de 4,21 mA appliqué sur le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL et en faisant varier la tension carrée de pilotage des CL de 0 à 25 V. Le pic d'émission autour de 840 nm n'apparaît que pour une tension appliquée supérieure à 6,6 V et se déplace progressivement vers le bleu, ce qui montre que c'est bien un pic extraordinaire (cf. zoom sur la Figure IV-42). L'intensité maximale du pic est obtenue vers 11 V.



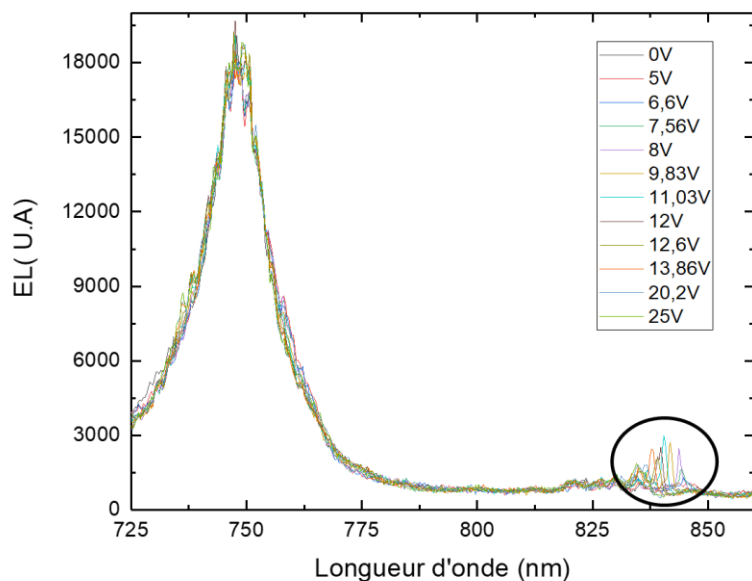


Figure IV-41 : Spectre d'émission mesuré pour un courant fixe de 4,21 mA et pour une tension appliquée de 0 à 25 V

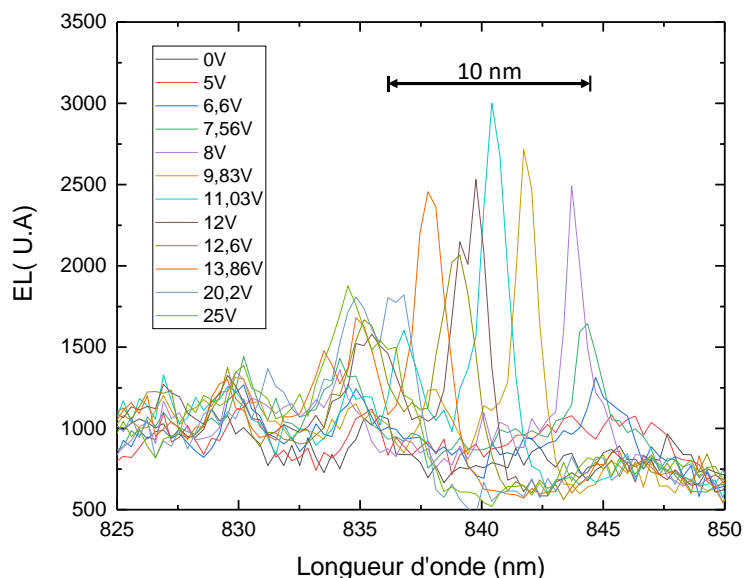


Figure IV-42 : Zoom autour de 840 nm du spectre d'émission en fonction de la tension appliquée pour un courant de 4,21 mA

On remarque que le pic d'électroluminescence observable clairement autour de 840 nm se déplace avec le champ électrique. Le mode extraordinaire semble donc favorisé. Il pourrait s'agir d'un effet bénéfique du guidage lié à la présence de l'anneau en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ , censé fonctionner aussi en électroluminescence. Cependant, nous n'avons pas pu comparer plusieurs composants, avec et sans anneau, pour pouvoir le confirmer.

En relevant la position spectrale du pic avec la tension, on obtient la courbe d'accordabilité présentée sur la Figure IV-43. Le pic d'électroluminescence s'accorde sur 10 nm pour 20 V appliqués. On observe ensuite une saturation au-delà de cette tension.

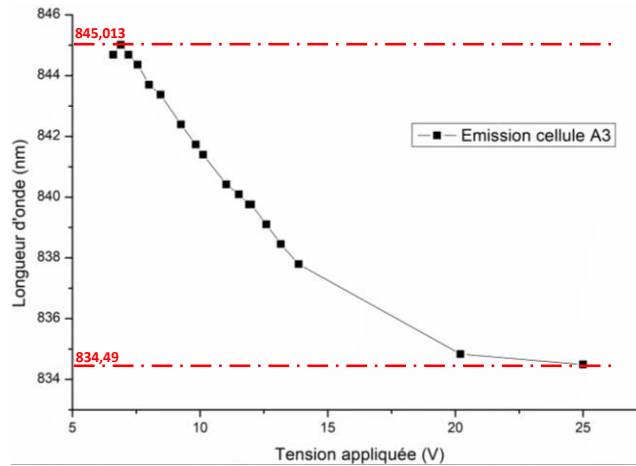


Figure IV-43 : Position spectrale du pic d'EL en fonction de la tension appliquée pour un courant de 4,21 mA

Nous avons observé qu'il existe des couples courant/tension pour lesquels le ratio des intensités 850 nm/740 nm est moins défavorable, mais nous n'avons pas réussi à accorder assez finement ces deux paramètres pour rendre le pic à 850 nm prépondérant et observer un effet laser. Les pertes optiques sont donc encore trop élevées et il est probable que des effets thermiques interviennent également. Des caractérisations complémentaires en pompage impulsionnel devront être réalisées avec un spectromètre de résolution plus élevée.

### 3.6. Tests du 1/2-VCSEL en configuration cavité externe

Pour tenter de déterminer l'origine des pertes optiques dans le composant complet, nous avons décidé de tester le demi-VCSEL seul, en configuration de cavité externe, en utilisant un miroir concave diélectrique (Figure IV-44).

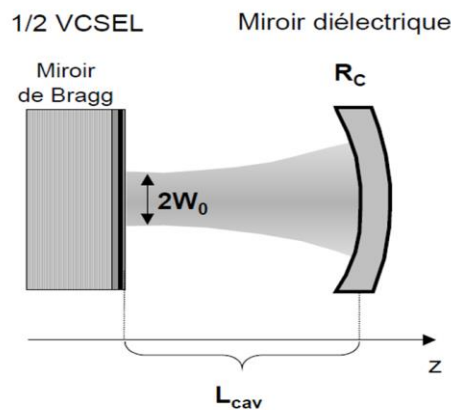


Figure IV-44 : Principe du test du demi-VCSEL dans une cavité de longueur  $L_{cav}$  fermée par un miroir concave diélectrique de rayon de courbure  $R_c$

Pour obtenir une oscillation laser dans cette cavité plan-concave, il faut que le front d'onde se superpose à lui-même après un aller-retour dans la cavité. Pour satisfaire cette condition, il faut ajuster la longueur de la cavité  $L_{cav}$  et le waist  $w_0$  du mode Gaussien fondamental (TEM 00) doit respecter la relation suivante :

$$w_0 = \sqrt{\frac{\lambda}{\pi} \sqrt{L_{cav} (R_c - L_{cav})}} \quad (4.2)$$

Le miroir que nous avons pu emprunter à TRT pour réaliser ces tests présente en face avant un rayon de courbure de 15 mm et une réflectivité maximale de 99%. La Figure IV-45 représente le diamètre du faisceau, soit  $2w_0$ , calculé dans le cas d'un rayon de courbure de 15 mm lorsque la longueur de cavité  $L_{cav}$  varie selon l'axe optique  $z$ . On voit que la stabilité sera extrêmement difficile à obtenir pour notre  $\frac{1}{2}$ -VCSEL dont le diamètre d'émission n'est que de 6 à 8  $\mu\text{m}$ .

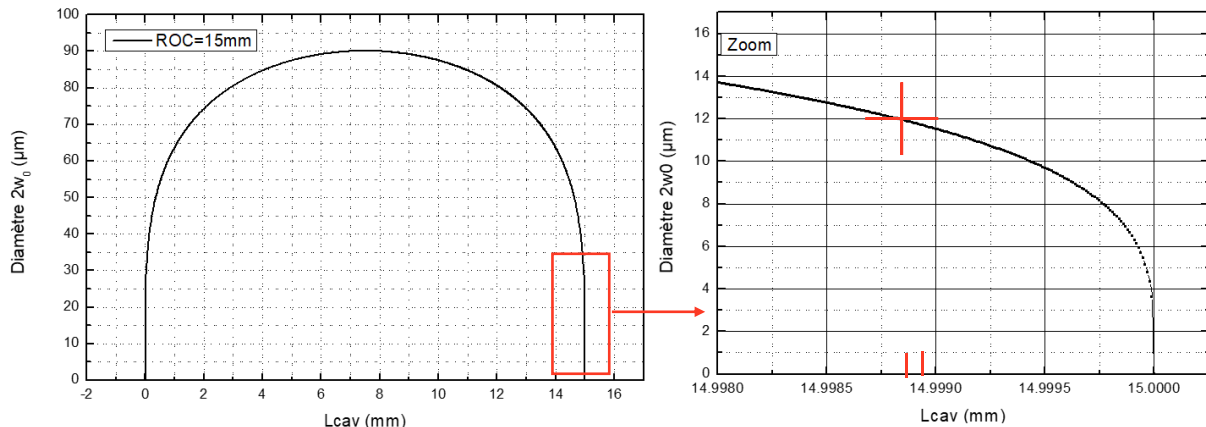


Figure IV-45 : Waist en fonction de  $L_{cav}$  pour une cavité plan concave formée avec un miroir de rayon de courbure de 15 mm

Nous avons donc utilisé un échantillon similaire, mais ayant une ouverture d'oxyde plus grande, afin de pouvoir travailler avec un diamètre de faisceau un peu plus élevé (12  $\mu\text{m}$ ) et trouver plus facilement la position  $z$  du miroir concave conduisant à un effet laser. Dans cet échantillon, la longueur d'AlOx n'est que de 9  $\mu\text{m}$ . Ceci conduit à un diaphragme enterré de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre pour les composants avec des mesas de 38  $\mu\text{m}$  de diamètre, et de 18  $\mu\text{m}$  pour ceux de 36  $\mu\text{m}$ . Dans les deux cas, le diamètre du faisceau  $2w_0$  sera donc défini par l'ouverture de l'anode, qui a un diamètre plus faible de 12  $\mu\text{m}$ .

L'alignement du miroir concave placé au-dessus du demi-VCSEL dans notre banc vertical sous pointes s'est avéré trop complexe, car ce banc ne comportait pas de réglages angulaires. L'échantillon demi-VCSEL a donc été monté sur un PCB et des microsoudures ont été réalisées sur les pistes métalliques pour pouvoir déporter les contacts. Un banc spécifique a été monté par Julien Roul, ingénieur de recherches dans la plateforme de caractérisation du LAAS (Figure IV-46). La position relative du composant et du miroir concave peuvent être réglés de manière plus précise en  $x, y, z$  et en fonction de l'angle.

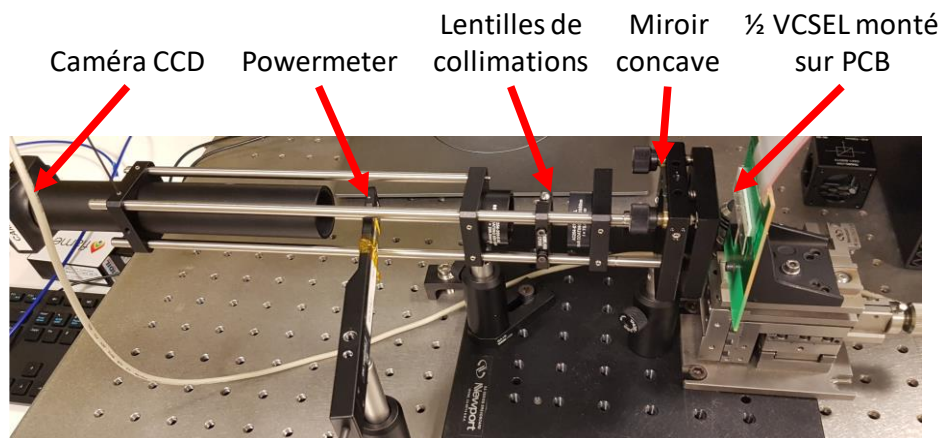


Figure IV-46 : Photo du banc de test pour tester le demi-VCSEL en cavité externe

Pour obtenir l'effet laser, il faut ajuster simultanément la longueur de la cavité et la position du miroir. Pour cela, on utilise la caméra CCD placée derrière le miroir pour imager l'électroluminescence et sa réflexion par le miroir. On fait coïncider les deux faisceaux, puis on ajuste la longueur de la cavité, tout en maintenant l'alignement des deux faisceaux jusqu'à obtenir l'effet laser. La mesure de la puissance émise est réalisée grâce à un puissance-mètre placé sur le chemin optique. Grâce à ce montage, nous avons pu observer un effet laser (Figure IV-47).

La résistance de  $27 \Omega$  obtenue sur ces composants peut s'expliquer par la taille du diamètre d'ouverture de l'AlOx de  $18 \mu\text{m}$  et également par l'injection du courant qui se fait au travers du cap de GaAs qui n'est gravé qu'au centre du composant avec un diamètre de  $8 \mu\text{m}$ . Cette résistance de  $27 \Omega$  est cohérente avec celle de  $129 \Omega$  déjà mesurée sur les composants avec un AlOx de  $6 \mu\text{m}$ , compte tenu de la différence entre les surfaces d'injection [3].

La puissance maximale mesurée est de  $3,05 \mu\text{W}$  pour un courant de  $27,5 \text{ mA}$ , ce qui est très faible. On s'attend à un rendement médiocre pour ce composant à diaphragme d'oxyde de taille inférieure à la taille de l'anode et dans lequel la plus grande partie de l'émission est générée sous le métal et sous le cap GaAs non gravé (diamètre interne de la gravure  $8 \mu\text{m}$ ). Il est de plus difficile d'obtenir une mesure absolue de la puissance émise dans ce montage, dans lequel nous ne pensons intercepter que 20 % du faisceau au mieux. Ce résultat démontre néanmoins qu'il est possible d'obtenir un effet laser en continu avec un seuil raisonnable avec les épitaxies du design 2.

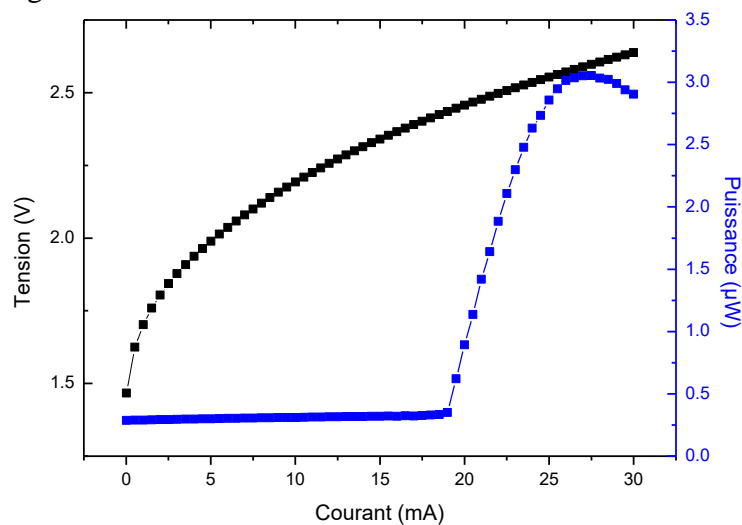


Figure IV-47 : Courbes  $I(V)$  et  $P(I)$  mesurées avec le miroir concave sur un composant  $1/2$ -VCSEL avec un mesa de  $38 \mu\text{m}$ . Le seuil laser est d'environ  $18,5 \text{ mA}$ .

Nous avons également caractérisé le spectre laser émis au dessus du seuil en plaçant sur le chemin optique une fibre optique multimode reliée à un spectromètre (Figure IV-48). Malgré la faible résolution de ce spectromètre ( $1 \text{ nm}$ ), on peut voir que la position du pic laser se situe autour de  $864 \text{ nm}$  et qu'elle se décale classiquement vers le rouge avec le courant ( $0,325 \text{ nm/mA}$ ). Cette longueur d'onde d'émission laser est éloignée de celle de la résonance prévue ( $850 \text{ nm}$ ). Ce résultat est probablement lié au fait que la bande de plus haute réflectivité du miroir concave utilisé est centrée à une longueur d'onde plus élevée que  $850 \text{ nm}$  ( $R > 99,5 \%$  entre  $850$  et  $895 \text{ nm}$ ). Cette longueur d'onde est également plus élevée que celle du maximum de gain des puits quantiques à l'ambiante ( $830 \text{ nm}$ ), ce qui explique aussi le faible niveau de puissance émise.

Ces expériences en cavité externe nous ont permis de nous assurer que le design de la structure  $\frac{1}{2}$ -VCSEL peut conduire à un effet laser, même avec un miroir désaccordé spectralement.

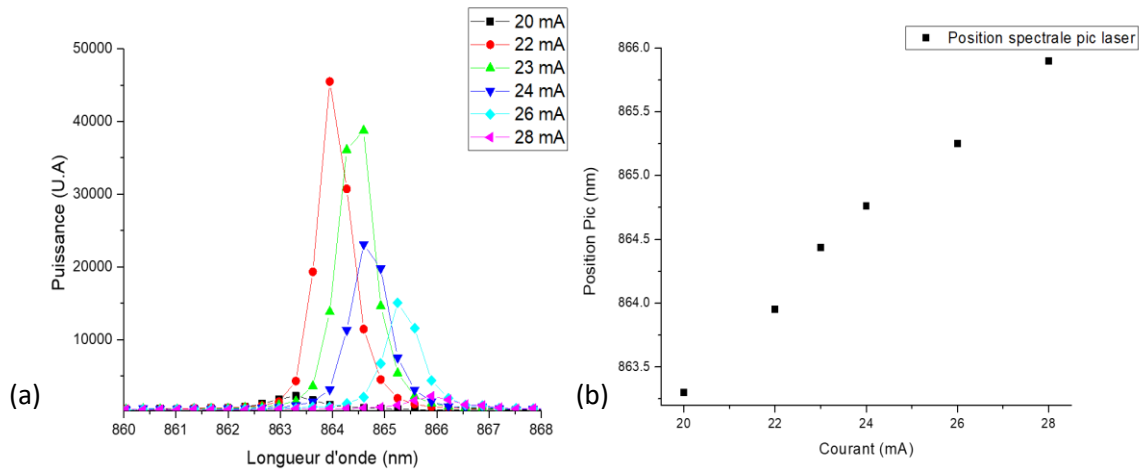


Figure IV-48 : (a) Spectre d'émission laser sur  $\frac{1}{2}$ -VCSEL (laser n°4) à pompage électrique en cavité externe pour différents courants. (b) Variation de la position du pic d'émission en fonction du courant d'injection

#### 4. Conclusions et solutions proposées

Dans ce chapitre, nous avons détaillé l'ensemble des travaux que nous avons menés sur les VCSELs accordables à CL fonctionnant à 850 nm. Nous avons tout d'abord présenté la conception d'un dispositif susceptible de conduire à une émission laser en continu accordable sur 20 nm grâce à la technologie microcellules à CL à espaceur polymère développée précédemment et validée sur des photodiodes. L'insertion d'un anneau en  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  a été aussi proposée pour favoriser l'émission sur le mode extraordinaire par effet de guidage sélectif.

Un premier procédé de fabrication complet à base de films DF a été réalisé sur des épitaxies réalisées au LAAS-CNRS par MBE. Nous avons rencontré de très nombreuses difficultés tout au long de la fabrication. Ces premiers dispositifs nous ont néanmoins permis d'identifier plusieurs points bloquants, de mettre au point plusieurs étapes clés et de dégager des pistes d'amélioration notamment sur la nature des espaceurs (Perminex), la gravure sèche du cap supérieur et l'alignement des CL par un réseau nanostructuré réalisé par nanoimpression. Cela a également conduit à une simplification et réduction des étapes technologiques nécessaires.

Une seconde génération de composants intégrant ces solutions a pu être fabriquée sur des structures épitaxiales commerciales avec un design modifié. Nous avons obtenu une accordabilité spectrale de l'électroluminescence sur 10 nm autour de 840 nm pour 20 V appliqués, mais pas d'effet laser. En revanche, nous avons pu mettre en évidence un effet laser en continu sur le  $\frac{1}{2}$ -VCSEL placé dans un montage en cavité externe plan-concave. Le seuil est cohérent avec la taille de la zone pompée, mais la puissance émise mesurée est faible, ce qui reste encore à analyser. De plus, la longueur d'onde d'émission de 860 nm est plus élevée que celle attendue. L'analyse de l'origine des pertes optiques possibles (état de surface, CL, miroir supérieur) et des effets thermiques éventuels associés devra donc être poursuivie pour pouvoir atteindre un effet laser dans le composant visé. Ces travaux ont aussi mis en évidence la difficulté de piloter les CL avec une électrode commune dans un émetteur à injection électrique et un nouveau design des électrodes de commande sera également nécessaire.

## Conclusion générale

Au cours de ces travaux de thèse, nous avons conçu, réalisé et caractérisé des composants optiques accordables à couche de CL intracavité. L'originalité de notre approche réside dans la fabrication collective de microcellules à CL à espaceurs en polymère et sur l'utilisation de réseaux nanostructurés sur de larges surfaces pour l'ancrage des CL. Nous avons développé une technologie générique et l'avons appliquée, suivant l'application visée, à la réalisation de composants passifs ou actifs fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$  ou à 850 nm. L'objectif principal de ces travaux est l'obtention de matrices de VCSELs émettant en continu en pompage électrique largement accordables autour de 850 nm pour l'imagerie médicale de type SS-OCT.

Nous avons rappelé dans le premier chapitre le principe de l'imagerie OCT et discuté des avantages et inconvénients des principaux modes d'acquisition possibles. Ceci nous a permis de mettre en évidence l'intérêt des sources laser miniaturisées de type VCSELs accordables pour le SS-OCT (Swept Source OCT), afin de pouvoir réaliser des instruments d'analyse non invasive portables, performants et bas coût. Après un rapide rappel du principe de fonctionnement d'un VCSEL standard, nous avons dressé un état de l'art des VCSELs accordables spectralement. Aujourd'hui, les approches MEMS-VCSEL, incluant un miroir mobile (de type DBR standard ou miroir HCG) intégré sur un demi-VCSEL, sont à ce jour les plus avancées. Elles ont en effet permis d'atteindre des performances en accord avec les besoins des applications, notamment pour le SS-OCT monopoint, avec des accordabilités  $\Delta\lambda/\lambda_0$  supérieures à 6%, et pour le cas des MEMS électrostatiques, des vitesses de balayage de plusieurs centaines de kHz. Nous avons néanmoins souligné que cette méthode exige des tensions de commande élevées (70 V) et peut présenter des problèmes d'instabilité mécanique pour certaines applications. Nous avons ensuite présenté l'alternative qui consiste à utiliser une couche de CL intracavité à commande électro-optique en lieu et place de la partie MEMS, qui, même si elle ne permet pas d'atteindre des vitesses d'accord équivalentes à celles des MEMS, permettrait de s'affranchir de toute partie mobile et de simplifier le pilotage.

Nous avons donc ensuite exposé les objectifs du projet DOCT-VCSEL qui vise à réaliser un microsystème original de FF-SS-OCT fonctionnant à 850 nm, portable et de faible coût pour la détection précoce des pathologies de la peau. Celui-ci nécessite la conception et la réalisation de matrices de sources VCSELs de 8 mm<sup>2</sup>, dont chaque élément doit émettre 1 mW en continu et être accordable sur 20 nm (35 nm) pour pouvoir atteindre une résolution A-scan de 12  $\mu\text{m}$  (6  $\mu\text{m}$ ). En tenant compte de ce cahier des charges du projet et de l'expérience déjà acquise par notre équipe lors du projet HYPOCAMP sur la réalisation de composants proches émettant à 1,55  $\mu\text{m}$ , nous avons décidé d'explorer la méthode d'accordabilité à base de CL intracavité pour répondre à ces besoins. Malgré les nombreux défis technologiques qu'elle pose, elle présente en effet des avantages en termes de plage d'accord spectral potentielle, de stabilité de l'émission et de consommation électrique.

Le deuxième chapitre a consisté à décrire le développement d'un procédé technologique générique pour la réalisation collective de filtres optiques accordables à CL compatibles avec une insertion future dans un dispositif photonique actif. Nous avons notamment présenté le principe de la nanoimpression douce, technique clé, qui nous a permis de fabriquer et de transférer un réseau d'ancrage des CL sur de grandes surfaces par UV-NIL. Nous avons mis au point la réplique d'un premier moule comportant un réseau d'ancrage avec une période de 780 nm, puis d'un second de 200 nm de période, pour pouvoir travailler aux longueurs d'onde respectives de 1,55  $\mu\text{m}$  et de 850 nm. La réalisation collective de microcellules polymères à CL compatibles avec ces réseaux a été possible grâce à l'utilisation de notre équipement de nanoimpression pour assurer également des étapes critiques d'impression douce et/ou de scellement thermique sous pression, que ce soit avec ou sans UV. Nous avons ainsi pu développer deux procédés de fabrication utilisant deux types d'espaceurs polymères différents : un film sec de résine d'épaisseur fixe de  $\sim 5 \mu\text{m}$  (DF-1005), puis une résine auto-scillante (Perminex 2005) d'épaisseur ajustable entre 2 et 5  $\mu\text{m}$  et qui permet de s'affranchir du recours à une couche de SU-8 supplémentaire pour capoter les microcellules.

Nous avons ensuite présenté les résultats obtenus sur des filtres optiques passifs en assemblant des miroirs diélectriques réalisés par le C2N sur des substrats de verre/ITO. Ils nous ont tout d'abord permis de confirmer la pertinence de nos procédés pour la fabrication et le remplissage uniformes des microcellules. La caractérisation d'un filtre accordable à 1,55  $\mu\text{m}$  à murs DF menée avec le C2N a de plus mis en évidence une variation d'indice extraordinaire sous tension en accord avec les valeurs attendues à 1,55  $\mu\text{m}$  ( $\Delta n = 0,189$  pour 18 V) et une largeur à mi-hauteur du pic de résonance extraordinaire de  $\sim 0,35 \text{ nm}$ , ce qui démontre que les pertes liées à l'insertion des CL intracavité sont très faibles. De plus, la variation maximale du pic de résonance n'est que de 3% sur une distance de 2 cm, ce qui témoigne de la faisabilité d'une réalisation matricielle homogène.

Nous avons ensuite réduit l'épaisseur de la cavité optique à 2,5  $\mu\text{m}$  grâce à l'utilisation d'espaceurs en Perminex, ce qui a permis d'accroître l'ISL du filtre résonnant à 1,55  $\mu\text{m}$  de 102 nm à 137 nm. Enfin, nous avons pu réaliser un filtre accordable à 850 nm avec des miroirs commerciaux sur verre/ITO, des espaceurs en Perminex fixant une épaisseur de CL de 3,5  $\mu\text{m}$  et un réseau d'alignement de 200 nm de période. Ce filtre présente un ISL de 38,7 nm, une tension de seuil d'activation des CL de 1,8 V et une gamme d'accord du mode extraordinaire qui couvre tout l'ISL pour seulement 4,2 V appliqués, avec un  $\Delta n$  exploité de seulement 0,12. Ces caractéristiques semblent donc compatibles avec le cahier des charges visé par le projet DOCT-VCSEL. La largeur à mi-hauteur du pic de transmission est quant à elle estimée inférieure à 0,4 nm, mais n'a pas encore pu être mesurée précisément. Après cette phase de mise au point, ce procédé générique « microcellules à CL » a pu être appliqué à la réalisation de différents composants actifs.

Dans le troisième chapitre, nous avons présenté les études menées sur la conception et la réalisation de composants actifs accordables à CL fonctionnant à 1,55  $\mu\text{m}$  dans le cadre du projet HYPOCAMP. Dans un premier temps, nous avons rappelé le principe de fonctionnement d'une photodiode accordable comportant un filtre à CL en surface. Nous avons ensuite mis en évidence les problèmes d'inhomogénéité des CL rencontrés sur les matrices de photodiodes présentant des reliefs et des métallisations, puis montré que l'application d'un traitement hydrophile sur le réseau d'ancrage des CL permettait de les résoudre. Grâce à cette étude, des photodiodes accordables sur 80 nm pour une  $V_{\text{CL}}$  appliquée de 10 V ont été obtenues, avec une

sensibilité maximale de détection de 0,43 A/W. Ces premiers résultats valident l'intérêt de l'approche « cristal liquide » et pourront être encore améliorés avec un meilleur design de la photodiode et des miroirs du filtre accordable.

Ces travaux prometteurs ont servi de jalons pour préparer la fabrication de VCSELs accordables à microcellules à CL émettant à 1,55  $\mu\text{m}$  en pompage optique. Pour ces composants à base d'InP, deux procédés de fabrication successifs ont été réalisés à l'aide des deux types d'espaceurs (DF et Perminex), pour définir des épaisseurs intracavité de CL respectives de  $\sim 5 \mu\text{m}$  et  $\sim 2,5 \mu\text{m}$ . Une émission laser en continu à température ambiante a pu être démontrée dans les deux cas, confirmant ainsi les pertes négligeables apportées par l'insertion de la microcellule à CL. Cependant, seule la seconde génération a conduit à une émission laser accordable, sur 23,5 nm avec une tension  $V_{\text{CL}}$  de 20 V, grâce à l'augmentation de l'ISL liée à la réduction de la hauteur des microcellules. La puissance d'émission obtenue pour ce dernier dispositif est comprise entre 0,3 et 0,4 mW, pour une puissance de pompe de 7,8 mW, et le seuil laser est comparable à celui constaté sur des VCSELs de référence. L'accordabilité obtenue reste toutefois encore faible par rapport à celle reportée dans la littérature pour les MEMS-VCSELs. Elle semble en effet limitée par des effets thermiques qui altèrent la biréfringence du CL utilisé (E7). L'utilisation de CL nématiques ayant une température de fonctionnement maximale plus élevée et l'optimisation de la zone active (exploitation de brins quantiques pour fixer la polarisation) et du design global du composant devraient permettre d'améliorer rapidement ces performances. Compte tenu de la différence de maturité entre les technologies MEMS-VCSEL et VCSEL à CL intracavité, ces premiers résultats sont néanmoins très encourageants.

Enfin, dans le dernier chapitre, nous avons présenté l'ensemble des travaux réalisés sur la conception et la fabrication de VCSELs accordables à pompage électrique à 850 nm pour le projet DOCT-VCSEL. La partie demi-VCSEL a été conçue avec l'IEIIT et est très similaire aux structures utilisées pour les MEMS-VCSELs à base GaAs reportées dans la littérature. Les modélisations menées ont permis de concevoir un dispositif dont le mode laser extraordinaire devrait être favorisé par rapport au mode ordinaire et être accordable sans sauts de mode sur au moins 20 nm pour une variation d'indice des CL de seulement 0,14, et ce, malgré les incertitudes fortes sur les épaisseurs de couches de polymères mises en jeu dans ce composant hybride.

Pour tenter de valider ces simulations, il a été nécessaire de mettre en place les différentes étapes de fabrication de composants demi-VCSELs à base de GaAs à contact intracavité et à diaphragme d'oxyde enterré (AlOx) et de concevoir des masques adaptés à la technologie CL. Lors du premier procédé complet que nous avons réalisé, nous avons rencontré de nombreux problèmes liés à l'épitaxie des structures, à la gestion de l'injection électrique, à la gravure par voie chimique du cap supérieur, et à celle du réseau d'alignement des CLs que nous avons dû réaliser par FIB, ne disposant pas encore du moule de nano-impression de période 200 nm. De plus, cette première génération a utilisé le procédé DF qui a exigé la gravure successive de deux mesas pour conduire à un ISL suffisamment grand.

Les enseignements de ce premier procédé nous ont permis d'optimiser un grand nombre de points, à commencer par l'épitaxie de la multicouche qui a été réalisée en MOCVD à l'extérieur du laboratoire, contrairement à la première génération réalisée par MBE, dans un bâti non optimisé au moment des croissances au LAAS. Nous avons également amélioré



plusieurs étapes critiques du procédé de fabrication de la partie 1/2-VCSEL. La gravure du cap layer a été réalisée par une gravure physique, plus précise et reproductible. Enfin, en utilisant la Perminex comme espaceur polymère, nous avons acquis une plus grande liberté sur le choix de l'épaisseur de CL intra-cavité, ainsi que la possibilité de réaliser le réseau d'ancrage sur toute la surface du DBR du capot supérieur, ce qui a permis d'améliorer significativement l'uniformité des CL. Les composants réalisés n'ont toutefois pas présenté d'effet laser en continu à l'ambiante.

Cette seconde génération de composants a cependant permis l'obtention de deux résultats intermédiaires très encourageants. Premièrement, nous avons pu mesurer une variation de la position spectrale du pic d'électroluminescence sur 10 nm autour de 840 nm pour 20 V appliqués sur les CL. De plus, l'observation d'un seul pic accordable et non fixe dans cette gamme spectrale pourrait être lié à l'effet de l'anneau de  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  et au guidage sélectif du mode extraordinaire. Des caractérisations complémentaires seront toutefois nécessaires pour confirmer cette hypothèse.

Par ailleurs, nous avons réussi à obtenir un effet laser en continu à l'ambiante dans un demi-VCSEL placé dans une cavité en limite de stabilité avec un miroir diélectrique concave de haute réflectivité. Ceci a permis de vérifier que les puits quantiques de la zone active présentent un gain suffisamment élevé pour conduire à un effet laser. Cependant, la faible puissance émise et la longueur d'onde laser décalée vers le rouge (864 nm) semblent indiquer un échauffement dans la structure (de l'ordre de 70°C), qui est peut-être à l'origine du mauvais fonctionnement du composant complet intégrant les CL.

De nombreuses perspectives s'ouvrent à l'issue de ces travaux. Certains composants sont fonctionnels (filtres, photodiodes) et pourraient être exploités après optimisation dans des systèmes. Les objectifs concernant les VCSELs ne sont toutefois pas encore atteints et plusieurs solutions sont envisagées.

Nous envisageons dans un premier temps de changer de CL pour être moins sensible aux effets thermiques. Il s'agira de remplacer le E7 par le BL-036 de chez Merck, dont la température de clarification  $T_C$  est de 95°C (au lieu de 70°C) et la biréfringence dans le visible est de 0,267. Des tests de fabrication de filtres optiques seront menés prochainement dans ce sens. L'utilisation de ces nouveaux CL pourrait ainsi permettre d'obtenir une accordabilité plus élevée pour les VCSELs à pompage optique à 1,55  $\mu\text{m}$ , équivalente à celle obtenue sur les filtres passifs. L'Institut FOTON envisage également d'améliorer le procédé de fabrication de la partie demi-VCSEL, notamment au niveau de la croissance électrolytique de cuivre, et d'exploiter des zones actives hybrides comportant des brins quantiques dont l'axe sera aligné à celui des CL, afin d'obtenir une émission optimale sur le mode extraordinaire par anisotropie de gain.

Pour ce qui concerne le VCSEL à 850 nm à pompage électrique, il s'agira tout d'abord de poursuivre la caractérisation des composants déjà réalisés en utilisant un pompage électrique en régime impulsionnel et une analyse spectrale mieux résolue de l'électroluminescence afin de mieux comprendre l'origine des pertes optiques et des problèmes d'échauffement.

Ensuite il faudra certainement améliorer le procédé de fabrication, notamment pour l'étape cruciale de gravure du cap de GaAs  $p^{++}$ , dont la maîtrise détermine la position de la résonance du 1/2-VCSEL, son état de surface, ainsi que les pertes optiques résiduelles dans la

cavité. D'après des résultats de simulations très récents, il semblerait qu'une partie de ces pertes puissent être dues à un étalement du mode d'émission dans le plan de la cavité. Il est donc nécessaire de confiner la cavité laser pour éviter cet étalement du mode d'émission en réduisant la largeur des contacts en aluminium autour des zones d'émissions, en gravant localement le miroir DBR supérieur ou encore en implémentant une lentille pour réduire la divergence. De plus, le passage à un CL de température de clarification plus élevée tel que le BL-036 permettra dans ce cas aussi de supporter une température de fonctionnement plus élevée et d'augmenter les possibilités d'effet laser, ou du moins d'étendre la gamme d'accord spectral. Afin d'avoir un meilleur contrôle sur l'épaisseur et l'homogénéité de l'épaisseur de CL intracavité, une technologie III-V complètement planaire pourra aussi être envisagée en exploitant les motifs de type « gorge » que nous avons pu étudier lors de la mise au point technologique. Par ailleurs, nous avons également mis en évidence la difficulté du pilotage des CL et des VCSELs en utilisant une électrode commune et un nouveau design devra donc être envisagé pour le pilotage de ces composants.

L'ensemble de ces améliorations devrait permettre à terme l'obtention des premiers VCSELs à CL à pompage électrique et d'évaluer leurs propriétés optiques en vue d'une utilisation pour le FF-SS-OCT.



## Références bibliographiques

- [1] K. Iga, « Forty years of vertical-cavity surface-emitting laser: Invention and innovation », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 57, n° 8S2, p. 08PA01, août 2018, doi: 10.7567/JJAP.57.08PA01.
- [2] K. J. Ebeling, R. Michalzik, et H. Moench, « Vertical-cavity surface-emitting laser technology applications with focus on sensors and three-dimensional imaging », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 57, n° 8S2, p. 08PA02, août 2018, doi: 10.7567/JJAP.57.08PA02.
- [3] R. Michalzik, Éd., *VCSELs: fundamentals, technology and applications of vertical-cavity surface-emitting lasers*. New York: Springer, 2013.
- [4] D. Huang *et al.*, « Optical Coherence Tomography », *Science*, vol. 254, n° 5035, p. 1178-1181, nov. 1991, doi: 10.1126/science.1957169.
- [5] T. Gambichler, G. Moussa, M. Sand, D. Sand, P. Altmeyer, et K. Hoffmann, « Applications of optical coherence tomography in dermatology », *Journal of Dermatological Science*, vol. 40, n° 2, p. 85-94, nov. 2005, doi: 10.1016/j.jdermsci.2005.07.006.
- [6] F. I. Feldchtein *et al.*, « In vivo OCT imaging of hard and soft tissue of the oral cavity », *Optics Express*, vol. 3, n° 6, p. 239, sept. 1998, doi: 10.1364/OE.3.000239.
- [7] D. D. John *et al.*, « Wideband Electrically Pumped 1050-nm MEMS-Tunable VCSEL for Ophthalmic Imaging », *Journal of Lightwave Technology*, vol. 33, n° 16, p. 3461-3468, août 2015, doi: 10.1109/JLT.2015.2397860.
- [8] W. Drexler et J. G. Fujimoto, Éd., *Optical coherence tomography: technology and applications*, 2ème édition. Cham: Springer, 2015.
- [9] E. A. Boettner, « SPECTRAL TRANSMISSION OF THE EYE »:, Defense Technical Information Center, Fort Belvoir, VA, juill. 1967.
- [10] E. A. Swanson *et al.*, « In vivo retinal imaging by optical coherence tomography », *Optics Letters*, vol. 18, n° 21, p. 1864, nov. 1993, doi: 10.1364/OL.18.001864.
- [11] J. G. Fujimoto *et al.*, « Optical biopsy and imaging using optical coherence tomography », *Nat. Med.*, vol. 1, p. 970-972, 1995.
- [12] B. Bouma, M. E. Brezinski, J. G. Fujimoto, G. J. Tearney, S. A. Boppart, et M. R. Hee, « High-resolution optical coherence tomographic imaging using a mode-locked Ti:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> laser source », *Optics Letters*, vol. 20, n° 13, p. 1486, juill. 1995, doi: 10.1364/OL.20.001486.
- [13] W. Drexler *et al.*, « In vivo ultrahigh-resolution optical coherence tomography », *Optics Letters*, vol. 24, n° 17, p. 1221, sept. 1999, doi: 10.1364/OL.24.001221.
- [14] M. Choma, M. Sarunic, C. Yang, et J. Izatt, « Sensitivity advantage of swept source and Fourier domain optical coherence tomography », *Optics Express*, vol. 11, n° 18, p. 2183, sept. 2003, doi: 10.1364/OE.11.002183.
- [15] R. Leitgeb, C. Hitzenberger, et A. Fercher, « Performance of fourier domain vs time domain optical coherence tomography », *Optics Express*, vol. 11, n° 8, p. 889, avr. 2003, doi: 10.1364/OE.11.000889.
- [16] J. F. de Boer, B. Cense, B. H. Park, M. C. Pierce, G. J. Tearney, et B. E. Bouma, « Improved signal-to-noise ratio in spectral-domain compared with time-domain optical coherence tomography », *Optics Letters*, vol. 28, n° 21, p. 2067, nov. 2003, doi: 10.1364/OL.28.002067.
- [17] M. Wojtkowski, R. Leitgeb, A. Kowalczyk, T. Bajraszewski, et A. F. Fercher, « In vivo human retinal imaging by Fourier domain optical coherence tomography », *Journal of Biomedical Optics*, vol. 7, n° 3, p. 457, 2002, doi: 10.1117/1.1482379.
- [18] E. A. Swanson, J. G. Fujimoto, C. A. Puliafito, C. P. Lin, et J. S. Schuman, « Method and apparatus for optical imaging with means for controlling the longitudinal range of the sample », 5,321,501.
- [19] S. R. Chinn, E. A. Swanson, et J. G. Fujimoto, « Optical coherence tomography using a frequency-tunable optical source », *Optics Letters*, vol. 22, n° 5, p. 340, mars 1997, doi: 10.1364/OL.22.000340.

- [20] B. Golubovic, B. E. Bouma, G. J. Tearney, et J. G. Fujimoto, « Optical frequency-domain reflectometry using rapid wavelength tuning of a Cr<sup>4+</sup>:forsterite laser », *Optics Letters*, vol. 22, n° 22, p. 1704, nov. 1997, doi: 10.1364/OL.22.001704.
- [21] S. Yun, G. Tearney, B. Bouma, B. Park, et J. de Boer, « High-speed spectral-domain optical coherence tomography at 13 μm wavelength », *Optics Express*, vol. 11, n° 26, p. 3598, déc. 2003, doi: 10.1364/OE.11.003598.
- [22] W. Y. Oh, S. H. Yun, G. J. Tearney, et B. E. Bouma, « 115kHz tuning repetition rate ultrahigh-speed wavelength-swept semiconductor laser », *Optics Letters*, vol. 30, n° 23, p. 3159, déc. 2005, doi: 10.1364/OL.30.003159.
- [23] A. Dubois, L. Vabre, A.-C. Boccara, et E. Beaufrepaire, « High-resolution full-field optical coherence tomography with a Linnik microscope », *Applied Optics*, vol. 41, n° 4, p. 805, févr. 2002, doi: 10.1364/AO.41.000805.
- [24] A. W. Kopf, « Diagnostic Accuracy in Malignant Melanoma », *Arch Dermatol*, vol. 111.
- [25] S. Q. Wang, A. W. Kopf, K. Koenig, D. Polsky, K. Nudel, et R. S. Bart, « Detection of melanomas in patients followed up with total cutaneous examinations, total cutaneous photography, and dermoscopy », *Journal of the American Academy of Dermatology*, vol. 50, n° 1, p. 15-20, janv. 2004, doi: 10.1016/S0190-9622(03)02794-4.
- [26] D. L. Huffaker, D. G. Deppe, K. Kumar, et T. J. Rogers, « Native-oxide defined ring contact for low threshold vertical-cavity lasers », *Applied Physics Letters*, vol. 65, n° 1, p. 97-99, juill. 1994, doi: 10.1063/1.113087.
- [27] R. Michalzik, Éd., *VCSELs: fundamentals, technology and applications of vertical-cavity surface-emitting lasers*. New York: Springer, 2013.
- [28] A. Larsson, « Advances in VCSELs for Communication and Sensing », *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 17, n° 6, p. 1552-1567, nov. 2011, doi: 10.1109/JSTQE.2011.2119469.
- [29] S. F. Yu, *Analysis and Design of Vertical Cavity Surface Emitting Lasers: YU/Surface Emitting Lasers*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2003.
- [30] A. Laurain, « Sources laser à semiconducteur à émission verticale de haute cohérence et de forte puissance dans le proche et le moyen infrarouge. », Montpellier II, Montpellier, 2010.
- [31] G. Yang, M. MacDougal, et P. . Dapkus, « Ultra low threshold current vertical-cavity surface-emitting lasers obtained with selective oxidation », *Electronics letters*, vol. 31, n° 11, p. 886-888, avr. 1995.
- [32] H. Soda, K. Iga, C. Kitahara, et Y. Suematsu, « GaInAsP/InP Surface Emitting Injection Lasers », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 18, n° 12, p. 2329-2330, déc. 1979, doi: 10.1143/JJAP.18.2329.
- [33] K. Iga, S. Ishikawa, S. Ohkouchi, et T. Nishimura, « Room-temperature pulsed oscillation of GaAlAs/GaAs surface emitting injection laser », *Applied Physics Letters*, vol. 45, n° 4, p. 348-350, août 1984, doi: 10.1063/1.95265.
- [34] M. Ogura, W. Hsin, M.-C. Wu, S. Wang, et J. R. Whinnery, « Surface-emitting laser diode with vertical GaAs/GaAlAs quarter-wavelength multilayers and lateral buried heterostructure », *Applied Physics Letters*, vol. 51, n° 21, nov. 1987.
- [35] F. Koyama, S. Kinoshita, et K. Iga, « Room-temperature continuous wave lasing characteristics of a GaAs vertical cavity surface-emitting laser », *Applied Physics Letters*, vol. 55, n° 3, p. 221-222, juill. 1989, doi: 10.1063/1.101913.
- [36] « <https://www.finisar.com/products/sensing-components/vcsels> », 2019. .
- [37] « <http://www.prnewswire.com/news-releases/vertical-cavity-surface-emitting-lasers-vcSEL--technologies-and-global-markets-279201051.html> ».
- [38] C. J. Chang-Hasnain, M. W. Maeda, N. G. Stoffel, J. P. Harbison, et L. T. Florez, « Surface emitting laser arrays with uniformly separated wavelengths », vol. 26, n° 13, p. 940-942, 1990.
- [39] P. R. Berger, N. K. Dutta, K. D. Choquette, G. Hasnain, et N. Chand, « Monolithically Peltier-cooled vertical-cavity surface-emitting lasers », *Applied Physics Letters*, vol. 59, n° 1, p. 117-119, juill. 1991, doi: 10.1063/1.105547.
- [40] C. J. Chang-Hasnain, J. P. Harbison, C. E. Zah, L. T. Florez, et N. C. Andreadakis, « Continuous wavelength tuning of two-electrode vertical cavity surface emitting lasers », *Electronics Letters*, vol. 27, n° 11, p. 1002-1003, mai 1991, doi: 10.1049/el:19910624.

- [41] C. Bringer, « Technologie et caractérisation des VCSELs à diaphragme d'oxyde. Application à la détection en cavité verticale ».
- [42] G. S. Li, W. Yuen, M. S. Wu, E. C. Vail, et C. J. Chang-Hasnain, « Tunable micromachined vertical cavity surface emitting laser », *Electronics Letters*, vol. 31, n° 19, p. 1671-1672, sept. 1995, doi: 10.1049/el:19951159.
- [43] Y. M. Li, W. Yuen, G. S. Li, et C. J. Chang-Hasnain, « Top-emitting micromechanical VCSEL with a 31.6-nm tuning range », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 10, n° 1, p. 18-20, janv. 1998, doi: 10.1109/68.651087.
- [44] C. J. Chang-Hasnain, « Tunable VCSEL », *IEEE journal on selected topics in Quantum electronics*, vol. 6, déc. 2000.
- [45] C. Gierl *et al.*, « Surface micromachined tunable 155  $\mu\text{m}$ -VCSEL with 102 nm continuous single-mode tuning », *Optics Express*, vol. 19, n° 18, p. 17336, août 2011, doi: 10.1364/OE.19.017336.
- [46] I. Sagnes *et al.*, « InP-based wavelength tunable vertical cavity surface emitting laser structures », *Comptes Rendus Physique*, vol. 4, n° 6, p. 675-685, juill. 2003, doi: 10.1016/S1631-0705(03)00082-3.
- [47] M. C. Larsson, A. R. Massengale, et J. S. Harris, « Continuously tunable micromachined vertical cavity surface emitting laser with 18 nm wavelength range », *Electronics Letters*, vol. 32, n° 4, p. 330, 1996, doi: 10.1049/el:19960276.
- [48] P. Meissner, *Widely Tunable VCSEL using Sub wavelength Gratings* <https://cordis.europa.eu/project/rcn/86598/factsheet/en>.
- [49] P. Debernardi *et al.*, « Modal Properties of Long-Wavelength Tunable MEMS-VCSELs With Curved Mirrors: Comparison of Experiment and Modeling », *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 44, n° 4, p. 391-399, avr. 2008, doi: 10.1109/JQE.2007.914773.
- [50] B. Kogel *et al.*, « Integrated MEMS-Tunable VCSELs Using a Self-Aligned Reflow Process », *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 48, n° 2, p. 144-152, févr. 2012, doi: 10.1109/JQE.2011.2172191.
- [51] G. D. Cole, E. Behymer, T. C. Bond, et L. L. Goddard, « Short-wavelength MEMS-tunable VCSELs », *Optics Express*, vol. 16, n° 20, p. 16093, sept. 2008, doi: 10.1364/OE.16.016093.
- [52] D. D. John *et al.*, « Single-Mode and High-Speed 850nm MEMS-VCSEL », in *Lasers Congress 2016 (ASSL, LSC, LAC)*, Boston, Massachusetts, 2016, p. AT5A.2, doi: 10.1364/ASSL.2016.AT5A.2.
- [53] C. F. R. Mateus, M. C. Y. Huang, Y. Deng, A. R. Neureuther, et C. J. Chang-Hasnain, « Ultrabroadband Mirror Using Low-Index Cladded Subwavelength Grating », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 16, n° 2, p. 518-520, févr. 2004, doi: 10.1109/LPT.2003.821258.
- [54] M. C. Y. Huang, Y. Zhou, et C. J. Chang-Hasnain, « A surface-emitting laser incorporating a high-index-contrast subwavelength grating », *Nature Photonics*, vol. 1, n° 2, p. 119-122, févr. 2007, doi: 10.1038/nphoton.2006.80.
- [55] A. Tibaldi, P. Debernardi, et R. Orta, « High-Contrast Gratings Performance Issues in Tunable VCSELs », *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 51, n° 12, p. 1-7, déc. 2015, doi: 10.1109/JQE.2015.2502903.
- [56] S. Jatta *et al.*, « Bulk-Micromachined VCSEL At 1.55  $\mu\text{m}$  With 76-nm Single-Mode Continuous Tuning Range », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 21, n° 24, p. 1822-1824, déc. 2009, doi: 10.1109/LPT.2009.2034272.
- [57] T. Yano *et al.*, « Wavelength Modulation Over 500 kHz of Micromechanically Tunable InP-Based VCSELs With Si-MEMS Technology », *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 15, n° 3, p. 528-534, 2009, doi: 10.1109/JSTQE.2009.2015468.
- [58] T. Gruendl *et al.*, « Widely tunable, polarization stable BCB MEMS VCSELs with SWG integration based on InP at 1.55  $\mu\text{m}$  », in *ISLC 2012 International Semiconductor Laser Conference*, San Diego, CA, USA, 2012, p. 42-43, doi: 10.1109/ISLC.2012.6348325.
- [59] C. Chase, Y. Rao, M. Huang, et C. Chang-Hasnain, « 1550-nm wavelength-tunable HCG VCSELs », présenté à SPIE OPTO, San Francisco, California, United States, 2014, p. 89950A, doi: 10.1117/12.2041821.

- [60] S. Paul *et al.*, « 10-Gb/s Direct Modulation of Widely Tunable 1550-nm MEMS VCSEL », *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 21, n° 6, p. 436-443, nov. 2015, doi: 10.1109/JSTQE.2015.2418218.
- [61] C. Gierl *et al.*, « Surface micromachined MEMS tunable VCSEL at 1550 nm with > 70 nm single mode tuning », présenté à SPIE OPTO, San Francisco, California, USA, 2012, p. 82760P, doi: 10.1117/12.907800.
- [62] Y. Rao *et al.*, « Tunable 1550-nm VCSEL using high contrast gratings », in *IEEE Photonics Conference 2012*, Burlingame, CA, USA, 2012, p. 864-865, doi: 10.1109/IPCon.2012.6358569.
- [63] T. Ansbaek, I.-S. Chung, E. S. Semenova, et K. Yvind, « 1060-nm Tunable Monolithic High Index Contrast Subwavelength Grating VCSEL », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 25, n° 4, p. 365-367, févr. 2013, doi: 10.1109/LPT.2012.2236087.
- [64] S. Paul *et al.*, « Far-field, linewidth and thermal characteristics of a high-speed 1550-nm MEMS tunable VCSEL », *Optics Express*, vol. 24, n° 12, p. 13142, juin 2016, doi: 10.1364/OE.24.013142.
- [65] M. C. Y. Huang, Y. Zhou, et C. J. Chang-Hasnain, « A nanoelectromechanical tunable laser », *Nature Photonics*, vol. 2, n° 3, p. 180-184, mars 2008, doi: 10.1038/nphoton.2008.3.
- [66] B. Kögel, A. Larsson, Å. Haglund, P. Westbergh, et J. S. Gustavsson, « Integrated MEMS-tunable VCSELs with high modulation bandwidth », *Electronics Letters*, vol. 47, n° 13, p. 764-765, juin 2011, doi: 10.1049/el.2011.1494.
- [67] M. Nakahama *et al.*, « Wavelength tuning and controlled temperature dependence in vertical-cavity surface-emitting lasers with a thermally and electrostatically actuated cantilever structure », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 53, n° 1, p. 010303, janv. 2014, doi: 10.7567/JJAP.53.010303.
- [68] P. Qiao, K. T. Cook, K. Li, et C. J. Chang-Hasnain, « Wavelength-Swept VCSELs », *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 23, n° 6, p. 1-16, nov. 2017, doi: 10.1109/JSTQE.2017.2707181.
- [69] O. Castany, L. Dupont, A. Shuaib, J. P. Gauthier, C. Levallois, et C. Paranthoën, « Tunable semiconductor vertical-cavity surface-emitting laser with an intracavity liquid crystal layer », *Applied Physics Letters*, vol. 98, n° 16, p. 161105, avr. 2011, doi: 10.1063/1.3569591.
- [70] « <https://www.laas.fr/projects/doct-vcSEL/description> ».
- [71] J. Albero *et al.*, « Micromachined array-type Mirau interferometer for parallel inspection of MEMS », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 21, n° 6, p. 065005, juin 2011, doi: 10.1088/0960-1317/21/6/065005.
- [72] S. Abada, « Conception et réalisation de microsystèmes optiques (MOEMS en polymère pour l'optique adaptative intégrée sur diodes laser verticales (VCESLs) », Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), Toulouse, 2015.
- [73] O. Lehmann, « Über fließende Krystalle. », *Zeitschrift für physikalische Chemie*, vol. 4, n° 1, p. 462-472, 1889.
- [74] A. Ciferri, W. R. Krigbaum, et R. B. Meyer, Éd., *Polymer liquid crystals*. New York: Academic Press, 1982.
- [75] P.J. Collings et M. Hird, *Introduction to liquid crystals: chemistry and physics*, Taylor and Francis. New-York, 2004.
- [76] S. Norvez, « Cristaux liquides, d'un état insoupçonné de la matière aux écrans plats », *Actual Chim*, vol. 8, n° 389-388-389, p. 148-152, 2014.
- [77] I.-C. Khoo, *Liquid crystals*, 2nd ed. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience, 2007.
- [78] J. Li, S.-T. Wu, S. Brugioni, R. Meucci, et S. Faetti, « Infrared refractive indices of liquid crystals », *J. Appl. Phys.*, p. 6, 2005.
- [79] O. Castany et L. Dupont, « Liquid crystal micro-cells: collective fabrication of individual micro-cells », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, n° 6, p. 065019, juin 2010, doi: 10.1088/0960-1317/20/6/065019.
- [80] S. Abada *et al.*, « Comparative study of soft thermal printing and lamination of dry thick photoresist films for the uniform fabrication of polymer MOEMS on small-sized samples », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 27, n° 5, p. 055018, mai 2017, doi: 10.1088/1361-6439/aa6a27.

- [81] S. Kuniyasu *et al.*, « The Strength of Rubbing Worked on Polyimide Films for Aligning Nematic and Chiral Smectic Liquid Crystals: Controlling Pretilt Angles and Some Electrooptic Performances of LCDs », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 27, n° Part 1, No. 5, p. 827-829, mai 1988, doi: 10.1143/JJAP.27.827.
- [82] W. M. Gibbons, P. J. Shannon, S.-T. Sun, et B. J. Swetlin, « Surface-mediated alignment of nematic liquid crystals with polarized laser light », *Nature*, vol. 351, n° 6321, p. 49-50, mai 1991, doi: 10.1038/351049a0.
- [83] K. Ichimura, Y. Suzuki, T. Seki, A. Hosoki, et K. Aoki, « Reversible change in alignment mode of nematic liquid crystals regulated photochemically by command surfaces modified with an azobenzene monolayer », *Langmuir*, vol. 4, n° 5, p. 1214-1216, sept. 1988, doi: 10.1021/la00083a030.
- [84] O. Castany et L. Dupont, « Collective constructions with micro-bricks. Application to the fabrication of liquid crystal micro-cells », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 22, n° 12, p. 125009, déc. 2012, doi: 10.1088/0960-1317/22/12/125009.
- [85] D. W. Berreman, « Solid Surface Shape and the Alignment of an Adjacent Nematic Liquid Crystal », *Physical Review Letters*, vol. 28, n° 26, p. 1683-1686, juin 1972, doi: 10.1103/PhysRevLett.28.1683.
- [86] C. Gear, K. Diest, V. Liberman, et M. Rothschild, « Engineered liquid crystal anchoring energies with nanopatterned surfaces », *Optics Express*, vol. 23, n° 2, p. 807, janv. 2015, doi: 10.1364/OE.23.000807.
- [87] D. C. Flanders, D. C. Shaver, et H. I. Smith, « Alignment of liquid crystals using submicrometer periodicity gratings », *Applied Physics Letters*, vol. 32, n° 10, p. 597-598, mai 1978, doi: 10.1063/1.89864.
- [88] S. Y. Chou, P. R. Krauss, et P. J. Renstrom, « Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers », *Applied Physics Letters*, vol. 67, n° 21, p. 3114-3116, nov. 1995, doi: 10.1063/1.114851.
- [89] J. Haisma, « Mold-assisted nanolithography: A process for reliable pattern replication », *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 14, n° 6, p. 4124, nov. 1996, doi: 10.1116/1.588604.
- [90] C. Levallois *et al.*, « Liquid crystal-based tunable photodetector operating in the telecom C-band », *Optics Express*, vol. 26, n° 20, p. 25952, oct. 2018, doi: 10.1364/OE.26.025952.
- [91] B. Sadani *et al.*, « Liquid-Crystal Alignment by a Nanoimprinted Grating for Wafer-Scale Fabrication of Tunable Devices », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 30, n° 15, p. 1388-1391, août 2018, doi: 10.1109/LPT.2018.2849641.
- [92] R. F. Wolffenbuttel, « MEMS-based optical mini- and microspectrometers for the visible and infrared spectral range », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 15, n° 7, p. S145-S152, juill. 2005, doi: 10.1088/0960-1317/15/7/021.
- [93] L. P. Schuler, J. S. Milne, J. M. Dell, et L. Faraone, « MEMS-based microspectrometer technologies for NIR and MIR wavelengths », *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, n° 13, p. 133001, juill. 2009, doi: 10.1088/0022-3727/42/13/133001.
- [94] M. S. Wu, E. C. Vail, G. S. Li, W. Yuen, et C. J. Chang-Hasnain, « Widely and continuously tunable micromachined resonant cavity detector with wavelength tracking », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 8, n° 1, p. 98-100, janv. 1996, doi: 10.1109/68.475791.
- [95] H. Mathieu et H. Fanet, *Physique des semiconducteurs et des composants électroniques*. Dunod.
- [96] H. Halbritter *et al.*, « Tunable and wavelength selective pin photodiode », *Electronics Letters*, vol. 40, n° 6, p. 388, 2004, doi: 10.1049/el:20040275.
- [97] J. Cesar, S. Paul, M. T. Haidar, et F. Kuppens, « Surface Micromachined MEMS-Tunable PIN-Photodiodes around 1550-nm », in *CLEO: Science and Innovations*, San Jose, Californie, USA, 2017.
- [98] F. Taleb *et al.*, « Enhancement of VCSEL Performances Using Localized Copper Bonding Through Silicon Vias », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 29, n° 13, p. 1105-1108, juill. 2017, doi: 10.1109/LPT.2017.2703599.



- [99] R. Courson, M. Fouet, P. Joseph, F. Mesnilgrete, V. Conédéra, et A.-M. Gué, « Sams vapor deposition: a ready to use functionalization technology for monitoring wettability properties in microfluidic devices », p. 4.
- [100] C. Belmonte *et al.*, « Optimization of electrically tunable VCSEL with intracavity nematic liquid crystal », *Optics Express*, vol. 23, n° 12, p. 15706, juin 2015, doi: 10.1364/OE.23.015706.
- [101] B. Sadani, T. Camps, B. Boissard, J.-B. Doucet, et V. Bardinal, « Integration of tunable liquid crystal microcells on 1.55 $\mu$ m photodetector arrays using nanoimprint technology. 43rd International Conference on Micro- and Nano-engineering (MNE 2017), Braga, Portugal. (hal-01600644) », sept. 2017.
- [102] C. Levallois *et al.*, « Liquid crystal based tunable PIN-photodiodes for detection around 1.55- $\mu$ m », présenté à Proc.SPIE, 2018, vol. 10729.
- [103] S.-T. Wu, « Absorption measurements of liquid crystals in the ultraviolet, visible, and infrared », *Journal of Applied Physics*, vol. 84, n° 8, p. 4462-4465, oct. 1998, doi: 10.1063/1.368671.
- [104] B. Sadani *et al.*, « Liquid-Crystal Alignment by a Nanoimprinted Grating for Wafer-Scale Fabrication of Tunable Devices », *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 30, n° 15, p. 1388-1391, août 2018, doi: 10.1109/LPT.2018.2849641.
- [105] J.-P. Gauthier, « Réalisation et optimisation de nanostructures à base de semiconducteurs III-V pour les applications de VCSEL accordables », INSA, Université de Rennes, 2011.
- [106] S. Pes *et al.*, « Class-A operation of an optically-pumped 16  $\mu$ m-emitting quantum dash-based vertical-external-cavity surface-emitting laser on InP », *Optics Express*, vol. 25, n° 10, p. 11760, mai 2017, doi: 10.1364/OE.25.011760.
- [107] F. Taleb *et al.*, « Substrate bonding using electroplated copper through silicon vias for VCSEL fabrication », in *26th International Conference on Indium Phosphide and Related Materials (IPRM)*, Montpellier, 2014, p. 1-2, doi: 10.1109/ICIPRM.2014.6880543.
- [108] C. Levallois *et al.*, « InP-based devices integrating liquid crystals microcells for a tunable laser emission or a wavelength selective photodetection », in *2019 Compound Semiconductor Week (CSW)*, Nara, Japon, 2019, p. 1-2, doi: 10.1109/ICIPRM.2019.8819007.
- [109] B. Kogel *et al.*, « Integrated MEMS-Tunable VCSELs Using a Self-Aligned Reflow Process », *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 48, n° 2, p. 144-152, févr. 2012, doi: 10.1109/JQE.2011.2172191.
- [110] L. Frasunkiewicz, T. Czystanowski, H. Thienpont, et K. Panajotov, « Electrically tunable VCSEL with intra-cavity liquid crystal: Design, optimization, and analysis of polarization- and mode-stability », *Optics Communications*, vol. 427, p. 271-277, nov. 2018, doi: 10.1016/j.optcom.2018.06.065.
- [111] G. Almuneau *et al.*, « Real-time *in situ* monitoring of wet thermal oxidation for precise confinement in VCSELs », *Semiconductor Science and Technology*, vol. 23, n° 10, p. 105021, oct. 2008, doi: 10.1088/0268-1242/23/10/105021.