

# Réalisation de micro-résonateurs intégrés en polymères et silice poreuse pour des capteurs optiques

*Pauline Girault<sup>1\*</sup>, Nathalie Lorrain<sup>1</sup>, Jonathan Lemaître<sup>1</sup>, Luiz Poffo<sup>1</sup>, Mohammed Guendouz<sup>1</sup>, Isabelle Hardy<sup>2</sup>, Christiane Carré<sup>1</sup>, Guillaume Vignaud<sup>3</sup>, Aldo Gutierrez<sup>1</sup>, Loïc Bodiou<sup>1</sup>, Joël Charrier<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>UMR FOTON, CNRS, Université de Rennes 1, Enssat, F22305, Lannion, France

<sup>2</sup>UMR FOTON, CNRS, Institut Mines Telecom, Telecom Bretagne, F29238, Brest, France

<sup>3</sup>Université Bretagne-Sud, EA 4250, LIMATB, F56100, Lorient, France

\* pgirault@enssat.fr

## 1. Introduction

Les capteurs optiques biologiques et chimiques sont l'objet de sujets de recherche très actifs en raison de l'intérêt croissant qu'on leur porte dans de nombreux domaines comme la santé, l'agroalimentaire ou encore la défense [1]. Parmi les capteurs optiques intégrés, les micro-résonateurs, qui de par leur géométrie et leur principe de fonctionnement, permettent de réaliser des structures très sensibles, miniaturisées, s'intégrant dans des systèmes « lab-on-chip » [2], ce qui permet aussi de réduire le volume des molécules à détecter.

La majorité des micro-résonateurs utilisent la propagation lumineuse dans la structure guidante et résonante, composée d'une cavité résonante couplée à un guide d'onde rectiligne servant d'entrée et de sortie à la lumière d'excitation et d'extraction des modes guidés. Cette propagation est modifiée lorsque le superstrat est modifié par la présence de molécules. Les capteurs optiques utilisent, actuellement, la détection par le biais de l'onde évanescente pour la détection de molécules, soit greffées à la surface du micro-résonateur (détection surfacique), soit réparties de manière homogène dans le milieu de détection en contact avec le micro-résonateur (détection homogène). L'interaction entre les molécules introduites et l'onde évanescente induit un décalage spécifique de la longueur d'onde de résonance, noté  $\Delta\lambda$ , dû à la variation de l'indice de réfraction du superstrat  $n_{sp}$ . La sensibilité du capteur, définie par  $S = \Delta\lambda/\Delta n_{sp}$ , est exprimée en nm/UIR (Unité d'Indice de Réfraction).

Dans l'objectif de réaliser des capteurs optiques à base de micro-résonateurs très sensibles et facilement intégrables, nous présentons une étude de détection homogène par évanescente sur des micro-résonateurs polymères fabriqués à partir de SU8 pour le cœur et de PMATRIFE pour la gaine inférieure. Aucun superstrat de polymère n'a été déposé sur le micro-résonateur pour permettre le dépôt d'autres superstrats comme l'eau ou l'eau avec différentes concentrations de glucose afin de réaliser une étude de détection. Puis, nous présentons la fabrication de micro-résonateurs en forme d'hippodrome en silice poreuse [3], matériau qui permet de favoriser l'interaction entre la lumière propagée et les molécules à détecter. Celles-ci sont présentes dans le cœur du guide en silice poreuse permettant une détection « en volume », détection moins usitée et augmentant ainsi la sensibilité du capteur comparée à celle obtenue avec des micro-résonateurs en polymères basés sur la détection par évanescente.

## 2. Micro-résonateurs à base de polymères

Des micro-résonateurs en forme d'anneau sont fabriqués à partir de 2 matériaux polymères, la SU8 (d'indice 1,58 @ 1550 nm) pour le cœur du guide et le PMATRIFE (d'indice 1,41 @ 1550 nm) pour la gaine inférieure du guide. La vue de dessus et la vue en coupe des guides d'onde avec les dimensions choisies sont présentées sur la Figure 1. Une propagation monomodale du mode guidé est nécessaire dans le micro-résonateur. Pour cela, en tenant compte des indices des matériaux de cœur et de gaine inférieure, des guides de largeur 1,5  $\mu\text{m}$  et de hauteur 1,5  $\mu\text{m}$  sont choisis. Afin de pouvoir négliger les pertes par courbure, nous avons choisi un rayon de 120  $\mu\text{m}$ . La cavité résonante et le guide rectiligne sont séparés par une distance appelée gap. Des gaps submicroniques de 0,5  $\mu\text{m}$  à 1  $\mu\text{m}$  dans la limite de résolution de 0,4  $\mu\text{m}$  sont étudiés. Les micro-résonateurs sont fabriqués par le procédé de photolithographie en salle blanche (Figure 2).

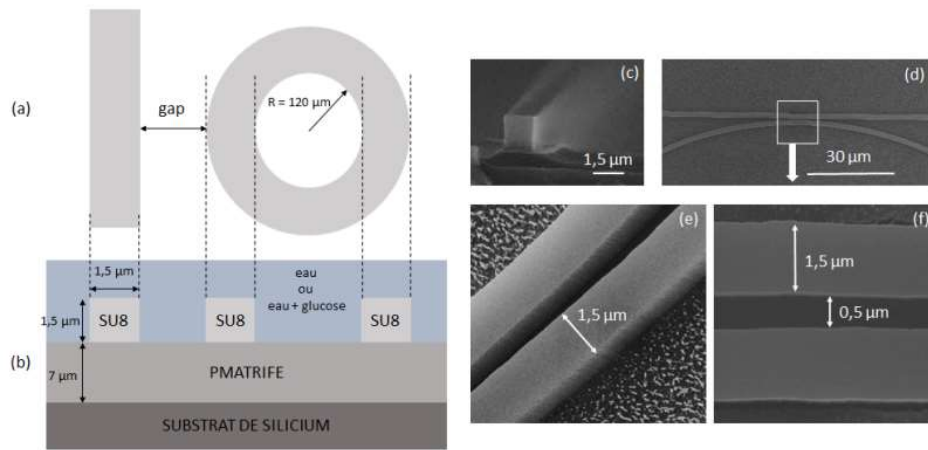


Fig. 1 : Schéma vue du dessus (a) et vue en coupe (b) d'un micro-résonateur en anneau simple. Images MEB des vues de la zone de couplage : en coupe du guide d'onde (c), de dessus (d), tiltée (e) et à plus fort grossissement (f).

Toutes les solutions de polymères utilisées pendant le procédé de fabrication sont filtrées à 0,2 μm avant les étapes de photolithographie. Une couche de 7 μm d'épaisseur de PMATRIFE (500 g/L dans un solvant de THF) est déposée à la tournette sur un substrat de silicium de 200 μm d'épaisseur. Afin de permettre l'adhérence de la SU8, la couche de PMATRIFE est soumise à un plasma d'oxygène. La couche de cœur déposée de 1,5 μm d'épaisseur de SU8 est thermiquement traitée à hauteur de 95 °C. Au-dessus de la couche de SU8, une fine couche de silice (~ 25 nm) puis une couche de résine photosensible positive (~ 400 nm) sont déposées. La fine couche de silice permet de protéger la couche de SU8 du solvant de la résine. Les micro-résonateurs sont réalisés à travers un masque photolithographique chromé exposé aux UV puis développés. Pour obtenir les micro-résonateurs, une gravure sèche par plasma d'oxygène est réalisée.

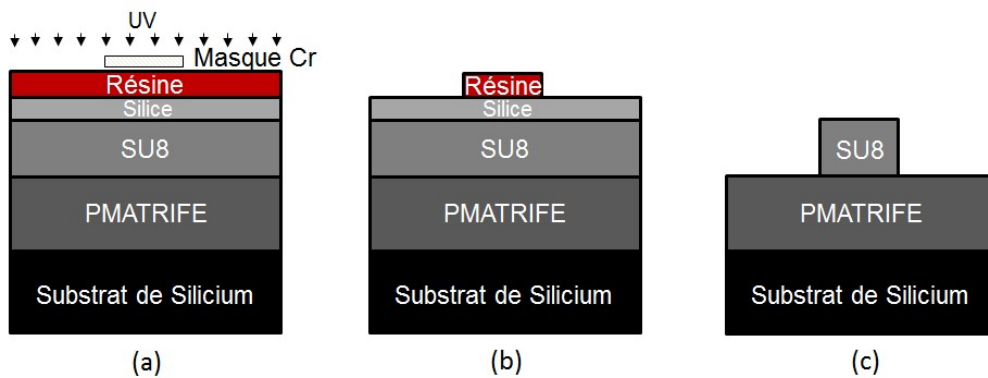


Fig. 2 : Schéma du procédé photolithographique utilisé pour la fabrication des guides d'ondes « ridges » en polymères : (a) Dépôt de la couche de résine photosensible et exposition sous UV ; (b) Développement de la résine photosensible par gravure humide ; (c) Gravure sèche (RIE) des couches de polymères non protégées par la résine photosensible.

Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) des micro-résonateurs ainsi réalisés sont effectuées afin de vérifier que les dimensions obtenues lors de la conception par photolithographie des micro-résonateurs sont bien celles souhaitées, notamment, le gap de 0,5 μm qui est bien défini. De plus, les flancs de gravures obtenus sont satisfaisants (Figure 1.c,d,e,f). Pour caractériser optiquement ces structures, une source accordable autour de 1,55 μm est injectée à l'entrée du guide rectiligne d'accès du micro-résonateur.

Les micro-résonateurs sont stabilisés en température par le biais d'un Peltier intégré au porte-échantillon. Les réponses spectrales sont mesurées au moyen d'un analyseur de spectre optique après couplage de la lumière dans l'anneau. L'ajustement du spectre théorique de transmission avec les spectres expérimentaux (Figure 3) permet de déterminer les valeurs des différents paramètres caractéristiques du micro-résonateur [4].

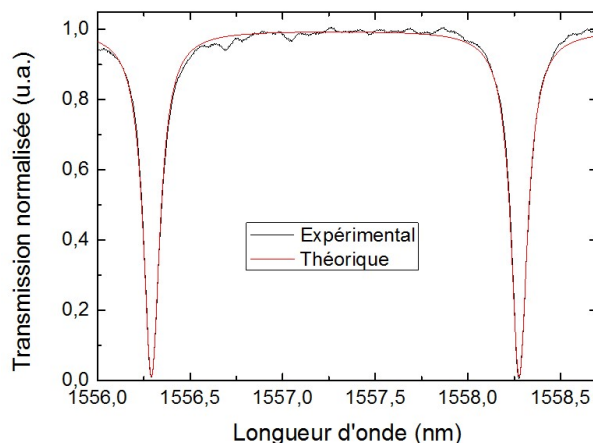


Fig. 3: Spectres de transmission expérimental et théorique, obtenus pour un micro-résonateur de gap 0,5 µm avec de l'eau en superstrat.

Pour ce micro-résonateur, avec de l'eau en superstrat, un taux de couplage de 14,7 % du guide rectiligne vers l'anneau et inversement, des pertes de propagation dans l'anneau de 11 dB/cm, un indice de groupe de 1,61, un bon contraste de transmission  $C$  de 0,98, un facteur de qualité  $Q$  de 15000 et un ISL de 2 nm sont obtenus. Puis, le micro-résonateur est caractérisé pour la détection, en utilisant comme superstrat des solutions plus ou moins concentrées de glucose, afin de déterminer la sensibilité du micro-résonateur en tant que capteur pour une détection optique homogène. La gamme de concentration de 0 g/L à 100 g/L permet d'avoir un décalage qui ne dépasse pas l'ISL. Les spectres de transmission expérimentaux obtenus avec de l'eau, puis de l'eau avec glucose (100 g/L) en superstrats sont reportés sur la Figure 4.a. Un décalage  $\Delta\lambda$  de 1,39 nm vers le rouge est mesuré. Cette expérience est répétée pour différentes concentrations (Figure 4.b) et une sensibilité de 115 nm/UIR est obtenue pour notre système.

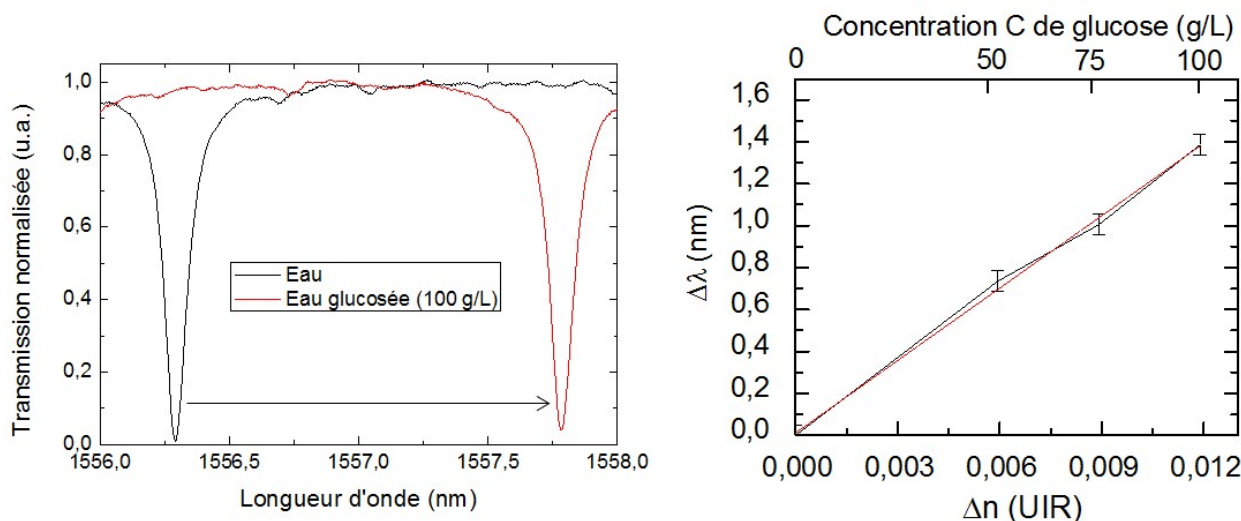


Fig. 4 : (a) Spectres de transmission expérimentaux pour les micro-résonateurs en polymères avec de l'eau et de l'eau avec 100 g/L de glucose comme superstrats. (b) Décalage  $\Delta\lambda$  de la longueur d'onde en fonction de la variation  $\Delta n$  de l'indice de réfraction du superstrat et de la concentration de glucose

### 3. Micro-résonateurs à base de silice poreuse

Les micro-résonateurs hippodromes en silice poreuse sont réalisés à partir de guides d'onde de type « ridge ». Ils sont formés de deux couches de silicium poreux de porosités différentes, constituant le cœur et la gaine inférieure, qui sont obtenues par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium. La silice poreuse est produite par oxydation thermique de ces couches. Les porosités et les indices de réfraction obtenus, après oxydation, sont respectivement pour la couche de confinement de 50% et de 1,22 @ 1550 nm et pour la couche de cœur de 32% et de 1,3 @ 1550 nm. Pour obtenir une propagation monomodale, des guides de largeur de 2  $\mu\text{m}$  et de hauteur de 2,5  $\mu\text{m}$  sont choisis. Un rayon de 25  $\mu\text{m}$  et une longueur de couplage de 70  $\mu\text{m}$ , pour des gaps submicroniques variant de 0,5 à 1  $\mu\text{m}$  permettent d'approcher un taux de couplage critique tout en obtenant un intervalle spectral libre suffisamment grand d'environ 6 nm, sont choisis. Les guides « ridges » sont ensuite fabriqués par le procédé de photolithographie utilisé pour la réalisation des micro-résonateurs à base de polymères (Figure 2).

Pour cela, une troisième couche de porosité très faible au-dessus des deux couches de cœur et de confinement est nécessaire afin d'empêcher l'infiltration de la résine photosensible dans les pores de la couche de cœur.

Des observations au MEB (Figure 5.a, b et c) sont effectuées, afin de vérifier que les dimensions choisies pour obtenir des guides monomodes à 1550 nm sont bien obtenues à la fin des étapes de fabrication. Les micro-résonateurs sont ensuite caractérisés optiquement. Pour un gap de 0,8  $\mu\text{m}$ , un taux de couplage de 32,5 %, des pertes de propagation dans l'hippodrome de 22 dB/cm, un contraste  $C$  de 0,76, un facteur de qualité  $Q$  de  $3,4 \times 10^3$  et un ISL de 5,6 nm ont pu être déterminés à partir de l'ajustement de la courbe de transmission théorique avec la signature spectrale expérimentale (insert figure 5.d).

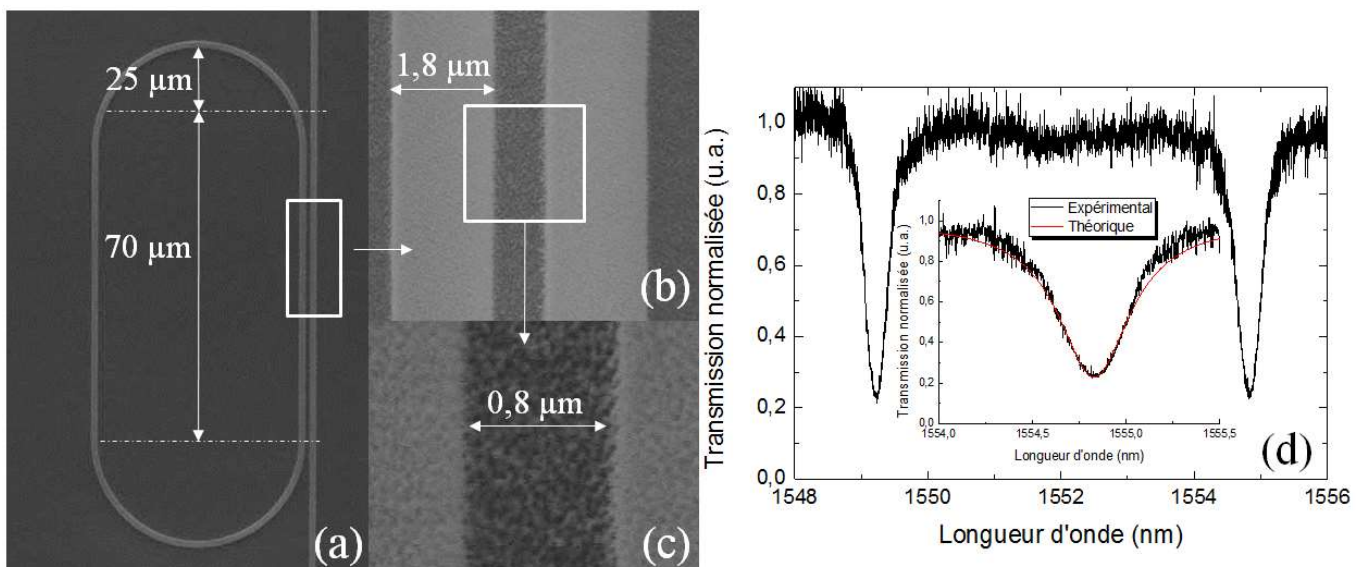


Fig. 5 – Images MEB d'un micro-résonateur hippodrome en silice poreuse en forme d'hippodrome (a) vue du dessus (b,c) zoom de la zone de couplage et (d) Transmission expérimentale. Dans l'insert, la transmission théorique est ajustée avec la transmission expérimentale.

#### 4. Sensibilité théorique

En parallèle de l'étude expérimentale et de la mise en place du procédé technologique, une étude théorique est effectuée afin de déterminer des couples de porosité permettant la propagation de la lumière dans un milieu aqueux. Puis, la sensibilité des micro-résonateurs à base de ces couches est calculée. Un micro-résonateur hippodrome à base de silicium poreux dont le couple de porosité des couches de cœur et de confinement est de 69%, 75% respectivement, aurait une sensibilité de 800 nm/UIR.

#### 5. Conclusion

Des micro-résonateurs en polymères et silice poreuse ont été conçus, fabriqués et caractérisés pour des applications capteurs. Les micro-résonateurs en polymères possèdent une sensibilité satisfaisante (comparée à l'état de l'art) et les calculs de sensibilité pour les micro-résonateurs en silice poreuse sont prometteurs et permettent d'augmenter de plus d'un facteur 7 la sensibilité obtenue avec les polymères. Des travaux sont en cours afin de réaliser expérimentalement ce type de micro-résonateur en silicium poreux et à forte sensibilité, largement supérieure à celles de l'état de l'art.

#### 6. Bibliographie

1. X. FAN, I. M. WHITE, S. I. SHOPOVA, H. ZHU, J. D. SUTER & Y. SUN, « Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: a review », *Analytica Chimica Acta.*, vol. 620, pp. 8, 2008
2. C. CIMINELLI, F. DELL'OLIO, D. CONTEDEUCA, C.M. CAMPANELLA & M.N.ARMENISE, « High performance SOI microring resonator for biochemical sensing », *Optics & Laser Technology*, vol. 59, pp.60, 2014
3. L. CANHAM, «Handbook of porous silicon», Springer International Publishing, 2014
4. P. GIRAULT, N. LORRAIN, L. POFFO, M. GUENDOOUZ, J. LEMAITRE, C. CARRE, M. GADONNA, D. BOSC & G. VIGNAUD, « Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing applications », *Journal of Applied Physics*, vol. 117, pp.104504, 2015