



**HAL**  
open science

# Caractérisation et mise en oeuvre des matériaux en vue de la réalisation de modulateurs à base de nouveaux polymères électro-optiques

Kenny Robert Philippe Auguste

► **To cite this version:**

Kenny Robert Philippe Auguste. Caractérisation et mise en oeuvre des matériaux en vue de la réalisation de modulateurs à base de nouveaux polymères électro-optiques. Electronique. UNIVERSITE DE NANTES, 2012. Français. NNT: . tel-01108308

**HAL Id: tel-01108308**

**<https://hal.science/tel-01108308v1>**

Submitted on 22 Jan 2015

**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.

Public Domain

UNIVERSITÉ DE NANTES  
FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

---

ÉCOLE DOCTORALE STIM  
SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'INFORMATION ET DE MATHÉMATIQUES

Année 2012

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

# Caractérisation et mise en œuvre des matériaux en vue de la réalisation de modulateurs à base de nouveaux polymères électro-optiques

---

THÈSE DE DOCTORAT  
Discipline : Électronique  
Spécialité : Opto-hyperfréquences

*Présentée  
et soutenue publiquement par*

**Kenny Robert PHILIPPE AUGUSTE**

*Le 13 juillet 2012, devant le jury ci-dessous*

Président	
Rapporteurs	Ammar SHARAIHA, Professeur, Lab-STICC, École Nationale d'Ingénieurs de Brest Patrice MISKA, Maître de Conférences-HDR, IJL, Nancy-Université
Examineurs	Pierre LE BARNY, Docteur ès Sciences, Thalès Research and Technology Anne-Laure BILLABERT, Maître de Conférences, ESYCOM, CNAM Paris
Directeur de thèse	Hong Wu LI, Professeur, IETR, Université de Nantes
Co-directeur de thèse	Jean-Pierre VILCOT, Directeur de Recherche CNRS, IEMN, Université Lille 1
Invité	Pierre-Antoine BONNARDEL, Ingénieur R&D, PCAS



# Table des matières

Introduction générale.....	11
Chapitre I - Télécommunications optiques : la modulation rapide du signal en technologie optique intégrée .....	15
I. 1 - Introduction .....	15
I. 2 - Modulateur de type Mach-Zehnder : généralités .....	16
I. 3 - Les guides optiques .....	19
I. 3. 1 - Propagation guidée de la lumière .....	19
I. 3. 2 - Structures des guides optiques .....	19
I. 3. 2. 1 - Guide plan .....	20
I. 3. 2. 2 - Guides à cœur structuré.....	23
I. 4 - Les guides microondes en technologie planaire.....	25
I. 4. 1 - Propagation guidée des microondes .....	25
I. 4. 2 - Structures des guides microondes .....	25
I. 4. 2. 1 - Guide microruban.....	26
I. 4. 2. 2 - Guide coplanaire .....	27
I. 4. 3 - Permittivité effective .....	29
I. 5 - Bande passante et type de commande électrique .....	29
I. 5. 1 - Electrode en constante localisée (capacitive).....	30
I. 5. 2 - Electrode en constantes réparties (à ondes progressives).....	30
I. 6 - Les matériaux électro-optiques .....	31
I. 6. 1 - Anisotropie des matériaux.....	32
I. 6. 2 - Effets électro-optiques non linéaires du second ordre .....	33
I. 6. 2. 1 - Effet Pockels .....	34
I. 6. 2. 2 - Génération de second harmonique .....	35
I. 7 - Outils et méthodes de simulations numériques .....	36
I. 7. 1 - La méthode des éléments finis .....	37
I. 7. 2 - La méthode des faisceaux propagés .....	38
I. 8 - Modulateurs d'amplitude utilisant l'effet électro-optique de type Mach-Zehnder ..	39
I. 8. 1 - Etat de l'art sur les différents types de modulateurs électro-optiques.....	39
I. 8. 1. 1 - Modulateurs à base de semi-conducteurs.....	39
I. 8. 1. 2 - Modulateurs à base de $\text{LiNbO}_3$ .....	39
I. 8. 1. 3 - Modulateurs à base de polymères .....	40
I. 8. 2 - Avantages et inconvénients des modulateurs à base de polymères .....	41
I. 9 - Conclusion du chapitre.....	41
Chapitre II - Les polymères électro-optiques : généralités, mise en forme, orientation et caractérisation.....	43
II. 1 - Structure des polymères électro-optiques .....	43
II. 1. 1 - La matrice polymérique .....	43
II. 1. 2 - Les chromophores .....	44
II. 1. 2. 1 - Structure du chromophore .....	44
II. 1. 2. 2 - Le chromophore DR1 .....	45
II. 1. 2. 3 - Le chromophore CPO-1 .....	45
II. 1. 2. 4 - Comparatif de performance de quelques chromophores.....	46
II. 1. 3 - Configuration des systèmes électro-optiques.....	47
II. 1. 3. 1 - Polymères de type hôte/invité .....	47
II. 1. 3. 2 - Polymères greffés.....	48
II. 1. 4 - Réalisation des films de polymères.....	48
II. 1. 4. 1 - Trempage (« dip-coating »).....	48

II. 1. 4. 2 - Centrifugation («spin-coating ») .....	49
II. 1. 4. 3 - Méthode Langmuir-Blodgett .....	49
II. 2 - Les méthodes d'orientation des chromophores .....	49
II. 2. 1 - L'orientation photo-assistée .....	50
II. 2. 2 - L'orientation par effet Corona.....	50
II. 2. 3 - L'orientation par électrodes de contact .....	51
II. 2. 4 - Suivi in-situ par génération de second harmonique .....	52
II. 3 - Caractérisation des propriétés électro-optiques des polymères électro-optiques. ....	52
II. 3. 1 - Mesure du coefficient électro-optique.....	52
II. 3. 2 - Banc expérimental pour l'orientation des chromophores .....	58
II. 3. 3 - Protocole d'orientation des chromophores.....	61
II. 3. 4 - Banc de mesure simple réflexion de Teng et protocole de mesure associé . ....	62
II. 4 - Détermination des caractéristiques hyperfréquences des polymères .....	64
II. 4. 1 - Protocole de détermination des paramètres des matériaux pour la réalisation de la ligne microonde .....	65
II. 4. 2 - Protocole de caractérisation de la permittivité des matériaux polymères. ...	66
II. 5 - Conclusion du chapitre.....	67
Chapitre III - Caractérisation des matériaux polymères utilisés .....	69
III. 1 - Introduction .....	69
III. 2 - Orientation de polymères par effet Corona .....	70
III. 2. 1 - Orientation de films de PMMA/DR1 réalisés sur wafer de silicium .....	70
III. 2. 2 - Etude de l'influence de la structure des échantillons sur l'efficacité de l'orientation par effet Corona [106] .....	74
III. 3 - Etude de l'orientation par électrodes de contact .....	79
III. 3. 1 - Orientation du copolymère PMMA-co-DR1.....	81
III. 3. 2 - Orientation du matériau de cœur : PMMI/CPO-1 .....	87
III. 3. 2. 1 - Mesures réalisées à l'IETR (Nantes) .....	87
III. 3. 2. 2 - Mesures complémentaires à l'IPCMS de Strasbourg .....	91
III. 3. 2. 3 - Orientation d'échantillons en structure tricouche .....	94
III. 4 - Mesure de la permittivité diélectrique des matériaux polymères.....	96
III. 4. 1 - Réalisation des jeux de lignes nécessaires à la mesure des paramètres S ...	96
III. 4. 2 - Détermination de la permittivité diélectrique des matériaux polymères.....	98
III. 5 - Bilan du chapitre .....	103
Chapitre IV - Etude des structures optique et hyper-fréquence en vue de la réalisation de modulateurs Mach-Zehnder .....	105
IV. 1 - Introduction .....	105
IV. 2 - Optimisation de la structure optique. ....	105
IV. 2. 1 - Avec guide enterré de section carrée.....	105
IV. 2. 2 - Avec guide ruban inversé.....	113
IV. 2. 3 - Structure optique des modulateurs dans le cadre du projet ModPol.....	115
IV. 3 - Etude de l'électrode de commande microruban et des transitions coplanaires en vue de la mise en boîtier du dispositif.....	119
IV. 3. 1 - Influence de l'épaisseur des métallisations sur les performances de la transition .....	120
IV. 3. 2 - Influences des pertes des matériaux sur les performances de la transition .....	121
IV. 3. 3 - Etude des coudes pour minimiser les pertes.....	123
IV. 3. 4 - Etude du dimensionnement des tapers en vue de la connectivité de la transition avec des connecteurs disponibles dans le commerce .....	124
IV. 4 - Conclusion du chapitre.....	132
Conclusion générale et perspectives .....	133

Bibliographie.....	137
Annexe A - Les principales autres techniques de mesure du coefficient électro-optique des polymères actifs.....	145
Annexe B - Protocole de dépôt des couches minces polymériques utilisées pour la réalisation des échantillons servant pour la caractérisation des effets non linéaires du second ordre.....	151
Annexe C - Extraction de la constante de propagation de lignes coplanaires par la méthode de Bianco-Parodi [121].....	155
Annexe D - Photos des bancs utilisés pour l'orientation et pour la mesure du coefficient électro-optique.....	159

## Liste des figures

Figure 1 - Schéma de principe de la modulation d'amplitude à l'aide d'un modulateur Mach-Zehnder.....	16
Figure 2 - Configurations des électrodes de commande : a) électrode simple b) électrode en configuration push-pull. ....	17
Figure 3 - Modulateur de type mach-Zehnder avec électrodes de commandes en configuration push-pull.....	17
Figure 4 - Structure d'un guide plan.....	20
Figure 5 - Distribution transverse du champ lumineux des modes 0, 1 et 2 en polarisation TE. ....	21
Figure 6 - Domaine de propagation monomode et multimode d'un guide à section carrée, de côté a, en fonction de l'écart d'indice. ....	24
Figure 7 - Guide ruban et guide ruban inversé.....	24
Figure 8 - Coupe transversale d'une ligne microruban avec ses principales dimensions.....	26
Figure 9 - Coupe transversale d'une ligne coplanaire avec ses principales dimensions. ....	28
Figure 10 - A gauche, ligne microruban réelle et à droite ligne microruban équivalente.....	29
Figure 11 - Ellipsoïde des indices d'un matériau uniaxe.....	33
Figure 12 - Exemple de mesure de la SHG par les franges de Maker. ....	36
Figure 13 - Maillage d'une structure en deux dimensions pour résolution par éléments finis. ....	37
Figure 14 - Schéma de principe de la méthode des faisceaux propagés. ....	38
Figure 15 - Structure du chromophore. ....	44
Figure 16 - Structure du chromophore DR1 : accepteur en bleu, espaceur en noir et donneur en rouge. ....	45
Figure 17 - Structure du chromophore CPO-1 : accepteur en bleu, espaceur en noir et donneur en rouge. ....	46
Figure 18 - Structure du chromophore CPO-1 utilisé pour toutes les opérations d'orientation. ....	46
Figure 19 - Structure des polymères électro-optiques: a) hôte/invité b) greffé. ....	47
Figure 20 - Méthodes thermiques d'orientation des chromophores. a) par effet Corona b) par électrodes de contact. ....	51
Figure 21 - Schéma synoptique de la mesure du coefficient électro-optique $r_{33}$ par simple réflexion proposée par Teng et Man. ....	53
Figure 22 - Banc d'orientation couplé avec acquisition SHG en temps réel. ....	59
Figure 23 - Porte-échantillon pour l'orientation par effet Corona en configuration plan-fil. ..	60
Figure 24 - Porte-échantillon modifié pour être utilisé pour la réalisation de l'orientation par électrodes de contact. ....	61
Figure 25 - Banc de mesure du coefficient électro-optique $r_{33}$ . ....	63
Figure 26 – Protocole de détermination de la permittivité des matériaux polymères.....	65
Figure 27 – Protocole de détermination de la permittivité des matériaux polymères.....	67
Figure 28 - Spectres d'absorbance du CPO-1, du mélange PMMI/CPO-1 et du PMMA-co-DR1. ....	69
Figure 29 - Exemple de cycle d'orientation avec l'échantillon P4: cycle de température, courant Corona et signal de second harmonique.....	71
Figure 30 - Orientation de l'échantillon P5 avec acquisition de signal SHG durant 5 h.....	72
Figure 31 - Niveaux équipotentiels du champ produit par les fils avec Comsol lors de l'orientation par effet Corona pour une distance plan-fil de 1 cm. Le champ électrique à proximité de la surface est inférieur au MV.....	73
Figure 32 - Défauts de surface apparus sur l'échantillon P4 après orientation par effet Corona (microscopie électronique à balayage).....	74

Figure 33 - Structures des différents échantillons utilisés pour réaliser l'étude d'orientation par effet Corona.....	75
Figure 34 – Signal de second harmonique en temps réel lors de l'orientation des cinq échantillons réalisés avec le même protocole (cycle thermique similaire ainsi que tension d'orientation). .....	77
Figure 35 - Comparatif des différents niveaux de courant Corona mesuré pour 5 des six échantillons orientés. ....	78
Figure 36 - Schéma de principe de l'orientation d'un échantillon multicouche avec par électrodes de contact. ....	80
Figure 37 - Schémas des masques utilisés pour la réalisation par évaporation des contre-électrodes fines d'or (gauche) et aussi pour la réalisation des plots de contact (droite).....	82
Figure 38 – Cycle d'orientation du copolymère avec variation de tension jusqu'à obtention d'un signal de second harmonique. ....	83
Figure 39 - Signal SHG mesuré pour les échantillons a) P180A et b) P180D.....	84
Figure 40 - Orientation de l'échantillon P195A avec les conditions suivantes : montée de 15 mn, maintien de 15 mn, $T_{pol} = 117^{\circ}C$ et $V_{pol} = 100 V$ . ....	84
Figure 41 - Signal SHG mesuré lors de l'orientation des 4 zones issues du clivage de l'échantillon P196 avec des tensions appliquées différentes et le même cycle thermique.....	85
Figure 42 - Signal SHG mesuré pendant 10 minutes pour les échantillons P180D, P195A et P196A.....	86
Figure 43 – Micro-claquages apparus à la surface des échantillons P198A et P198B après avoir subis le cycle d'orientation. ....	88
Figure 44 - Cycle d'orientation de l'échantillon P205B ( $T_{pol} = 120^{\circ}C$ et $V_{pol} = 200 V$ ). ....	89
Figure 45 - Orientation d'un échantillon de PMMI/CPO-1 avec double palier de température. ....	90
Figure 46 - Schéma synoptique du banc de caractérisation disponible à l'IPCMS pour la réalisation de l'orientation avec suivi en temps réel du coefficient $r_{33}$ . ....	92
Figure 47 - Structure des échantillons utilisés pour les mesures de $r_{33}$ à l'IPCMS de Strasbourg.....	93
Figure 48 - Craquelure se prolongeant de la gaine supérieure à la couche active. ....	94
Figure 49 - Protocoles du dépôt de la gaine supérieure par centrifugation : le protocole initial (en grisé) et le protocole alternatif (noir). ....	95
Figure 50 - Images par microscope optique (avec un grossissement de 50) de la surface de multicouche NOA65_PMMI/CPO-1_NOA65 : a) avec le protocole de dépôt de la NOA65 non modifié b) avec le protocole alternatif de dépôt de la gaine supérieure en NOA65. ....	95
Figure 51 - Tranches de deux échantillons réalisés en utilisant le protocole modifié de dépôt de la gaine supérieure. ....	96
Figure 52 - Ensembles de lignes réalisées pour mesures des paramètres S. ....	97
Figure 53 - Paramètres S mesurés pour un film de NOA65 de 5 $\mu m$ d'épaisseur déposé sur GaAs.....	98
Figure 54 - $\epsilon_r$ effectif du mode de propagation des lignes coplanaires (type B) réalisées sur NOA65. ....	99
Figure 55 - Atténuation linéique des lignes coplanaires (type B) réalisées sur NOA65.....	100
Figure 56 - Influence du décalage des pointes sur la valeur calculée de l'atténuation linéique pour une ligne moyenne sur NOA65 réalisée sur GaAs. ....	101
Figure 57 - Tangente de pertes et partie réelle de la permittivité complexe du NOA65 (■) et de l'APC/CPO1 (▲) jusqu'à 30 GHz.....	102
Figure 58 - Permittivité relative et tangente de pertes de divers matériaux polymères mesurés sur une plage de fréquences allant jusqu'à 60 GHz.....	102



Figure 59 - A gauche évolution de l'indice effectif de mode en fonction de la section a du guide carré. A droite, profil du mode fondamental dans la section d'un guide carré avec $a = 1,6 \mu\text{m}$ .	106
Figure 60 - Dimension et paramètres de la jonction en Y modélisée pour l'entrée et la sortie des modulateurs de Mach-Zehnder.	107
Figure 61 - Propagation d'un faisceau lumineux, de puissance normalisée de polarisation TM, dans une jonction Y avec $L_j = 1 \text{ mm}$ et $e = 35 \mu\text{m}$ .	107
Figure 62 - Etude de l'influence de la longueur $L_j$ de la jonction Y en fonction de l'écart entre les deux bras de l'interféromètre.	108
Figure 63 - Lignes de champ électriques générées (flèches blanches) par une électrode microruban, alimentée par une certaine tension en fonction de l'écart entre les deux bras de l'interféromètre (20, 25, 30 et $35 \mu\text{m}$ ). Les couleurs représentent les zones équipotentielles.	109
Figure 64 - Champ électrique en configuration push-pull. Les flèches noires représentent les lignes de champs.	110
Figure 65 - Influence du taux de recouvrement sur la valeur théorique de $V_\pi$ en fonction de la longueur d'interaction.	111
Figure 66 - Influence de la tension de modulation sur la puissance de sortie normalisée pour les différentes longueurs d'interaction.	111
Figure 67 - Puissance de sortie en dB des divers modulateurs de type Mach-Zehnder en fonction de la tension de modulation appliquée à l'électrode de commande.	112
Figure 68 - Détermination de la tension demi-onde $V_\pi$ en fonction de la configuration d'électrode (simple électrode ou électrode en push-pull) pour une longueur d'interaction de 2 cm.	113
Figure 69 - Comparatif entre les tensions de modulation pour guides carré (GC) et ruban inversé (RBI) pour les longueurs d'interaction de 2 cm, 2,5 cm et 3 cm.	114
Figure 70 – Comparatif, pour une longueur d'interaction de 2 cm, entre les différentes configurations d'électrode de commande et la géométrie des guides optiques du modulateur de type Mach-Zehnder.	115
Figure 71 - Variation de la puissance de sortie du modulateur avec une épaisseur de polymère de $7,9 \mu\text{m}$ en fonction de la tension de modulation appliquée et aussi en fonction de la longueur de la zone d'interaction.	116
Figure 72 - Influence des pertes linéiques hyper sur la valeur de la tension demi-onde (à 30 GHz) en fonction de la longueur d'interaction opto-hyperfréquence.	118
Figure 73 - Dimensions géométriques de la transition GCPW-MS-GCPW.	120
Figure 74 - Influence de l'épaisseur de la couche d'or sur le paramètre de transmission S21 pour une transition avec une longueur L de 5 mm et des pads coplanaires carrés de 1 mm.	121
Figure 75 - Transmission de la transition, avec $L = 10 \text{ mm}$ , en fonction des pertes diélectriques des différents matériaux.	122
Figure 76 - Paramètres S obtenus pour une transition avec une longueur d'interaction de 5 mm et une épaisseur de métallisation de $2 \mu\text{m}$ .	122
Figure 77 - Structures de bras coudés pour l'électrode de commande en vue de la mise en boîtier.	123
Figure 78 - Comparatif des paramètres de transmission et de réflexion pour des transitions avec coudes droits et courbes (pour $l = 2 \text{ mm}$ ).	124
Figure 79 - Taper avec masse structurée pour passer des dimensions pour un connecteur vers les dimensions de la coplanaire (avec masse) de la transition.	125
Figure 80 - Paramètre S du taper.	126
Figure 81 - Paramètres S d'une structure complète comprenant un taper, un bras courbe de 2 mm de rayon, et une longueur d'interaction de 7,5 mm.	126

Figure 82 - Connecteurs coplanaires Southwest Microwave, Inc.....	127
Figure 83 – A gauche : Structure complète de l'électrode de commande avec deux connecteurs en vis à vis. A droite : Détail du pin d'excitation d'un des connecteurs appliqué sur la transition.....	128
Figure 84 - Paramètres S obtenus par simulation de la structure présentée à la Figure 83....	129
Figure 85 - Structure de l'électrode de commande comprenant le connecteur, un bras incurvé et une zone coplanaire en bout de zone d'interaction opto-hyperfréquence.....	130
Figure 86 - Paramètre S de la structure présentée à la Figure 85.....	131
Figure 87 - Schéma de principe de la mesure du coefficient électro-optique par double fente (illustration tirée de la référence [87]).....	145
Figure 88 - Mesure par ATR du coefficient électro-optique : schéma de principe.....	146
Figure 89 - Montage pour mesure de coefficient électro-optique à l'aide d'un interféromètre de type Mach-Zehnder (illustration tirée de la référence [89]).	147
Figure 90 - Schéma de principe de la mesure du coefficient électro-optique à l'aide des interférences de type Fabry-Pérot. ....	148
Figure 91 - Quadripôles représentant le couple de lignes de la méthode Bianco-Parodi.....	155
Figure 92 - Photo du montage pour la réalisation de l'orientation des films de polymères électro-optiques dans sa configuration par électrodes de contact. ....	159
Figure 93 - Porte-échantillon avec quart de wafer positionné pour "poling".....	160
Figure 94 - Banc de mesure par simple réflexion pour la détermination du coefficient électro-optique des films de matériaux actifs orientés. ....	160

## Liste des tableaux

Tableau 1 - Tenseurs électro-optiques de matériaux à effet Pockels .....	35
Tableau 2 – Récapitulatif des propriétés des principaux matériaux électro-optiques aux longueurs d’onde télécom. ....	41
Tableau 3 - $\mu\beta$ de quelques chromophores mesurées à 1,9 $\mu\text{m}$ . ....	46
Tableau 4- Récapitulatif du signal SHG mesuré 42 jours après orientation pour chacun des 6 échantillons.....	78
Tableau 5 - Conditions d’orientation de divers échantillons de PMMA-co-DR1.....	86
Tableau 6 - Tableau récapitulatif des conditions d'orientation en "aveugle" d'échantillons de PMMI/CPO-1 ainsi que le $r_{33}$ mesuré. ....	91
Tableau 7 - Récapitulatif des valeurs de permittivité relatives et de tangentes de pertes pour la NOA65, l'APC/CPO-1 et le PMMI/CPO-1.....	102
Tableau 8 - Tableau récapitulatif des tensions demi-onde obtenues pour différentes configuration de guides optiques et avec des longueurs d'interactions comprises entre 1 et 3 cm. ....	117
Tableau 9 - Tableau comparatif de l'influence du rayon de courbure $n$ et de la longueurs d'interaction $L$ sur la limite supérieure de la bande passante à 3 dB de la structure complète de l'électrode de commande avec connecteur. ....	131

# Introduction générale

Durant ces dernières décennies, la recherche et le développement de composants, à base de matériaux polymères, à propriétés spécifiques (électro-optiques, acousto-optiques, magnéto-optiques) sont en pleine expansion. Leurs processus de fabrication compatibles avec la technologie sur silicium, leurs caractéristiques physiques particulièrement intéressantes ainsi que le bas coût potentiel de leur mise en œuvre les rendent très attractifs dans un grand nombre de domaines. La propriété électro-optique est néanmoins privilégiée car bon nombre d'applications actuelles utilisent le signal électrique comme vecteur de transmission. Parmi celles-ci, une nous intéresse plus particulièrement dans le cadre de ce travail, il s'agit de la modulation d'un faisceau lumineux et encore plus spécifiquement celle nécessaire à la transmission de données à haut débit dans les systèmes de communications optiques. Cette application utilise des modulateurs électro-optiques en technologie intégrée qui permettent d'obtenir les performances requises, d'une part électro-optiques (vitesse de modulation, amplitude du signal modulant) et, d'autre part, optiques (pertes d'insertion, compatibilité avec le support de transmission utilisé qui est la fibre optique). Le matériau utilisé majoritairement, si ce n'est exclusivement en ce qui concerne les composants commerciaux, est le niobate de lithium,  $\text{LiNbO}_3$ . Les matériaux polymères laissent entrevoir principalement trois atouts vis-à-vis du niobate : un bas coût de production (avéré ou potentiel), une large bande passante de modulation et une faible tension de commande, grâce respectivement, à des indices de propagation des ondes optique et microonde très voisins et à un effet électro-optique plus importants pour (certains de) ces matériaux que celui du  $\text{LiNbO}_3$ . En effet, le coefficient électro-optique de ce dernier est de 30,8 pm/V [1], celui de certains polymères électro-optiques développés par l'équipe de Dalton à l'Université de Washington dépasse 208 pm/V à 1310 nm [2]. La faisabilité de modulateurs avec une bande passante au-delà des 100 GHz a aussi été démontrée par une équipe de l'Université de Southern California [3]-[5], alors que celle des modulateurs sur  $\text{LiNbO}_3$  est plafonnée à 40 GHz.

Outre les modulateurs électro-optiques mentionnés ci-dessus, les applications dans les domaines des télécommunications optiques sont variées. Aussi les composants suivants sont aussi développés à partir de ces matériaux organiques : résonateurs en anneau [6]-[7], convertisseur de mode [8]-[9], des capteurs électro-optiques [10]-[13], etc...

Le travail de cette thèse, effectué dans le cadre du projet ModPol soutenu par l'ANR et visant la réalisation de modulateurs large bande passante à base de polymères électro-optiques

stables dans le temps, a consisté essentiellement, d'une part, à caractériser les propriétés hyperfréquences et électro-optiques des matériaux polymères et d'autre part, à en orienter les composés électro-optiquement actifs, les chromophores afin de définir les briques de base essentielles à la conception et la fabrication d'un modulateur de type Mach-Zehnder.

Le premier chapitre, introductif, regroupe les principaux effets physiques et notions nécessaires à la compréhension des travaux effectués. Les caractéristiques essentielles des guides optiques sont introduites à travers le cas des guides plans. L'effet électro-optique et la génération de second harmonique sont ensuite présentés, le premier est à la base des modulateurs que nous étudions, le second servira d'indicateur en temps réel de l'efficacité du procédé d'orientation des chromophores dans les polymères. Quelques généralités sur les lignes microondes de type microruban et coplanaire sont ensuite décrites en lien avec la commande électrique de modulateurs à ondes progressives sur polymères et leur caractérisation. Les méthodes de résolution numériques à la base des outils de simulation utilisés sont rappelées. Un état de l'art est aussi fait sur les différents types de modulateurs électro-optiques tant cristallins qu'organiques.

Dans le second chapitre, nous allons nous intéresser un peu plus en détail aux matériaux polymères électro-optiques. La structure moléculaire générale des chromophores y est décrite. Les divers chromophores utilisés pour ces travaux de thèse sont aussi présentés dans ce chapitre. Nous y passons également en revue les principaux types de polymères électro-optiques les plus courants et performants ainsi que quelques techniques utilisées pour la réalisation de films en couche mince qui seront la base des composants et des diverses méthodes d'orientation des chromophores. Une attention particulière est portée aux méthodes d'orientation à hautes températures, car ce sont ces méthodes que nous avons retenues pour orienter nos polymères. On aborde les différentes techniques de mesure du coefficient électro-optique, en détaillant le banc Teng monté dans notre laboratoire qui a servi aux mesures du coefficient électro-optique de nos échantillons. Finalement, on explique les étapes de la caractérisation électrique des matériaux polymères en films minces, caractérisation demandant un processus technologique spécifique de réalisation de lignes de propagation microondes et l'extraction des paramètres utiles à partir des mesures des paramètres S effectuées sur ces échantillons.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus lors de l'orientation des chromophores par les techniques dites à températures élevées (par effet Corona et par électrodes de contact). Nous avons étudié l'influence de la structure des

échantillons sur la qualité de l'orientation quand cette dernière est réalisée en utilisant l'orientation par effet Corona. Pour les échantillons multicouches élaborés en vue de la réalisation de démonstrateurs de modulateurs, la méthode par électrodes de contact a été employée. Deux polymères électro-optiques ont été utilisés pour l'étude de l'orientation, le classique copolymère PMMA-co-DR1 qui a servi à la mise au point des protocoles et le polymère de type hôte/invité PMMI/CPO-1 incorporant le chromophore CPO-1 développé par un des partenaires du projet ModPol (l'ENS de Lyon). Pour le PMMI/CPO-1, les résultats des mesures du coefficient électro-optique, après orientation par électrodes de contact, d'échantillons en configuration bicouche et tricouche sont présentés. Dans la dernière partie de ce chapitre, on exposera les résultats de détermination de la permittivité complexe des matériaux polymères, en film mince sur une gamme de fréquence de plusieurs dizaines de GHz, ainsi que l'influence de divers paramètres expérimentaux (longueurs des lignes, posé de pointes) sur la qualité de ces résultats.

Dans le quatrième et dernier chapitre, l'accent est porté sur la conception proprement dite du composant. Un certain nombre de résultats obtenus par simulations numériques permettent de dimensionner de façon adéquate tant la structure optique que la structure hyperfréquence du modulateur Mach-Zehnder. Les paramètres utilisés pour ces simulations numériques sont obtenus directement des caractérisations des matériaux présentées dans le chapitre précédent. Pour la structure optique, le dimensionnement du coupleur 3 dB est la première étape. Différentes longueurs d'interaction optique-microonde sont utilisées pour observer l'influence de la tension de commande sur la sortie du mach-Zehnder. Pour la structure de l'électrode de commande, une étude systématique est faite. On part du dimensionnement de la ligne microruban de commande jusqu'à une structure plus complète comprenant des connecteurs HF disponibles dans le commerce. Et finalement, un choix de dimensions est fait en vue de la réalisation du composant le plus performant possible en fonction des caractéristiques intrinsèques des matériaux retenus.

Dans l'ultime section de ce document, nous présentons les conclusions de ce travail de thèse et ses perspectives potentiellement exploitables en vue de la réalisation et caractérisation de modulateurs électro-optiques.



# Chapitre I - Télécommunications optiques : la modulation rapide du signal en technologie optique intégrée

## *I. 1 - Introduction*

Comme nous l'avons vu dans l'introduction générale, le but ultime de ce travail est la réalisation d'un modulateur de type Mach-Zehnder à base de matériaux polymères. Ce composant était aussi le but ultime du projet ModPol visant à fournir ainsi une alternative aux modulateurs  $\text{LiNbO}_3$  actuels pour les raisons elles aussi invoquées précédemment.

Actuellement, la modulation à haut débit est principalement utilisée dans les réseaux cœurs des systèmes de télécommunications optiques. Néanmoins, avec la demande croissante en nombre et en débit au niveau des usagers, demande par ailleurs générée par une offre de service de plus en plus importante, ce besoin de modulation à haut débit se fait ressentir au niveau des réseaux métropolitains voire d'accès. En cela, les matériaux polymères, électro-optiques, pourraient être une solution des plus intéressantes que ce soit en coût qu'en performances.

Après une description générale du modulateur électro-optique de type Mach-Zehnder, nous passerons en revue certains éléments nécessaires à la compréhension des phénomènes physiques et des concepts entrant en jeu dans la réalisation et le fonctionnement du modulateur électro-optique à base de polymères. Une partie est aussi consacrée à la propagation guidée de la lumière dans les milieux diélectriques que sont les matériaux polymères. Ensuite la propagation des ondes hyperfréquences est abordée ainsi que les principales structures de guidage utilisées dans ce domaine. Quelques notions de base sur les effets et matériaux électro-optiques, nécessaires à la suite de ce travail, seront présentées.

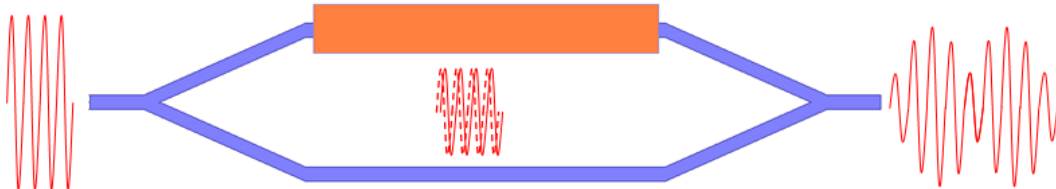
Un certain nombre de simulations ont été réalisées tant dans le domaine optique que dans le domaine hyperfréquences. Les outils numériques ainsi que les méthodes de calculs utilisés sont aussi présentés dans ce chapitre.

Et finalement, la dernière partie du chapitre est consacrée aux modulateurs électro-optiques de type Mach-Zehnder : leurs caractéristiques prépondérantes, les matériaux (inorganiques et organiques) électro-optiques utilisés pour leur réalisation, ainsi que les paramètres importants à connaître pour l'optimisation de leur dimensionnement.



## ***1. 2 - Modulateur de type Mach-Zehnder : généralités***

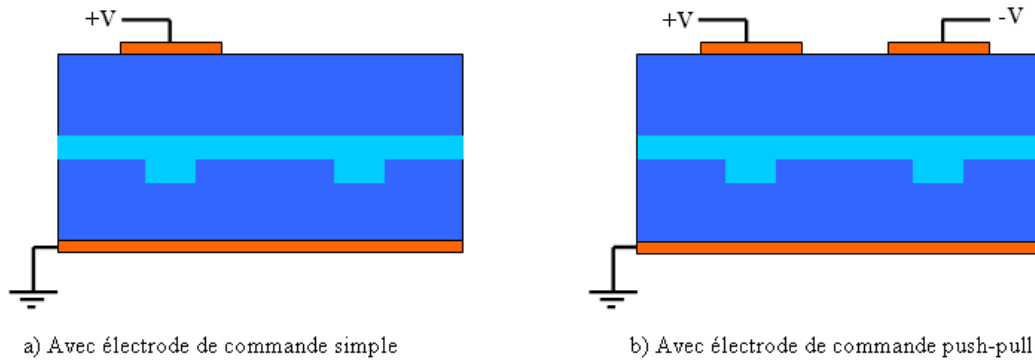
Le modulateur de type Mach-Zehnder est un modulateur d'intensité basé sur les interférences. Le faisceau d'entrée est divisé en deux, un déphasage optique (engendré par effet électro-optique) est généré entre les deux faisceaux recombinaés en sortie.



**Figure 1 - Schéma de principe de la modulation d'amplitude à l'aide d'un modulateur Mach-Zehnder.**

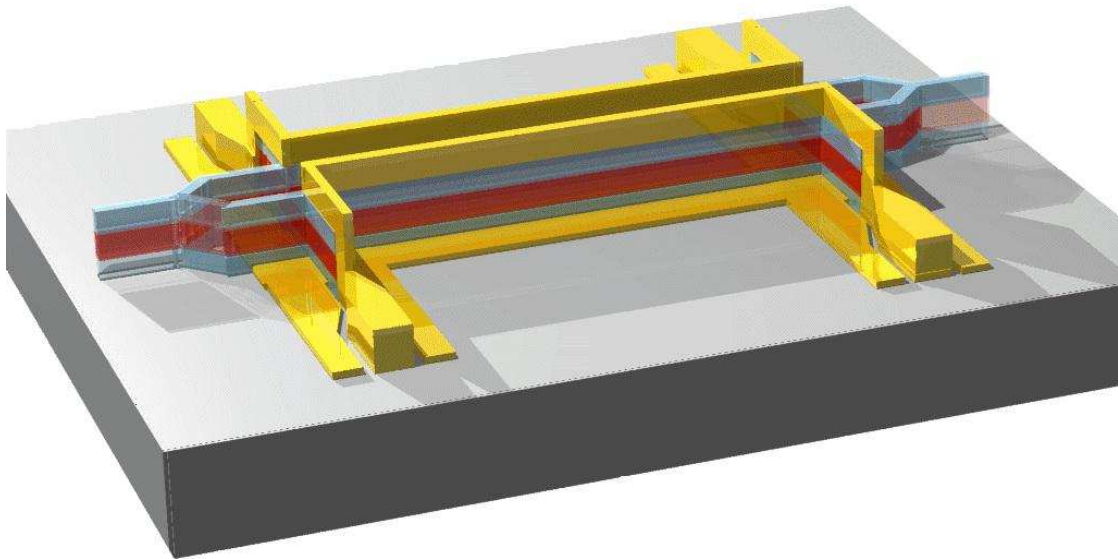
La Figure 1 représente le schéma de principe de la transformation d'une modulation de phase, créée sur l'un des bras, en modulation d'amplitude à l'aide d'un modulateur de type Mach-Zehnder. L'onde parcourant le bras de référence (bras du bas) ne subit aucune variation de phase. Mais celle du second bras est soumise à un effet électro-optique qui va entraîner une variation de phase du signal optique. En sortie du dispositif, les deux faisceaux sont recombinaés et la modulation d'amplitude est directement liée au déphasage entre les deux ondes : les cas extrêmes en étant, déphasage nul (signal maximal) et déphasage de  $\pi$  (signal minimal). 10 fois le logarithme du rapport de ces deux valeurs définit alors le taux d'extinction du modulateur en dB.

Pratiquement, le modulateur est constitué de deux jonctions Y et de deux bras de longueur identique. La première jonction divise, en part égale, la puissance lumineuse incidente entre les deux bras. Dans une configuration à électrode de commande unique, un bras sert de référence et n'est soumis à aucune interaction électro-optique. Dans une configuration « push-pull », le signal optique traversant chacun des deux bras subit un déphasage de sens opposé, doublant ainsi l'efficacité de modulation ou réduisant la tension demi-onde du dispositif d'un facteur 2 à la longueur d'interaction constante [14] (Figure 2). En sortie du dispositif, les faisceaux, issus des deux bras, se recombinaent et l'intensité totale en sortie varie en fonction de leur déphasage relatif et donc du signal de commande qui a créé l'effet électro-optique.



**Figure 2 - Configurations des électrodes de commande : a) électrode simple b) électrode en configuration push-pull.**

Pour la configuration « push-pull », soit les polarités respectives des signaux électriques de commande de chacune des électrodes sont opposées, soit l'orientation des chromophores est inversée dans les deux bras.



**Figure 3 - Modulateur de type mach-Zehnder avec électrodes de commandes en configuration push-pull.**

La Figure 3 représente un exemple de ce que pourrait être la structure complète d'un modulateur de type Mach-Zehnder. Les électrodes (en jaune) servent à amener le signal de commande qui modifiera, par effet électro-optique, l'indice de réfraction du matériau actif et donc la phase du signal optique s'y propageant. Le guide optique est constitué de trois

couches de matériaux diélectriques (bleu clair et rouge), dont celui du cœur en rouge possédant des propriétés électro-optiques.

Revenons un peu plus en détail sur ce fonctionnement. Le modulateur de phase, en technologie intégrée, est constitué d'un guide d'onde optique monomode à cœur en matériau électro-optique. Une électrode, placée au-dessus de ce guide permet d'amener la tension de modulation. Le champ électrique appliqué, va entraîner une variation de l'indice effectif du guide d'onde optique. Cette variation est exprimée à l'aide de la relation suivante :

$$\Delta n_{eff} = \frac{1}{2} n^3 r E \Gamma \quad (\text{I - 1})$$

Où  $n$  est l'indice de réfraction du matériau,  $r$  le coefficient électro-optique de ce dernier,  $E$  le champ électrique du signal de commande microonde et  $\Gamma$  le taux de recouvrement entre l'onde optique et le champ électrique appliqué. Ce taux de recouvrement peut être calculé à partir de la relation suivante [15]:

$$\Gamma = \frac{h \int_{-\frac{Lg}{2}}^{\frac{Lg}{2}} \int_{-d}^0 E_0^2(x, y) E(x, y) dx dy}{V \int_{\frac{s}{2}}^{\frac{s}{2}} \int_{\frac{h+d}{2}}^{\frac{h-d}{2}} E_0^2(x, y) dx dy} \quad (\text{I - 2})$$

$E_0(x, y)$  et  $E(x, y)$  représentent respectivement les champs optique et électrique dans le plan normal à la direction de propagation de l'onde lumineuse,  $V$  la tension appliquée,  $h$  la distance séparant l'électrode de la masse,  $s$  la largeur totale du guide optique,  $Lg$  et  $d$  respectivement la largeur et la hauteur du cœur dans l'hypothèse d'un guide de section carrée.

Une caractéristique importante des modulateurs électro-optiques, de phase ou d'intensité par interférométrie de type Mach-Zehnder, est la tension demi-onde  $V_\pi$ . Cette tension permet d'induire le déphasage de  $\pi$ , mentionné plus haut, de l'onde lumineuse en sortie de la zone d'interaction électro-optique. La relation suivante permet de remonter à la valeur de cette tension lorsqu'un seul bras de longueur  $L$  est soumis à l'effet électro-optique :

$$V_\pi = \frac{\lambda h}{n^3 r \Gamma L} \quad (\text{I - 3})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau lumineux,  $h$  la distance entre les deux électrodes sur lesquelles est appliquée la tension,  $n$  l'indice de réfraction du matériau à la longueur d'onde de travail,  $r$  le coefficient électro-optique du matériau,  $\Gamma$  le taux de

recouvrement entre le signal optique et le signal hyperfréquence,  $L$  la longueur d'interaction entre ces deux signaux (donc généralement, la longueur de l'électrode).

Pour un matériau donné (indice de réfraction et coefficient électro-optique connus à la longueur d'onde de travail), il est possible de diminuer cette tension demi-onde en ajustant les paramètres géométriques du composant (c'est-à-dire soit en réduisant la distance interélectrode soit en ajustant la longueur d'interaction entre les signaux optique et électrique). Cet ajustement des paramètres physiques du modulateur peut pénaliser, dans une certaine mesure, le bon fonctionnement du composant. Une distance interélectrode trop faible va engendrer des pertes optiques dues à l'absorption partielle de l'onde optique au niveau du métal des électrodes. L'allongement de la zone d'interaction va aussi engendrer des pertes optiques dues à l'absorption et des pertes du matériau électro-optique à la longueur d'onde de travail. Il est primordial de trouver un compromis judicieux entre faible tension demi-onde et faibles pertes optiques afin d'optimiser la conception du modulateur électro-optique pour qu'il soit le plus performant que possible.

### ***I. 3 - Les guides optiques***

#### **I. 3. 1 - Propagation guidée de la lumière**

L'optique guidée est basée sur le confinement du champ lumineux dans un matériau (cœur) entouré de matériaux d'indice de réfraction plus faible (gainés). En première approximation et de manière quantitative, on peut expliquer ce confinement de champ lumineux par le principe de réflexion totale aux interfaces cœur/gaine qui contrebalancent la diffraction. Néanmoins, la propagation des ondes en optique guidée est principalement calculée par la résolution des équations de Maxwell. Des solutions analytiques sont possibles soit pour des guides de géométrie et de profil d'indice simple (guides plans qui confinent suivant une seule dimension transverse par exemple), soit par des guides confinant le champ lumineux suivant les deux dimensions transverses moyennant des approximations valables sous certaines conditions (guides cylindriques à faible guidage par exemple). Pour des guides à largeur limitée, comme la majorité si ce n'est la totalité des guides d'optique intégrée, il faut recourir à des solutions numériques des équations de Maxwell (voir I. 7. 2 -).

#### **I. 3. 2 - Structures des guides optiques**

Le confinement de la lumière selon certains axes est lié aux paramètres opto-géométriques de la structure. Les milieux, constituant le guide d'onde optique, sont supposés homogènes, transparents, isotropes et linéaires. Cela permet de simplifier la représentation des

équations de propagation de la lumière. Même si l'utilité pratique des guides plans est limitée, la solution analytique permet de bien comprendre les relations entre leurs paramètres opto-géométriques et leurs propriétés de guidage. Ces relations et la signification des grandeurs associées restent d'ailleurs qualitativement valables dans le cas des guides à largeur limitée.

### I. 3. 2. 1 - Guide plan

Le guide plan est constitué de trois matériaux, le cœur a une épaisseur  $d$  et un indice de réfraction  $n_2$ , les gaines sont respectivement d'indice  $n_1$  et  $n_3$ , avec  $n_2 > n_3 \geq n_1$  (Figure 4). Ils sont invariants suivant les axes  $y$  et  $z$ . Le champ lumineux monochromatique se propage suivant l'axe  $z$  avec une constante de propagation  $\beta$ .

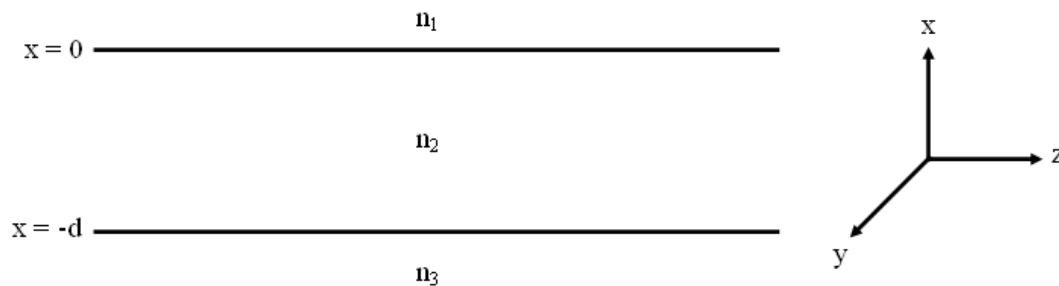


Figure 4 - Structure d'un guide plan.

La propagation guidée de la lumière diffère selon sa polarisation. On parle de polarisation TE lorsque seule la composante  $y$  du champ électrique est non nulle. On parle de polarisation TM dans le cas inverse où la composante  $y$  du champ magnétique est non nulle, donc les composantes  $x$  et  $z$  du champ électrique sont non nulles. On résume ci –après les propriétés du guide plan en polarisation TE [16].

La composante non nulle du champ électrique de l'onde s'écrit :

$$E_y(x, z, t) = E_{y0}(x)e^{j(\alpha x - \beta z)} \quad (\text{I - 4})$$

La distribution transverse du champ  $E_{y0}(x)$  de l'onde s'écrit :

$$E_{y0} = \begin{cases} Be^{-qx} & 0 \leq x \leq \infty \\ B \left[ \cos(hx) - \frac{q}{h} \sin(hx) \right] & -d \leq x \leq 0 \\ B \left[ \cos(hd) + \frac{q}{h} \sin(hd) \right] e^{p(x+d)} & -\infty \leq x \leq -d \end{cases} \quad (\text{I - 5})$$

Où la constante  $B$  dépend de la puissance lumineuse injectée dans le guide (généralement, les calculs sont réalisés en puissance normalisée par rapport à celle du faisceau incident). Les coefficients  $p$ ,  $q$  et  $h$  sont positifs pour les modes guidés et sont donnés par les expressions suivantes :

$$q = \sqrt{\beta^2 - k^2 n_1^2} \quad p = \sqrt{\beta^2 - k^2 n_3^2} \quad h = \sqrt{k^2 n_2^2 - \beta^2} \quad (\text{I - 6})$$

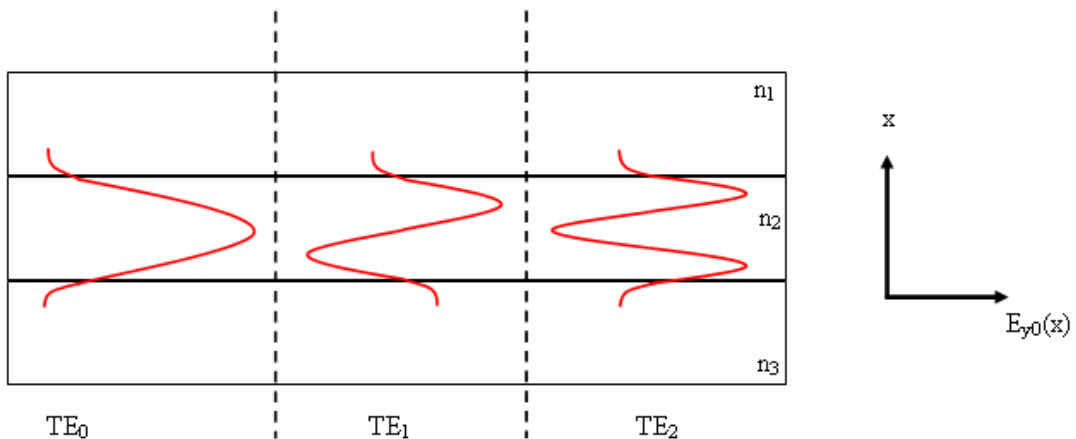
Où  $k = \frac{2\pi}{\lambda}$  le module du vecteur d'onde de la lumière dans le vide.

Pour les modes guidés, le module du champ varie sinusoidalement dans le cœur et décroît exponentiellement dans les gaines, d'autant plus rapidement que les coefficients  $p$  et  $q$  sont grands.

Les coefficients  $p$ ,  $q$  et  $h$  doivent par ailleurs satisfaire aux équations découlant de la continuité du champ et de sa dérivée aux interfaces du cœur avec les gaines en  $x = 0$  et  $x = -d$  :

$$hd = \arctan\left(\frac{q}{h}\right) + \arctan\left(\frac{p}{h}\right) + m\pi \quad \text{pour } m = 0, 1, 2, \dots \quad (\text{I - 7})$$

Cette équation transcendante, appelée équation de dispersion, n'admet que des solutions discrètes pour la constante de propagation  $\beta$ , en fonction des indices  $n_2$ ,  $n_3$  et  $n_1$ , de l'épaisseur de cœur  $d$ , de la longueur d'onde de la lumière  $\lambda$  et du nombre entier  $m$ . Chaque valeur  $\beta_m$  correspond à une distribution transverse du champ lumineux  $E_{y0}(x)$  dans le guide, appelé mode d'ordre  $m$  (Figure 5).



**Figure 5 - Distribution transverse du champ lumineux des modes 0, 1 et 2 en polarisation TE.**

La Figure 5 montre bien la variation sinusoïdale du module du champ lumineux dans le cœur et sa décroissance dans les gaines pour les trois modes guidés.

A partir de la relation (I - 7), on peut déduire la relation entre l'ordre des modes guidés et les paramètres opto-géométriques dans le cas d'un guide symétrique ( $n_1 = n_3$ ) :

$$\Delta n = n_2 - n_1 > \frac{m^2 \lambda^2}{4d^2(n_2 + n_1)} \quad (\text{I - 8})$$

Pour qu'un mode d'ordre donné soit guidé, il faut que l'écart d'indice entre le cœur et les gaines et/ou l'épaisseur du cœur soit d'autant plus grand que la longueur d'onde est grande. En principe, le mode fondamental peut toujours être guidé mais son confinement sera mauvais lorsque le contraste d'indice est faible et/ou la couche de cœur est mince. Le guide est monomode si seulement le mode fondamental peut se propager. Dans le cas contraire on le qualifie de multimode.

D'après la Figure 5, la lumière guidée n'est pas seulement confinée dans le cœur du guide, elle est aussi présente dans les gaines sous formes d'ondes évanescentes. On mesure la portion de la puissance confinée dans le cœur sur la puissance totale par le taux de confinement optique C :

$$C = \frac{\int_{-d}^0 E_{y0}^2(x) dx}{\int_{-\infty}^{\infty} E_{y0}^2(x) dx} \quad (\text{I - 9})$$

L'onde évanescente dans les gaines décroît d'autant plus vite, donc le confinement de la lumière dans le cœur est d'autant meilleur, que :

- le contraste d'indice entre le cœur et les gaines est grand
- l'épaisseur du cœur est grande par rapport à la longueur d'onde

Cette onde évanescente mérite quelque attention particulière en fonction des électrodes situées de part et d'autre du guide et appliquant la tension de commande de l'effet électro-optique. Les épaisseurs de gaines inférieure et supérieure doivent être suffisamment grandes afin d'éviter que le profil de mode ne vienne effleurer ces électrodes et qu'une partie du signal ne soit ainsi absorbé.

La connaissance de la profondeur de pénétration de l'onde évanescente dans les gaines nous permettra d'optimiser les choix des épaisseurs de gaines dans la conception d'un modulateur électro-optique.

Un fort taux de confinement permet de minimiser la tension de commande du modulateur comme nous le verrons plus loin dans ce chapitre.

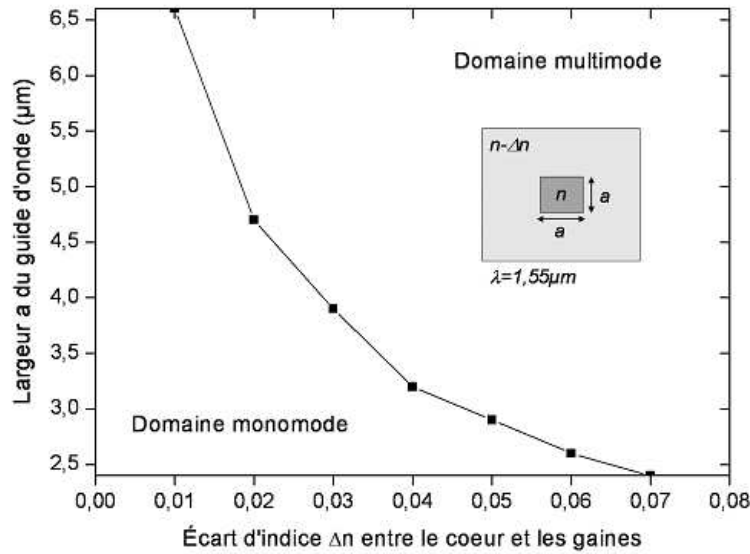
### ***I. 3. 2. 2 - Guides à cœur structuré***

En pratique, le guide plan a très peu d'utilité, le parcours du faisceau optique n'étant pas contrôlé dans la direction  $y$ , il est difficile d'agir efficacement sur sa propagation. On utilise des guides à largeur limitée pour confiner la lumière suivant les deux directions transverses. La résolution analytique de l'équation d'onde devenant impossible, on a recours alors à des méthodes numériques (voir I. 7. 2 -). Dans nos travaux, nous avons utilisé le logiciel de simulation numérique commercial d'optique intégrée OptiBPM qui est basé sur la résolution des équations de Maxwell par la méthode des faisceaux propagés. Les relations entre les caractéristiques des guides et leurs paramètres opto-géométriques tirées des guides plan restent qualitativement valables pour les guides à largeur limitée et le calcul de l'indice effectif pour une structure de confinement bidimensionnelle peut être encore utilisé sous certaines réserves.

Les principaux guides structurés sont le guide à cœur enterré, le guide ruban, le guide ruban inversé et le guide diffusé. Nous passerons brièvement en revue les trois premiers types de guide qui sont les plus adaptés à la réalisation de modulateurs sur matériaux polymères, le dernier étant, quant à lui, beaucoup plus spécifique au  $\text{LiNbO}_3$ .

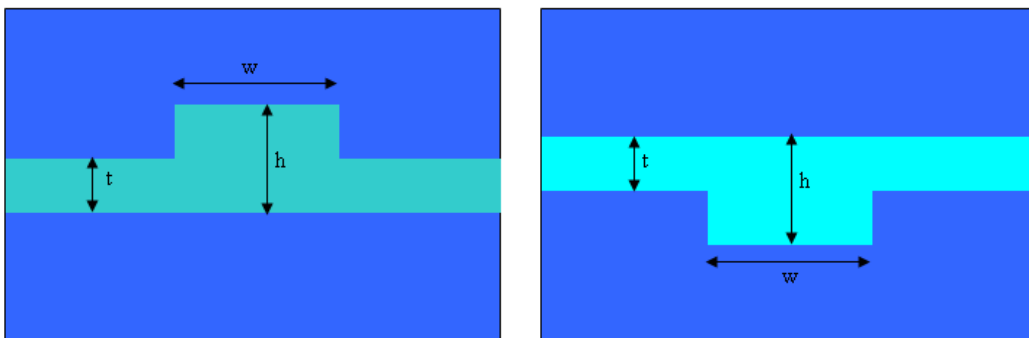
Le guide enterré est constitué d'un cœur à section rectangulaire ou carrée. A une longueur d'onde donnée, il est possible de dimensionner ce guide pour être monomode en connaissant le contraste d'indice des matériaux de cœur et de gaines. Le caractère monomode du guide est nécessaire afin d'éviter, d'une part, des pertes supplémentaires dues à la propagation de modes d'ordre supérieur et, d'autre part, une diminution de la valeur du taux d'extinction, chaque mode subissant un déphasage différent. La Figure 6 illustre ce dimensionnement à la longueur d'onde de 1550 nm. Les dimensions doivent être choisies de sorte à ne pas être pénalisantes pour l'injection de la lumière. Typiquement, les fibres optiques monomodes ont un profil de mode de diamètre de l'ordre de la dizaine de micromètre. Ce dernier peut descendre à quelques micromètres pour une fibre lentillée. Un écart trop important entre les profils de mode de la fibre et du guide optique peut entraîner d'importantes pertes de couplage à l'entrée du modulateur.





**Figure 6 - Domaine de propagation monomode et multimode d'un guide à section carrée, de côté  $a$ , en fonction de l'écart d'indice.**

Les guides ruban et ruban inversé (Figure 7) ont une structure spécifique avec une tranche (« slab ») sur toute la largeur du guide et une portion structurée (latéralement en  $x$  et  $y$ ). Cette géométrie particulière permet d'avoir des guides monomodes de section plus large qu'avec les guides à cœur entièrement structuré. Cela permet de réduire les pertes lors de l'injection. Le guide ruban inversé est parfois plus facilement réalisable d'un point de vue technologique. Les guides ruban peuvent être réalisés par gravure (chimique ou ionique) ou par micro-impession [17].



**Figure 7 - Guide ruban et guide ruban inversé.**

Petermann et al. [18]-[19] ont proposé une approximation, qui tient compte des dimensions géométriques du guide (telles que définies à la Figure 7), afin d'obtenir des guides rubans monomodes :

$$\frac{w}{h} \leq 0,3 + \frac{t/h}{\sqrt{1 - (t/h)^2}} \quad (\text{I} - 10)$$

La dernière catégorie de guide optique est celle des guides réalisés par diffusion d'un matériau dans un substrat [20] afin d'induire une modification d'indice de réfraction localisée. Ce type de guide est peu adapté pour la réalisation à base de matériaux polymères.

## ***I. 4 - Les guides microondes en technologie planaire***

Les lignes planaires sont les lignes les plus couramment utilisées pour la transmission des hyperfréquences en technologie intégrée. Les trois principales lignes utilisées pour les électrodes de composants optoélectroniques sont les lignes microrubans, les lignes coplanaires et les lignes coplanaires avec plan de masse inférieur. De par leur structure géométrique spécifique, la propagation des ondes électromagnétiques est un peu particulière au sein de ces structures. Identiquement à ce qui est rencontré pour le guidage optique, des équations analytiques permettent d'obtenir le dimensionnement des lignes dans les cas simples, pour les modélisations plus fines, la résolution numérique des équations de Maxwell est aussi utilisée (voir I. 7. 1 -).

### **I. 4. 1 - Propagation guidée des microondes**

Les guides hyperfréquences, en technologie intégrée, ont une structure inhomogène (air au-dessus et matériau diélectrique en dessous du ruban qui porte le signal hyperfréquence). Cela implique que les modes de propagation supportés par la structure sont des modes hybrides. Ils présentent à la fois les composantes longitudinales du champ électrique et du champ magnétique. Les amplitudes de ces composantes longitudinales sont faibles devant les amplitudes des composantes transverses lorsque les distances entre rubans métalliques sont faibles devant la longueur d'onde de fonctionnement, les champs électromagnétiques sont en mode quasi-TEM. On parle de mode quasi-TEM au lieu de mode TEM pur car les composantes longitudinales, bien que faibles, ne sont pas nulles.

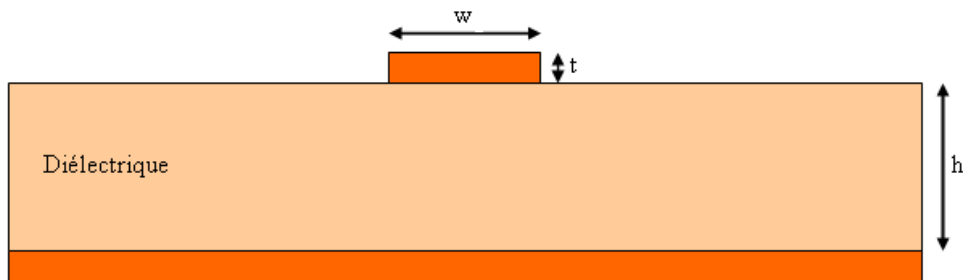
### **I. 4. 2 - Structures des guides microondes**

Comme mentionné précédemment, les lignes les plus couramment utilisées sont les lignes microrubans et les lignes coplanaires (avec ou sans plan de masse inférieur). Ces lignes sont caractérisées principalement par leur constante de propagation (liée à la permittivité diélectrique des matériaux sur lesquels elles sont réalisées et aussi leur impédance caractéristique (50  $\Omega$  afin d'assurer une connectivité adaptée aux appareils de mesures et

autres composants). La constante de propagation est  $\gamma = \alpha + i\beta$ , où  $\alpha$  représente la constante d'atténuation linéique, dans le sens de la propagation, (elle est liée à l'ensemble des pertes diélectriques du substrat et des pertes métalliques de la ligne de propagation) et  $\beta$  est la constante de phase (elle représente le déphasage linéique subi par l'onde lors de sa propagation).

#### I. 4. 2. 1 - Guide microruban

La ligne microruban est la ligne la plus adéquate pour faciliter l'activation de la variation d'indice du matériau électro-optique. Les lignes de champs sont parallèles à l'alignement des chromophores au sein de la matrice polymérique. Par ailleurs, comme nous le verrons ensuite, la technologie de dépôt des polymères en films minces permet la réalisation d'une électrode inférieure. Ce type de structure a été présenté pour la première fois en 1952 [21]. Elle est constituée d'un substrat diélectrique ayant sur une face un plan de masse infinie (mais en réalité limité à la dimension du substrat utilisé) et un ruban métallique, sur l'autre face, sur lequel est appliqué le signal électrique (Figure 8).



**Figure 8 - Coupe transversale d'une ligne microruban avec ses principales dimensions.**

Il est important d'avoir une ligne d'impédance caractéristique adaptée au monde extérieur. Des expressions analytiques en fonction du rapport de la largeur de ruban et l'épaisseur du substrat ( $w/h$ ) et aussi de l'épaisseur des métallisations sont données par Bahl et al. [22] :

$$Z_0 = \frac{60}{\sqrt{\epsilon_{reff}}} \ln \left( \frac{8}{w_e/h} + 0,25 \frac{w_e}{h} \right) \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \leq 1 \quad (\text{I - 11})$$

$$Z_0 = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_{reff}}} \left[ \frac{w_e}{h} + 1,393 + 0,667 \ln \left( \frac{w_e}{h} + 1,444 \right) \right]^{-1} \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \geq 1 \quad (\text{I - 12})$$

Le rapport  $\frac{w_e}{h}$  peut être obtenu avec les relations suivantes et dépendent de l'épaisseur  $t$  de métallisation du ruban métallique :

$$\frac{w_e}{h} = \frac{w}{h} + \frac{1,25}{\pi} \frac{t}{h} \left( 1 + \ln \frac{4\pi w}{t} \right) \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \leq \frac{1}{2\pi} \quad (\text{I - 13})$$

$$\frac{w_e}{h} = \frac{w}{h} + \frac{1,25}{\pi} \frac{t}{h} \left( 1 + \ln \frac{2h}{t} \right) \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \geq \frac{1}{2\pi} \quad (\text{I - 14})$$

La permittivité relative effective  $\epsilon_{\text{reff}}$  est obtenue à l'aide des relations suivantes (en fonction de la permittivité diélectrique relative du substrat) :

$$\epsilon_{\text{reff}} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left[ \left( 1 + \frac{12}{w/h} \right)^{-1/2} + 0,04 \left( 1 - \frac{w}{h} \right)^2 \right] - C \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \leq 1 \quad (\text{I - 15})$$

$$\epsilon_{\text{reff}} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left( 1 + \frac{12}{w/h} \right)^{-1/2} - C \quad \text{pour} \quad \frac{w}{h} \geq 1 \quad (\text{I - 16})$$

Où  $\epsilon_r$  est la permittivité relative du substrat diélectrique et la constante  $C$  est obtenue à l'aide de la formule suivante :

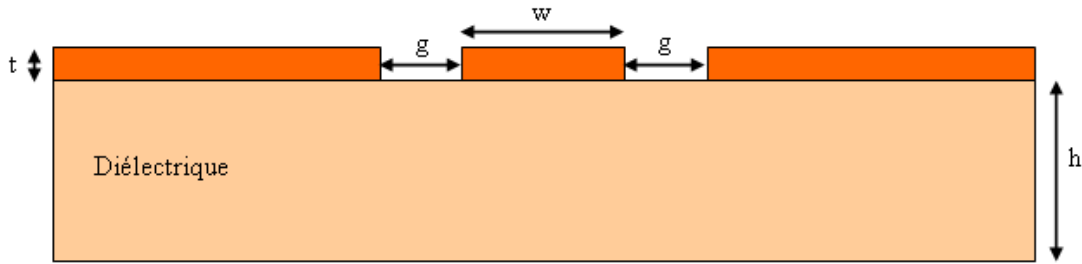
$$C = \frac{\epsilon_r - 1}{4,6} \frac{t/h}{\sqrt{w/h}} \quad (\text{I - 17})$$

A l'aide de ces expressions, il est possible de dimensionner la ligne microruban en fonction de la permittivité diélectrique du matériau et de son épaisseur et aussi en fonction de la largeur du ruban et l'épaisseur de métallisation pour obtenir une ligne microonde d'impédance caractéristique de 50  $\Omega$ .

#### **I. 4. 2. 2 - Guide coplanaire**

La ligne coplanaire classique a été présentée pour la première fois en 1969 [23]. Pour ce type de structure, la géométrie est la suivante : le ruban portant le signal électrique ainsi que les deux plans de masse sont sur la même face du substrat (Figure 9). D'où le terme coplanaire qui est associé à ce type de lignes. Les polymères électro-optiques, étant le plus souvent orienté perpendiculairement par rapport à la surface des échantillons, ce type de lignes n'est pas souvent utilisé pour en réaliser l'électrode de commande. Les lignes de champ ne permettant pas de maximiser les effets électro-optiques du matériau.

Cette topologie de lignes permet néanmoins de faciliter les mesures en hyperfréquences, ces dernières réalisées sous pointes à l'aide d'analyseurs de réseaux vectoriels utilisant ce type de sondes. C'est pour cette raison, bien que l'électrode microruban se prête mieux à la réalisation d'un modulateur, la détermination des caractéristiques microondes des matériaux utilisera une topologie coplanaire (voir III. 4 -).



**Figure 9 - Coupe transversale d'une ligne coplanaire avec ses principales dimensions.**

Pour ce type de lignes, l'impédance caractéristique doit être de l'ordre des 50 Ω, sur la plage de fréquences données. Des expressions théoriques données par Hilberg [24] permettent de dimensionner la ligne de manière à obtenir l'impédance caractéristique voulue (50 Ω) :

$$Z_0 = \frac{30\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \frac{K(k)}{K'(k)} \quad \text{avec} \quad k = \frac{w}{w+2g}, \quad K'(k) = K(k') \quad \text{et} \quad k' = \sqrt{1-k^2} \quad (\text{I} - 18)$$

La permittivité effective est obtenue à l'aide de la relation suivante :

$$\epsilon_{eff} = 0,5(\epsilon_r + 1) \left\{ \tanh \left[ 1,785 \log \left( \frac{h}{g} \right) + 1,75 \right] + \left( \frac{kg}{h} \right) [0,04 - 0,7k + 0,01(1 - 0,1\epsilon_r)(0,25 + k)] \right\} \quad (\text{I} - 19)$$

L'expression du rapport  $\frac{K(k)}{K'(k)}$  est fonction de la valeur de k, ce rapport s'écrit alors :

$$\frac{K(k)}{K'(k)} = \frac{2}{\pi} \ln \left( 2 \sqrt{\frac{1+k}{1-k}} \right) \quad \text{pour} \quad 0,707 \leq k \leq 1 \quad (\text{I} - 20)$$

$$\frac{K(k)}{K'(k)} = \frac{2}{\pi} \ln \left( 2 \sqrt{\frac{1+k'}{1-k'}} \right)^{-1} \quad \text{pour} \quad 0 \leq k \leq 0,707 \quad (\text{I} - 21)$$

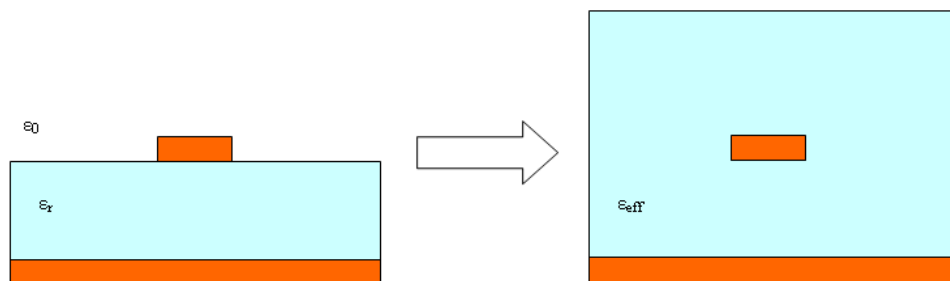
Il est possible à l'aide d'outils simples tels TexLine ou Appcad de déterminer les dimensions d'une ligne hyperfréquence en connaissant la permittivité du matériau de substrat et l'épaisseur de ce dernier. Ce type de calculateurs donnent une bonne approximation mais ne permettent pas la prise en compte de plusieurs couches de matériaux diélectriques ; le

dimensionnement doit être alors réalisé à l'aide d'outils numériques de plus grande précision, tel HFSS (résolution des équations de Maxwell).

Une variante des lignes coplanaires incorpore un plan de masse inférieur. On l'appelle ligne coplanaire blindée ou ligne coplanaire à plan de masse inférieur. Elle est particulièrement intéressante pour amener le signal de commande à l'électrode microruban via une ligne coplanaire, ce d'autant mieux que le diélectrique est mince. On l'étudiera de manière plus approfondie au chapitre IV.

### **I. 4. 3 - Permittivité effective**

Comme mentionné auparavant, le signal hyperfréquence qui se propage sur les lignes en technologie planaire ou microruban le fait dans un milieu inhomogène (air au-dessus et diélectrique en-dessous du ruban portant ce signal). On définit la permittivité effective vue par l'onde hyperfréquences qui représente la permittivité d'un milieu homogène (Figure 10) qui reproduirait un environnement de propagation identique à la ligne réelle (asymétrique). Cette permittivité effective est en tout point l'équivalent microonde à l'indice effectif rencontré dans les guides optiques.



**Figure 10 - A gauche, ligne microruban réelle et à droite ligne microruban équivalente.**

### ***I. 5 - Bande passante et type de commande électrique***

Deux types de commande électrique peuvent être utilisés : le premier en constantes localisées et le second en constantes réparties. La bande passante d'un modulateur électro-optique dépend principalement de deux facteurs : le type d'électrode utilisé et l'adéquation des vitesses de propagation des ondes optique et électrique dans le cas de la seconde solution. Le temps de réponse de l'effet électro-optique étant de seulement quelques ps, il ne constitue pas une limite pratique à la bande passante. Pour un matériau donné, ses propriétés optiques et hyperfréquences imposent la bande passante maximale intrinsèque du composant suivant le type de l'électrode de commande utilisé : capacitive ou à ondes progressives.

### I. 5. 1 - Electrode en constante localisée (capacitive)

Le signal est appliqué par une électrode « massive », dans le sens que la tension de modulation est amenée à toute l'électrode. Dans ce cas, on peut l'assimiler, avec le plan de masse, à un condensateur plan dont le diélectrique est le guide électro-optique. Dans un système microonde ; l'ensemble se comporte alors comme un filtre passe-bas, la bande passante est inversement proportionnelle à la constante de temps RC, où C est la capacité entre l'électrode et le plan de masse et R est typiquement de l'ordre de 50 Ω. On estime la bande passante par 
$$P = \frac{1}{2\pi RC} .$$

Avec un signal de commande amené de telle manière, on ne peut atteindre des bandes passantes de plusieurs GHz tout en limitant la tension de commande à des valeurs raisonnables de quelques volts, en réduisant la longueur de l'électrode, étant donné que la capacité augmente avec la longueur de l'électrode de commande. La solution consiste alors à recourir à un signal de commande à ondes progressives.

### I. 5. 2 - Electrode en constantes réparties (à ondes progressives)

Pour augmenter la bande passante, il faut donc amener le signal électrique de commande de manière propagative à l'aide d'une ligne hyperfréquence. L'idée est simple : si l'onde lumineuse et le signal électrique se propageaient à la même vitesse dans le guide d'onde optique et le guide microonde, le front d'onde lumineux serait toujours soumis au même signal électrique, donc au même effet électro-optique pendant toute sa traversée de la zone d'interaction. Les déphasages élémentaires subis par le front d'onde lumineux dans toutes les tranches du matériau se cumuleraient quelle que soit la fréquence du signal électrique, la fréquence de modulation ne serait pas limitée, tout au moins par cet effet. L'égalisation des vitesses de propagation des ondes optique et électrique est donc un des premiers défis à relever pour un modulateur à ondes progressives.

En ignorant les pertes de propagation du signal hyperfréquence, l'expression suivante permet de calculer la fréquence de modulation maximale :

$$f_{\max} L = \frac{2c}{\pi \left| n_{\text{eff}} - \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}} \right|} \quad (\text{I} - 22)$$

Où  $n_{\text{eff}}$  est l'indice effectif du mode optique guidé et  $\epsilon_{\text{eff}}$  la permittivité relative effective du signal de commande se propageant le long d'une ligne de transmission hyperfréquence servant d'électrode de commande.

On constate qu'avec le signal de commande à onde progressive, la fréquence de modulation maximale est inversement proportionnelle à la désadaptation de vitesse entre l'onde optique et le signal électrique. Comme la variation de la valeur de la permittivité des polymères du domaine microonde au domaine optique est beaucoup plus basse que celle du LiNbO<sub>3</sub>, une bande passante beaucoup plus large est donc possible avec des modulateurs sur matériaux polymères.

D'un côté, avec  $\epsilon_r = 28$  et  $n = 2,2$  pour le LiNbO<sub>3</sub>, le produit BP·L est porté à plus de 6 GHz·cm avec un signal de commande à onde progressive contre 2 GHz·cm avec un signal de commande sur électrode localisée. Mais avec  $\epsilon_r = 2,5$  et  $n = 1,5$  comme valeurs typiques pour polymères, le produit BP·L est porté à 235 GHz·cm ! Même si les performances réellement atteintes aujourd'hui sont très différentes de cette valeur théorique, le potentiel des modulateurs sur polymères est gigantesque.

Néanmoins, hormis cette adéquation des vitesses de propagation, l'idée simple énoncée en début de ce paragraphe n'est valable que si effectivement les amplitudes des deux signaux, optiques et microondes, ne sont pas atténués au cours de leur propagation. Autrement dit, les pertes des guides, optique et microonde, vont-elles aussi directement influencer sur la bande passante du modulateur. Pratiquement, tout au moins pour le LiNbO<sub>3</sub>, les pertes de propagation du guide optique sont faibles et seules, alors, les pertes du guide microonde interviennent alors majoritairement. Pour les structures guidantes en matériaux polymères, potentiellement les deux types de pertes de propagation, optique et microonde, pourraient intervenir. L'étude et l'optimisation des structures optique et hyperfréquence du modulateur, sont donc essentielles pour élargir sa bande passante. Dans les deux cas, propriétés des matériaux et technologie de fabrication vont modérer ces optimisations. Nous allons passer en revue, dans le paragraphe suivant, les différents types de lignes de transmission microondes pouvant être utilisés. Notons que, sauf cas particuliers, le modulateur sera alimenté par un système microonde « usuel », à savoir d'impédance caractéristique 50Ω.

## ***1.6 - Les matériaux électro-optiques***

Dans ce paragraphe, certaines notions telles que la biréfringence, l'ellipsoïde des indices, les effets électro-optiques, sont explicitées afin de faciliter la compréhension des phénomènes non linéaires. Nous présentons aussi un des outils utilisés pour la détection des effets non linéaires dans les matériaux électro-optiques : la génération de second harmonique.



### I. 6. 1 - Anisotropie des matériaux

Certains matériaux présentent des caractéristiques optiques différentes en fonction de la direction de propagation au sein de ces derniers. Dans les matériaux cristallins, cette anisotropie est liée à la structure cristallographique ; l'organisation préférentielle dans une direction engendre des caractéristiques qui diffèrent selon l'orientation. Dans certains matériaux isotropes, l'influence de facteurs externes permet de créer une anisotropie selon l'axe d'application de ces facteurs externes.

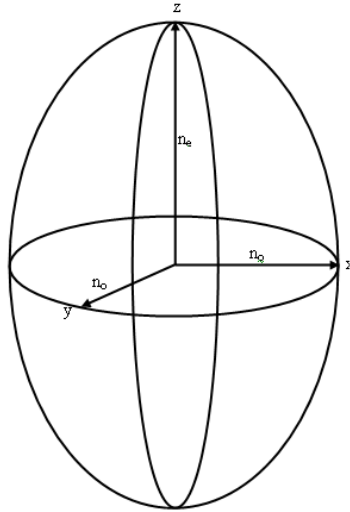
Dans le domaine de l'optique, la propriété des matériaux anisotropes vis-à-vis de la lumière est connue sous le nom de biréfringence. Les matériaux biréfringents ont la particularité de présenter des indices de réfraction différents selon la polarisation de la lumière qui les traverse. Un matériau biréfringent uniaxe est caractérisé par deux indices de réfraction : l'indice ordinaire  $n_o$  et l'indice extraordinaire  $n_e$ .  $n_o$  est l'indice de réfraction de la polarisation perpendiculaire à l'axe d'anisotropie du matériau et  $n_e$  est l'indice de réfraction de la polarisation parallèle à l'axe d'anisotropie (axe optique). La biréfringence est une grandeur sans unité. La valeur de la biréfringence d'un matériau est donnée par la relation suivante :

$$\Delta n = n_e - n_o \quad (\text{I - 23})$$

L'indice de réfraction vue par une onde lumineuse, traversant un milieu anisotrope, dépend de la direction de propagation et aussi de l'état de polarisation de cette onde. Cette dépendance est usuellement représentée par l'ellipsoïde des indices. Dans le cas de matériaux uniaxes, l'axe optique et l'axe de révolution de l'ellipsoïde sont confondus. Dans le cas d'un matériau uniaxe avec axe optique suivant z, l'ellipsoïde des indices s'écrit sous la forme :

$$\frac{x^2 + y^2}{n_o^2} + \frac{z^2}{n_e^2} = 1 \quad (\text{I - 24})$$

Avec les axes x, y et z orientés selon les axes principaux du matériau et correspondant aux directions des indices principaux du matériau anisotrope.



*Figure 11 - Ellipsoïde des indices d'un matériau uniaxe.*

### **I. 6. 2 - Effets électro-optiques non linéaires du second ordre**

Comme mentionné plus haut, les propriétés optiques (indice de réfraction, absorption) de certains matériaux peuvent être modifiées sous l'influence de contraintes externes et une anisotropie peut être créée au sein d'un matériau isotrope par l'application d'une force externe. Ce facteur externe peut être d'origine thermique, acoustique, magnétique ou électrique. L'influence d'un champ électrique sur les caractéristiques optiques sera présentée dans la suite de cette section.

L'indice de réfraction de certains matériaux, soumis à un champ électrique, est modifié par ce dernier. La variation d'indice d'un matériau électro-optique est fonction du champ électrique  $E$  appliqué. Cette variation peut être exprimée comme suit [25]:

$$n(E) = n - \frac{1}{2} r n^3 E - \frac{1}{2} s n^3 E^2 + \dots \quad (\text{I} - 25)$$

$r$  et  $s$  sont respectivement les tenseurs électro-optiques linéaires et quadratique.  $r$  est un tenseur d'ordre 3 (c'est-à-dire constitué de 27 éléments) et  $s$  est un tenseur d'ordre 4 (constitué de 81 éléments). Le tenseur d'ordre trois peut être ramené à une matrice [6x3] à l'aide de la contraction de Voigt. Les autres éléments d'ordre supérieur de ce développement, étant très faible devant l'indice du matériau, peuvent être négligés. Les matériaux possédant un tenseur  $r$  non nul sont appelés matériaux à effet Pockels. Les matériaux possédant un tenseur  $s$  non nul sont appelés matériaux à effet Kerr. Dans le prochain paragraphe, l'intérêt sera porté sur l'effet Pockels et sur l'expression du tenseur  $r$  associé.

### I. 6. 2. 1 - Effet Pockels

L'effet non linéaire du second ordre fut découvert et étudié en 1893 par Friedrich Carl Alwin Pockels. Depuis il a été nommé effet Pockels en son honneur. Cet effet n'existe que dans les matériaux ne possédant pas de centrosymétrie. Cette non-centrosymétrie peut être d'origine structurale (structure cristallographique dans les matériaux cristallins) ou induite à l'aide de facteurs externes au matériau (par exemple, orientation dans une direction préférentielle des chromophores lors de l'orientation des polymères électro-optiques dans notre cas).

L'effet Pockels se traduit par une déformation de l'ellipsoïde des indices décrit par une équation quadratique en x, y et z avec six coefficients la variation induite par effet électro-optique est décrite par la relation suivante :

$$\Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_i = \sum_j r_{ij} E_j \quad (\text{I - 26})$$

Avec  $i = 1, 2, 3, \dots, 6$  et  $j = 1, 2, 3$ . Les valeurs de  $j$  sont respectivement liées aux axes x, y et z du système cartésien de référence. Cette sommation peut s'écrire sous la forme matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_1 \\ \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_2 \\ \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_3 \\ \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_4 \\ \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_5 \\ \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} \\ r_{41} & r_{42} & r_{43} \\ r_{51} & r_{52} & r_{53} \\ r_{61} & r_{62} & r_{63} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad (\text{I - 27})$$

Les 18 éléments de la matrice sont les coefficients électro-optiques. Ils permettent de décrire complètement les effets électro-optiques du matériau. Ces coefficients sont exprimés en pm/V. Certains éléments de cette matrice sont nuls, d'autres sont soit égaux soit de signe opposé ; cela dépend du groupe de symétrie auquel appartient le matériau. Cela permet ainsi de caractériser les effets électro-optiques d'un matériau en ayant connaissance d'un nombre limité de coefficients.

Les matériaux électro-optiques utilisés pour la réalisation de modulateurs sont le niobate de lithium (LiNbO<sub>3</sub>), l'arséniure de gallium (GaAs) et les polymères électro-optiques. Le Tableau 1 présente les tenseurs électro-optiques de ces matériaux :

<b>LiNbO<sub>3</sub></b>	<b>GaAs</b>	<b>Polymères</b>
$\begin{bmatrix} 0 & -r_{22} & r_{13} \\ 0 & r_{22} & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{51} & 0 \\ r_{51} & 0 & 0 \\ -r_{22} & 0 & 0 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ r_{41} & 0 & 0 \\ 0 & r_{41} & 0 \\ 0 & 0 & r_{41} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{13} & 0 \\ r_{13} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$

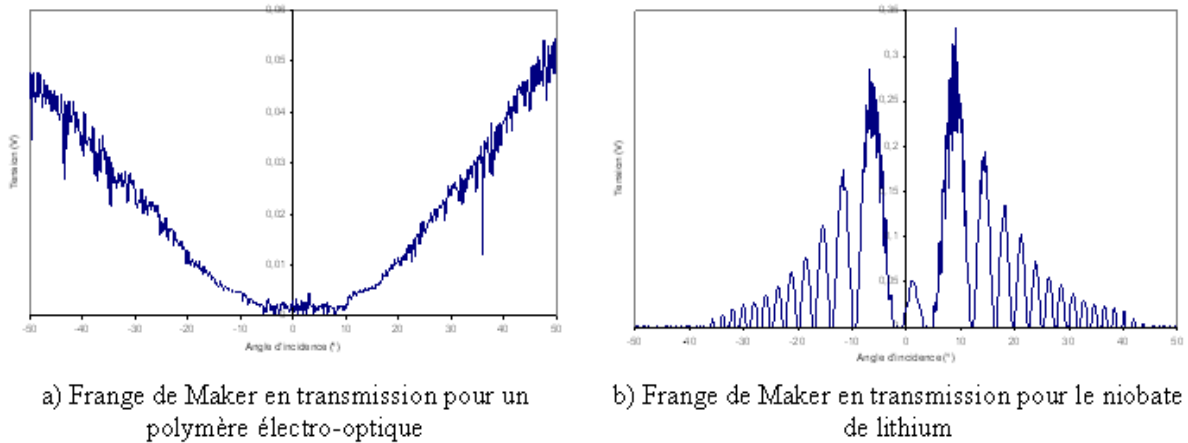
**Tableau 1 - Tenseurs électro-optiques de matériaux à effet Pockels**

Les coefficients électro-optiques du LiNbO<sub>3</sub> sont :  $r_{13} = 10$  pm/V,  $r_{33} = 32,2$  pm/V,  $r_{22} = 6,7$  pm/V et  $r_{51} = 32,6$  pm/V [26] et pour le GaAs :  $r_{41} = 1,46$  pm/V [27]. En ce qui concerne les polymères, les coefficients dépendent du chromophore et de la matrice polymère utilisés ainsi que du résultat du procédé d'orientation. Par exemple, pour l'APC/CLD, le coefficient électro-optique est de 36 pm/V à 1500 nm [28].

Les polymères électro-optiques présentent une anisotropie uniaxe, seulement après orientation des chromophores dans la matrice. Cette opération, appelé « poling » en anglais est indispensable à l'apparition de l'effet électro-optique à l'échelle macroscopique.

### ***I. 6. 2. 2 - Génération de second harmonique***

Les matériaux, présentant une non-linéarité d'ordre 2 (comme dans les matériaux électro-optiques), lorsqu'ils sont traversés par un faisceau lumineux d'intensité suffisante, à une certaine fréquence, génèrent une onde à une fréquence double de celle du faisceau incident fondamental. Ce phénomène physique est appelé génération de second harmonique (connu sous le nom de Second Harmonic Generation - SHG en anglais). Ce phénomène a d'abord été observé dans des matériaux cristallins [29].



**Figure 12 - Exemple de mesure de la SHG par les franges de Maker.**

Une des premières méthodes de mesure de la génération de seconde harmonique est la méthode par les franges de Maker [30]. Ces franges résultent des interférences, entre les champs de second harmonique et fondamental créés en différents points de la zone de conversion. La mesure de la puissance en sortie du faisceau de second harmonique est liée à l'angle d'incidence du faisceau fondamental par rapport à la normale à la surface du matériau électro-optique. La Figure 12 montre les franges de Maker obtenues par transmission à travers un film de polymère électro-optique de l'ordre de quelques micromètres d'épaisseur et à travers une lame de niobate de lithium (d'une épaisseur de 0,5 mm).

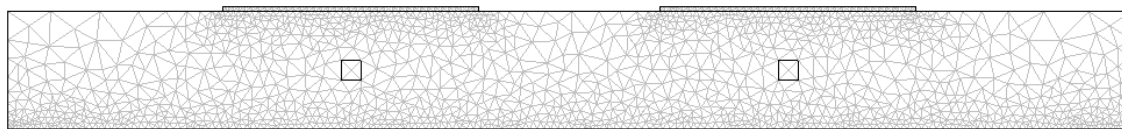
### ***1. 7 - Outils et méthodes de simulations numériques***

Les ondes optiques et hyperfréquences sont toutes les deux des ondes électromagnétiques régies par les mêmes équations de Maxwell. Elles se différencient par leurs longueurs d'onde, de l'ordre du  $\mu\text{m}$  pour les premières et de l'ordre du cm (ou du mm) pour les secondes. Comme le maillage des structures étudiées doit être en rapport avec la longueur d'onde pour obtenir des résultats fiables, cette différence conduit à choisir des méthodes de résolutions numériques différentes pour concilier les contraintes restrictives : fiabilité et précision de calcul d'un côté et de l'autre, la limitation des ressources informatiques et la durée du temps de calcul. Pour l'étude de structures hyperfréquences, la méthode des éléments finis est utilisée par les logiciels à notre disposition et pour la modélisation des guides optiques, la méthode des faisceaux propagés (en termes anglo-saxons Beam Propagation Method ou BPM).

### I. 7. 1 - La méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis est une méthode de résolution des problèmes aux limites. Elle permet de résoudre bon nombre de problèmes de distribution de champs dans divers domaines (électromagnétisme, mécanique, thermodynamique). Pour la résolution, la modélisation du problème par des équations locales aux dérivées partielles est nécessaire.

Cette méthode permet l'analyse du milieu (domaine) à étudier en le subdivisant en sous-domaines (les éléments finis) à l'intérieur desquels des techniques de résolution analytiques sont utilisées pour la résolution des équations différentielles. Ce processus de division du domaine en un nombre fini de sous-domaines est appelé maillage. Les éléments sont connectés entre eux par des points spécifiques appelés nœuds. Pour la modélisation d'un problème en deux dimensions, la discrétisation du domaine se fait à l'aide de triangles et de rectangles. Dans l'espace tridimensionnel, la subdivision du domaine se fait à l'aide d'hexaèdres, de tétraèdres et de pentaèdres.



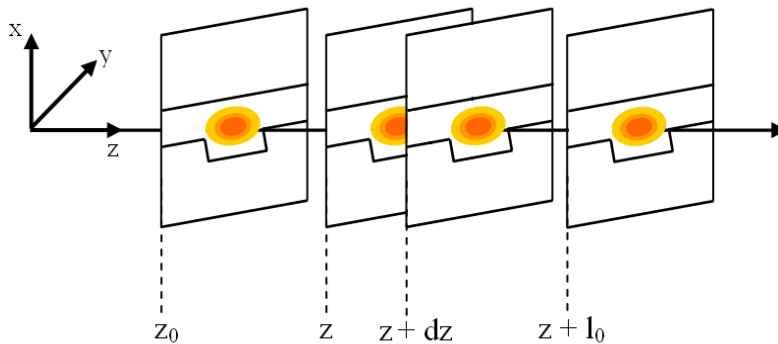
**Figure 13 - Maillage d'une structure en deux dimensions pour résolution par éléments finis.**

La résolution d'un problème par la méthode des éléments finis est un processus séquentiel. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer la géométrie et les conditions aux limites du problème. Ensuite intervient l'étape de la discrétisation du domaine de résolution. La plupart des solutions logicielles disponibles ont des modules de maillages automatiques. Le maillage permet de définir entièrement la géométrie du domaine à étudier. Plus le maillage est fin, plus les résultats obtenus sont précis (mais le temps de calcul est long). Les champs sont résolus au niveau de chaque sous-domaine. Puis vient l'étape de l'assemblage des champs élémentaires, pour obtenir le champ dans l'intégralité de la géométrie du problème de base considéré. Cet assemblage se fait en tenant compte de la continuité aux frontières entre les sous-domaines. Le résultat ainsi obtenu est la solution du système, avec la géométrie du problème ainsi que les conditions aux limites liées au système dans lequel est résolu le problème.

Le logiciel HFSS d'Ansoft utilisé pour l'étude de structures microondes (électrodes de commande et transitions) s'appuie principalement sur cette technique de calcul.

### I. 7. 2 - La méthode des faisceaux propagés

La méthode des faisceaux propagés consiste à étudier la résolution des équations de Maxwell pour un faisceau lumineux se propageant dans une structure optique. La structure optique est définie dans un repère cartésien  $(x, y, z)$  de sorte que l'axe  $z$  corresponde à l'axe de propagation optique. La structure à modéliser est divisée en une succession de plans équidistants séparés par une distance  $dz$  (Figure 14). Le faisceau dans une tranche de la structure est calculé à partir de celui de la tranche précédente. La notion de temps n'est pas directement explicite mais elle est implicite à l'évolution spatiale selon l'axe optique [31],  $dz$  est proportionnel à  $dt$  via la notion d'indice effectif.



*Figure 14 - Schéma de principe de la méthode des faisceaux propagés.*

Quelques hypothèses simplificatrices sont utilisées dans l'élaboration des algorithmes utilisés pour la BPM [32]. L'une de ces hypothèses est l'approximation scalaire. Elle suppose qu'il n'y a pas de couplage entre les composantes du champ. Le champ peut être alors décomposé selon les axes transverses  $x$  et  $y$  de la section du guide. L'approximation paraxiale, quant à elle, suppose que l'amplitude du champ, lors de sa propagation, varie très peu d'une tranche à l'autre. Elle suppose aussi que l'angle entre l'axe de propagation du faisceau et l'axe de référence,  $z$ , du système soit très faible.

Cette méthode permet de simuler de manière correcte des structures ne présentant pas de variations brusques [33]. Le maillage de la structure est ajusté afin de faire un compromis entre le temps de résolution du problème de propagation dans la structure optique donnée et la précision que l'on souhaite obtenir. Au-delà d'une certaine finesse de maillage, la précision obtenue ne varie plus énormément mais par contre les temps de calculs sont fortement augmentés.

Pour la réalisation du dimensionnement de la structure optique, le logiciel OptiBPM d'Optiwave a été utilisé.

## ***1. 8 - Modulateurs d'amplitude utilisant l'effet électro-optique de type Mach-Zehnder***

### **1. 8. 1 - Etat de l'art sur les différents types de modulateurs électro-optiques**

Dans ce paragraphe, les principaux matériaux utilisés pour la réalisation de modulateurs de type Mach-Zehnder sont présentés. Les performances ainsi que les limitations de ces composantes sont aussi présentés dans ce paragraphe.

#### ***1. 8. 1. 1 - Modulateurs à base de semi-conducteurs***

Les modulateurs à base de semi-conducteurs sont principalement réalisés avec l'arséniure de gallium (GaAs). Bien qu'ayant un coefficient électro-optique assez faible ( $r_{33} = 1,46 \text{ pm/V}$ ), le carré de son indice de réfraction ( $n^2 = 12,25$ ) étant proche de sa permittivité relative (13,1) cela permet d'avoir un bon accord entre la vitesse de l'onde optique et celle du signal microonde. D'autre part, grâce au fort facteur  $n^3 \approx 43$ , la variation de l'indice de réfraction peut être très élevée ( $I - 1$ ).

Avec les modulateurs avec électrode de commande en technologie microruban, il a été possible d'obtenir une bande passante de l'ordre de 20 GHz sous une tension de commande de l'ordre de plusieurs dizaines de volts. Mais les pertes d'insertion optiques demeurent élevées (10,5 dB) [34]. En utilisant des électrodes de commande en technologie coplanaire hybride, Spickermann et al. ont pu réaliser des modulateurs, avec zone d'interaction d'un centimètre de long, ayant une bande passante supérieure à 40 GHz [35] et des tensions de commande autour de 15 V aux longueurs d'onde de télécommunications [36].

#### ***1. 8. 1. 2 - Modulateurs à base de $\text{LiNbO}_3$***

Les modulateurs à base de  $\text{LiNbO}_3$ , grâce au coefficient électro-optique assez élevé du matériau (30,8 pm/V), ont des tensions de commande variant de 2 à 10 V (selon la longueur d'interaction électrode de commande et guide optique). Ils ont l'avantage d'avoir des pertes d'insertions peu élevées (2 à 3 dB) [37] grâce à la bonne transparence du matériau dans le proche infrarouge et aussi grâce aux profils très proches de leur mode optique et celui de la fibre. Néanmoins, leur bande passante est plafonnée à 40 GHz [38] à cause de la différence de vitesse de phase entre l'onde électrique et l'onde optique.



### ***I. 8. 1. 3 - Modulateurs à base de polymères***

Les modulateurs à base de polymères électro-optiques offrent potentiellement des performances dépassant celles de leurs homologues réalisés à partir de matériaux cristallins (principalement à base de  $\text{LiNbO}_3$ ).

Chen et al. [39] ont présentés trois modulateurs avec des tensions demi-onde inférieures au volt. Les polymères actifs utilisés sont le LPD-80 ( $r_{33} = 90 \text{ pm/V}$  à 1310 nm), l'AJ-416 ( $r_{33} = 124 \text{ pm/V}$  à 1310 nm) et l'AJ-CKL1 ( $r_{33} = 133 \text{ pm/V}$  à 1310 nm). La zone active des 3 modulateurs est de 2 cm pour une longueur totale de 3 cm. Les tensions demi-onde et les pertes d'insertions pour le LPD-80, l'AJ-418 et l'AJ-CKL1 sont respectivement de 0,65 V et 10,5 dB, 0,9 V et 17 dB et 0,6 V et 13,2 dB à 1550 nm. La bande passante des 3 modulateurs avoisine les 40 GHz. Bien qu'ayant des performances attractives, ces modulateurs sont pénalisés par des pertes d'insertion très élevées.

La faisabilité d'un modulateur, à base de polymère électro-optique disponible commercialement, à large bande passante a été démontrée par Gorman et al. [40]. Le polymère utilisé est l'APC/CLD-1 qui présente un  $r_{33} = 92 \text{ pm/V}$  à 1550 nm. Pour une zone active de 1 cm de long, la tension demi-onde est de l'ordre des 3 V avec une bande passante potentielle de 170 GHz. Les pertes d'insertions du dispositif ne sont pas mentionnées.

Ahn et al. [41] ont réalisés un modulateur ayant des pertes d'insertions peu élevées (6 dB). Le polymère actif est situé en dessous de la zone active du composant. Les guides de la structure sont réalisés à partir de polymères fluorés. Le couplage entre polymères actif et passif est réalisé à l'aide de coupleurs verticaux obliques. La tension demi-onde pour un composant avec une zone active de 2 cm de long est de 3,6 V. Aucun détail n'est fourni quant à la bande passante du dispositif.

Un modulateur, réalisé à base d'APC-CPW, présente aussi des pertes d'insertions peu élevées (6 dB) à la longueur d'onde de 1550 nm [42]. La tension de commande de ce modulateur est de 6 V pour une zone active de 1,5 cm et aussi avec simple électrode. Aucune donnée n'est fournie sur la bande passante de ce dispositif.

Mallari et al. ont présenté le premier modulateur Mach-Zehnder, à base de polymères électro-optiques, potentiellement commercialisable [43]. Il devrait être commercialisé par GigOptix™. Il fonctionne sur la plage optique allant de 1528 à 1610 nm. Il présente des pertes d'insertions de 8dB, une bande passante hyperfréquences à 3dB de 65 GHz, une bande passante de 100 GHz, un taux d'extinction de 20 dB, une tension de commande de 6,5 V en

configuration simple électrode et 3,25 V en configuration push-pull [44]. Son numéro de série est le LX8900.

Un comparatif des propriétés électriques et électro-optiques des trois principales familles de matériaux électro-optiques est donné au Tableau 2 :

Propriété	LiNbO <sub>3</sub>	GaAs	Polymère
Indice de réfraction ( $n$ )	2,2	3,4	1,5-1,7
Permittivité relative ( $\epsilon_r$ )	28	12,9	2,5-4 [45]
Coefficient EO ( $r_{33}$ ) (pm/V)	30,8	1,46	> 100
Pertes Optiques (dB/cm) [46]	0,2	2	> 1
Bande passante $\Delta f$ (GHz)	40	40	> 100
Tension de commande $V_\pi$ (V)	5-10	~15	< 1
Tangente de pertes $\tan(\delta)$	0,004 [47]	0,00013-0,00025 [48]	0,0001-0,0005 [49]

*Tableau 2 – Récapitulatif des propriétés des principaux matériaux électro-optiques aux longueurs d’onde télécom.*

### **I. 8. 2 - Avantages et inconvénients des modulateurs à base de polymères**

Bien que présentant des performances plus qu’intéressantes sur certains points, les modulateurs en polymères n’ont jamais pu posséder toutes les caractéristiques satisfaisantes pour un seul et même dispositif. Le risque de relaxation de l’orientation des chromophores aux températures de fonctionnement des dispositifs en microélectronique (80-100°C) est un des problèmes liés aux composants à base de polymère actif. L’emploi de polymère à forte température de transition vitreuse est préconisé pour tenter de pallier cet inconvénient.

### **I. 9 - Conclusion du chapitre**

Dans ce chapitre, nous avons rappelé succinctement les principales notions de guidage optique et microonde qui nous seront nécessaire par la suite pour la tenue des études présentées.

Les effets électro-optiques non linéaires du second ordre, qui sont une brique élémentaire essentielle au bon fonctionnement des composants électro-optiques, sont aussi brièvement présentés ainsi la génération de second harmonique, une des conséquences de la non-linéarité de second ordre des matériaux électro-optiques, car elle servira à suivre la création de l’effet électro-optique dans les matériaux qui sont utilisés au cours de ce travail de thèse. Une courte présentation des méthodes numériques et outils de simulations commerciaux utilisés pour la conception du composant est aussi faite dans ce chapitre.

Le mode de fonctionnement du modulateur à base de matériaux électro-optiques de type Mach-Zehnder est présenté. Un état de l'art sur les modulateurs à base de ces matériaux est aussi présenté dans ce chapitre. Un comparatif des propriétés principales de ces divers matériaux électro-optiques et de celle des modulateurs de type Mach-Zehnder en étant issus est présenté.

## **Chapitre II - Les polymères électro-optiques : généralités, mise en forme, orientation et caractérisation.**

Après la présentation des notions nécessaires à la définition des caractéristiques de base des polymères électro-optiques ainsi que leur mise en œuvre, nous détaillons les différents supports théoriques et bancs de caractérisation qui nous permettront, dans le chapitre suivant, de déterminer les caractéristiques tant électro-optiques que microondes requises pour la conception d'un modulateur à base de ces matériaux.

### ***II. 1 - Structure des polymères électro-optiques***

Les polymères sont des matériaux électro-optiquement neutres. L'insertion de molécules dipolaires, que sont les chromophores, permet de leur conférer potentiellement un caractère électro-optique. En effet, les chromophores, lorsqu'ils sont dispersés dans la matrice polymérique, ont une orientation aléatoire ; macroscopiquement le matériau n'a alors pas de caractère électro-optique particulièrement affirmé. Afin de le lui procurer, il faut briser la centrosymétrie de l'ensemble en créant un alignement préférentiel, selon un axe particulier, des chromophores dans la matrice [50]. Cette opération d'orientation des chromophores est encore communément appelée « poling » (dénomination anglo-saxonne). Avant de décrire le processus d'orientation à proprement parler, il est important de comprendre la nature du chromophore et de savoir comment il peut être intégré dans des films polymériques.

#### **II. 1. 1 - La matrice polymérique**

Avant de s'intéresser aux chromophores, nous allons parler de la matrice d'accueil de ces derniers. Le choix est effectué sur plusieurs critères. Ces polymères hôtes doivent d'abord présenter un bon contraste d'indice avec les matériaux polymériques de gaines. Ils doivent aussi présenter une bonne transparence aux longueurs d'ondes des télécommunications optiques (1320 et 1550 nm). Chaque polymère est aussi caractérisé par sa température de transition vitreuse (température à laquelle il passe de l'état solide à l'état visqueux). Une température de transition vitreuse élevée permet potentiellement d'améliorer la tenue en température de l'effet électro-optique des mélanges polymères hôtes/chromophores. Il doit par ailleurs être compatible avec les solvants des chromophores utilisés.

## II. 1. 2 - Les chromophores

### II. 1. 2. 1 - Structure du chromophore

Pour induire l'effet électro-optique, l'incorporation dans le polymère de molécules à fort moment dipolaire, c'est-à-dire ayant une grande facilité de transfert de charges entre leurs extrémités, est nécessaire. Ces molécules sont communément appelés chromophores car ils absorbent sélectivement une partie du spectre optique et présentent ainsi une couleur qui leur est spécifique. Ces chromophores sont constitués du donneur (D) (partie du groupement moléculaire excédentaire en électrons), de l'accepteur (A) (partie du groupement moléculaire déficitaire en électrons) et enfin d'un réseau  $\pi$ -conjugué (ou espaceur) qui facilite le transit des électrons du donneur vers l'accepteur (Figure 15). La présence alternée de la simple liaison et de la double liaison, dans l'ossature du réseau  $\pi$ -conjugué, lui confère un caractère électriquement conducteur [51].



Figure 15 - Structure du chromophore.

Pour accroître les effets électro-optiques, l'augmentation de l'hyperpolarisabilité des chromophores est nécessaire. Pour la conception des chromophores, le modèle à deux niveaux proposés par Oudar et Chemla est utilisé [52] :

$$\beta = \frac{(\mu_{ee} - \mu_{gg})(\mu_{ge})^2}{(E_{ge})^2} \quad (\text{II - 1})$$

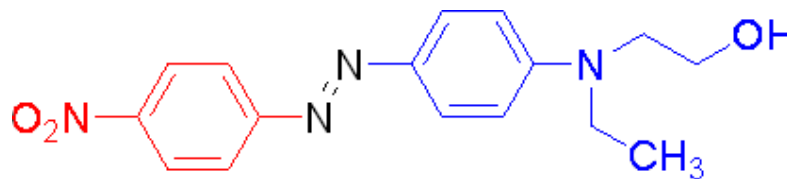
Avec  $\beta$  qui représente l'hyperpolarisabilité de la molécule,  $(\mu_{ee} - \mu_{gg})$  la différence de moment dipolaire entre l'état fondamental et l'état excité,  $\mu_{ge}$  le moment dipolaire de transition qui dépend directement de la probabilité de passer de l'état fondamental à l'état excité et enfin  $E_{ge}$  la différence d'énergie entre l'état fondamental et l'état excité.

Pour augmenter le potentiel du moment dipolaire des chromophores, il est possible d'augmenter la longueur de la conjugaison  $\pi$  afin de faciliter le transit électronique entre

donneurs et accepteurs, de créer des donneurs libérant plus aisément des électrons [53]-[57]. Mais l'augmentation du moment dipolaire va aussi créer une plus grande probabilité d'agrégation des chromophores avec l'augmentation de leur nombre dans la matrice [58]. Le principal désagrément est la diminution de l'efficacité de l'opération d'orientation. D'où la nécessité de trouver un équilibre entre forte hyperpolarisabilité de la molécule et la concentration dans la matrice afin d'éviter une perte de l'effet électro-optique au niveau macroscopique. Le  $\mu\beta$  permet de mesurer le potentiel non-linéaire intrinsèque d'un chromophore. Plus cette valeur est élevée, plus le coefficient électro-optique  $r_{33}$  sera élevé.

### II. 1. 2. 2 - *Le chromophore DR1*

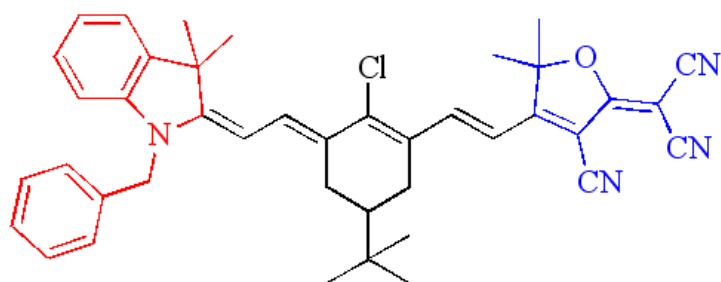
Le chromophore, désormais commercial, Dispersed Red One (DR1) est actuellement le chromophore le plus largement utilisé [59]-[60]. Le donneur est un groupement aniline, l'espaceur est un pont diazo et l'accepteur est le groupement nitrobenzène. Il est souvent étudié dispersé dans une matrice de PMMA (PolyMethyl MethAcrylate) ou rattaché à la chaîne polymérique [61]-[63]. Les films de polymère PMMA/DR1 ont une température de transition vitreuse de 85°C. Ils présentent des coefficients électro-optiques de 13,5 pm/V à 1064 nm et de 12,4 pm/V à 1320 nm [64]. L'orientation de ce composé est peu stable thermiquement à cause de la relaxation qui intervient après cette dernière. En liant chimiquement le chromophore à la chaîne polymérique, la stabilité dans le temps est augmentée. La Figure 16 est la représentation de la structure moléculaire du chromophore DR1.



**Figure 16 - Structure du chromophore DR1 : accepteur en bleu, espaceur en noir et donneur en rouge.**

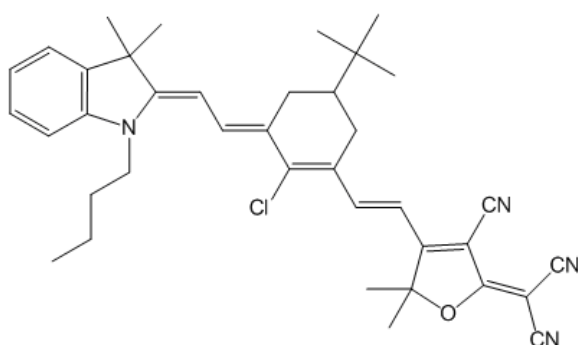
### II. 1. 2. 3 - *Le chromophore CPO-1*

Le chromophore CPO-1 (Figure 17) est un chromophore développé au sein du projet ModPol et plus particulièrement par les partenaires de l'ENS de Lyon [65]. L'accepteur est le TCF (2-dicyanomethylene-3-cyano-4,5,5-trimethyl-2,5-dihydrofuran) [66]. L'espaceur est le 2-chloro-1-formyl-3-hydroxyméthylencyclohexène [67]. Le  $\mu\beta$  de ce chromophore, à 1,9  $\mu\text{m}$ , est de  $30000 \times 10^{-48}$  esu.



**Figure 17 - Structure du chromophore CPO-1 : accepteur en bleu, espaceur en noir et donneur en rouge.**

Ce chromophore a évolué tout au long du projet ModPol et le chromophore avec lequel on a travaillé présente une structure légèrement différente. A la Figure 18, on présente la structure moléculaire du composé utilisé.



**Figure 18 - Structure du chromophore CPO-1 utilisé pour toutes les opérations d'orientation.**

#### **II. 1. 2. 4 - Comparatif de performance de quelques chromophores**

Le Tableau 3 donne les performances comparées de quelques chromophores. Le DR1 et le CPO-1 seront les chromophores utilisés durant ce travail. Les autres sont issus de travaux reportés dans la littérature ; ces chromophores sont toujours issus de travaux spécifiques et restent propriétaires.

<b>Chromophore</b>	<b><math>\mu\beta</math></b>	<b>Longueur d'onde</b>
CPO-1	$30000 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$
TCVT (accepteur TriCyanoVynilTiophene) [68]	$3750 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$
1-(4'-diethylaminophenylthienyl)-1,2,2-tricyanoethylene [68]	$6200 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$
TMC-3 [69]	$488000 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$
CLD [69]	$35000 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$
DR1 [70]	$450 \times 10^{-48}$ esu	1,9 $\mu\text{m}$

**Tableau 3 -  $\mu\beta$  de quelques chromophores mesurées à 1,9  $\mu\text{m}$ .**

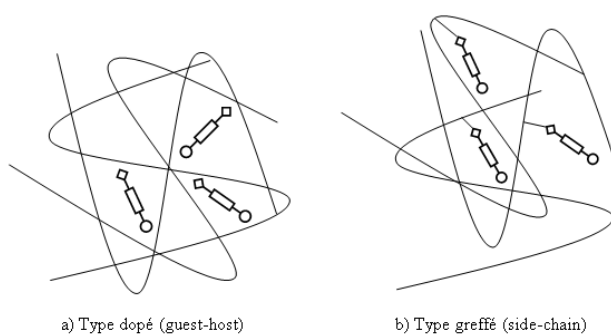
A noter que le chromophore CPO-1 présente un  $\mu\beta$  du même ordre de grandeur que celui du CLD (chromophore synthétisé par l'équipe de Dalton et utilisé dans plusieurs de leurs réalisations de modulateurs). Le chromophore CPO-1 figure parmi les chromophores (présentés dans le tableau ci-dessus) les plus performants (à l'exception du TMC-3).

### II. 1. 3 - Configuration des systèmes électro-optiques

Le chromophore est inséré au sein d'un polymère amorphe, qui implicitement, doit présenter une bonne transparence dans la gamme de longueurs d'ondes de fonctionnement du futur composant à réaliser. La performance du polymère électro-optique est alors liée tant aux propriétés du chromophore qu'à celle du polymère utilisé comme matrice [71]. Les principales méthodes de réalisation de polymères électro-optiques sont : la dispersion dans une matrice hôte (type hôte/invité) [72]-[73] et le greffage chimique [74]-[75].

#### II. 1. 3. 1 - Polymères de type hôte/invité

C'est la méthode la plus simple de mise en œuvre de polymères électro-optiques. La nomenclature anglo-saxonne pour ce type de polymère est « guest/host polymer ». Les deux composants, matrice polymère et chromophore, sont solubilisés dans le solvant adéquat.



**Figure 19 - Structure des polymères électro-optiques: a) hôte/invité b) greffé.**

Le mélange (cf. Figure 19 a)) ainsi obtenu est utilisé pour la réalisation de films polymériques. Du fait que les chromophores et le polymère ne sont pas liés chimiquement, l'orientation des chromophores est beaucoup plus affectée par l'agitation thermique. Ce qui rend l'effet électro-optique à la fois peu stable dans le temps et sensible à la température (relaxation de l'orientation avec montée en température). Le fait de doper le polymère va aussi diminuer sa température de transition vitreuse [72]. Cette méthode est aussi limitée en termes de concentration de chromophores dans la matrice polymérique. Plus la concentration de chromophore est élevée, plus il y a de risque d'agréments de ces derniers par influence



mutuelle électrostatique (alignement antiparallèle). Cela entraîne une diminution des effets électro-optiques macroscopiques [76].

### ***II. 1. 3. 2 - Polymères greffés***

Le chromophore est lié chimiquement à la chaîne polymérique (cf. Figure 19 b)). La nomenclature anglo-saxonne pour ce type de polymère est « side-chain polymer ». Cela permet d'améliorer la tenue en température du polymère électro-optique [77] (moins grande mobilité des chromophores au sein de la matrice). Cette méthode de réalisation permet d'obtenir une concentration plus élevée de chromophores dans la matrice utilisée, les risques d'alignement en antiparallèle des chromophores sont réduits. Néanmoins, elle nécessite la modification de la formulation du chromophore de manière à lui adjoindre des molécules permettant son « accroche » sur les chaînes polymériques.

## **II. 1. 4 - Réalisation des films de polymères**

Les polymères électro-optiques, identiquement aux polymères « passifs », afin d'être utilisés pour la réalisation de composants d'optique intégrée, doivent être mis en forme généralement sous forme de films d'épaisseur constante et contrôlée sur l'ensemble d'un substrat hôte (silice, silicium, ...). Les principales méthodes de réalisation de films de polymères électro-optiques sont : par trempage (« dip-coating »), par centrifugation (« spin-coating ») et par la méthode Langmuir-Blodgett.

### ***II. 1. 4. 1 - Trempage (« dip-coating »)***

Cette méthode consiste à tremper le substrat hôte dans une solution de polymère (électro-optique ou non) et de le retirer graduellement afin de permettre l'évaporation du solvant. Lorsque les conditions de viscosité de la solution, durée de trempage et de température sont parfaitement optimisées, on obtient des films homogènes mais minces (quelques centaines de nanomètres au maximum). La répétition successive de l'opération élémentaire de trempage permet d'obtenir des films d'épaisseur plus importante compatible avec les applications en optique intégrée. Mais une optimisation particulière, et bien souvent délicate, doit être faite pour éviter la dissolution des films précédents déposés et minimiser les défauts d'interface entre les différents films qui seront autant de centres de diffusion, donc sources de pertes optiques. C'est, par ailleurs, une méthode très gourmande en matériau ; le contenant du polymère doit être assez grand pour pouvoir y introduire entièrement le substrat. A noter que cette technique est bien adaptée aux substrats hôtes de forme rectangulaire et qu'implicitement elle est double-face.

#### ***II. 1. 4. 2 - Centrifugation («spin-coating »)***

C'est une méthode très utilisée en microélectronique pour dispenser la résine photosensible en surface des tranches de semi-conducteurs : quelques gouttes du polymère en solution sont déposées sur un substrat qui est mis en rotation rapide, la force de centrifugation va permettre l'étalement du polymère. L'accélération, la vitesse de rotation ainsi que la concentration de la solution de polymère vont influencer sur l'épaisseur et l'homogénéité du film obtenu. En optimisant ces paramètres, on peut directement obtenir des épaisseurs de l'ordre de quelques micromètres. Dans certains cas, un double (voire un triple dépôt) est nécessaire pour obtenir l'épaisseur nécessaire aux applications en optique intégrée et la même problématique, que celle mentionnée pour la méthode par trempage, apparaît alors, mais à moindre mesure. A noter que cette technique est particulièrement adaptée aux substrats hôtes de forme circulaire. La formation éventuelle de « bourrelets » de polymère en périphérie du substrat hôte, si elle s'avère gênante pour la suite du procédé de fabrication, peut être supprimée par un détournage aux solvants en fin de procédé de dépôt.

#### ***II. 1. 4. 3 - Méthode Langmuir-Blodgett***

Cette méthode permet de déposer directement sur le substrat les chromophores sans avoir recours à une matrice hôte. Cela permet de créer directement la non-centrosymétrie dans le film, d'où l'absence de procédé externe pour l'orientation des chromophores. Ceci permet d'éviter des dégradations des films lors de l'orientation par procédés de « poling ». Elle permet un contrôle au niveau moléculaire. Il est possible d'accroître le coefficient électro-optique en réalisant des structures multicouches [78]. Même en réalisant des structures multicouches, l'épaisseur qui peut être obtenue par cette méthode se révèle relativement faible (de l'ordre de quelques centaines de nanomètres et parfois de l'ordre du micromètre). Ces faibles épaisseurs pénalisent l'utilisation de cette méthode pour la réalisation d'un composant.

La reproductibilité, la facilité de transfert en milieu industriel et la vitesse de réalisation de la méthode de dépôt par centrifugation, nous ont fait préférer cette technique aux autres pour la fabrication des différents films de matériaux polymères utilisés dans ce travail.

## ***II. 2 - Les méthodes d'orientation des chromophores***

Après la réalisation des films de polymères électro-optiques et comme nous l'avons vu en début de chapitre, il est nécessaire d'en orienter les chromophores afin de créer et de maximiser l'effet électro-optique macroscopique. Par abus de langage, on parle d'orientation

(ou encore « poling ») des polymères électro-optiques alors que seuls les chromophores sont orientés. Les méthodes d'orientation des chromophores utilisées sont les suivantes : photo-assistée [79]-[80], par effet Corona [81]-[82] et par électrodes de contact [83]-[84].

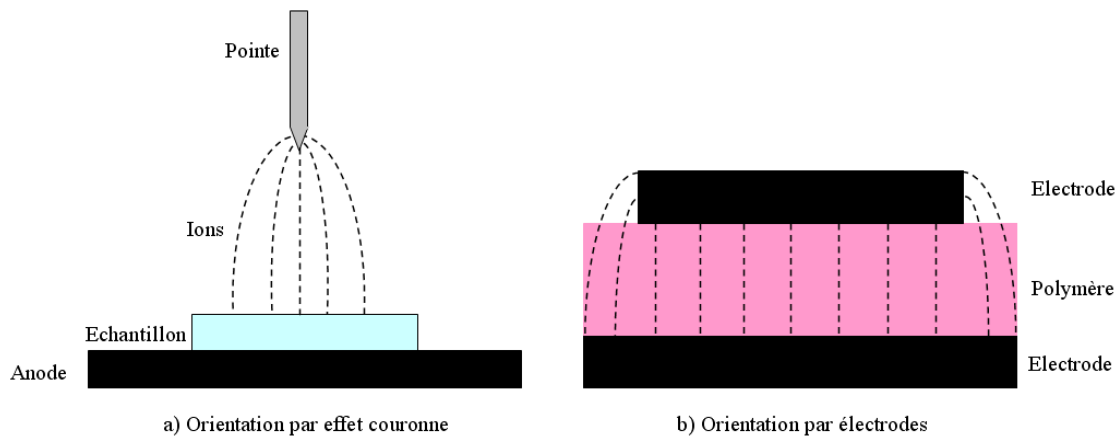
Pour des raisons de commodité, l'orientation des chromophores se fait à l'aide d'un champ électrique appliqué perpendiculairement au substrat. Le champ électrique de modulation devra être aussi appliqué perpendiculairement au substrat. Ceci a pour conséquence que l'électrode de commande est en configuration microruban. Le champ lumineux doit aussi être orienté perpendiculairement au substrat afin d'exploiter au maximum le coefficient électro-optique  $r_{33}$  des polymères actifs. C'est donc avec un faisceau incident de polarisation TM que les modulateurs à base de matériau polymère électro-optique auront une efficacité de modulation optimale.

### **II. 2. 1 - L'orientation photo-assistée**

L'orientation photo-assistée permet de casser la centrosymétrie au sein du film à l'aide de l'interférence d'un faisceau fondamental de pulsation  $\omega$  et d'un faisceau de second harmonique de pulsation  $2\omega$ . Elle conduit à une orientation sélective par excitation des chromophores par simultanément les processus d'absorption à un et deux photons [85]. Ce procédé permet une orientation spatialement très sélective (zone d'orientation limitée à la zone d'interférence des deux faisceaux fondamental et de second harmonique) et ne nécessite aucune électrode sur l'échantillon. Du fait de la faible étendue de la zone de « poling », cette technique est peu adaptée en vue de la réalisation d'un composant complet.

### **II. 2. 2 - L'orientation par effet Corona**

L'orientation par effet Corona est une méthode d'orientation des chromophores thermo-assistée sous fort champ électrique. Afin de permettre l'orientation préférentielle des chromophores au sein de la matrice polymérique, il est nécessaire de porter l'échantillon à une température proche de la température de transition vitreuse du polymère électro-optique. Cela permet d'augmenter la mobilité des molécules dipolaires et ainsi de faciliter leur alignement suivant les lignes du champ électrique.



**Figure 20 - Méthodes thermiques d'orientation des chromophores. a) par effet Corona b) par électrodes de contact.**

Pour générer le champ électrique nécessaire à l'ionisation du milieu dans lequel est placé l'échantillon, une pointe ou un fil de fort rayon de courbure est placé à proximité de cet échantillon (Figure 20 a)). L'application de haute tension sur cette pointe (ou ce fil) va créer le champ nécessaire à l'ionisation du milieu. Les ions vont migrer vers l'échantillon, s'accumuler à la surface de ce dernier et générer le champ électrique nécessaire à l'orientation des chromophores au sein de la matrice polymérique.

### II. 2. 3 - L'orientation par électrodes de contact

L'orientation par électrodes de contact, identiquement à la méthode utilisant l'effet Corona, associe température et fort champ électrique. Cette méthode permet d'éviter une étape technologique supplémentaire (après l'orientation par effet Corona, il est nécessaire de réaliser une contre-électrode sur l'échantillon afin de pouvoir en mesurer l'effet électro-optique généré). En utilisant une contre-électrode réalisée à partir d'un matériau conducteur transparent tel l'ITO (indium tin oxyde encore connue sous l'appellation francophone oxyde d'indium dopé à l'étain) ou le ZnO (oxyde de zinc) pour l'étape d'orientation des chromophores par électrodes de contact, cela permet de ne réaliser que la contre électrode métallique. De ce fait l'échantillon pourra être réutilisé directement pour la mesure du coefficient électro-optique par la méthode simple réflexion. Le film à orienter est pris en sandwich entre deux électrodes (Figure 20 b)). La tension appliquée aux bornes des électrodes va générer le champ nécessaire à l'opération d'orientation.

Les tensions nécessaires à appliquer à l'échantillon sont ici moins élevées que celles utilisées par la méthode Corona, le matériau à orienter étant directement soumis à la tension d'orientation. Cette méthode nécessite des films de bonne qualité afin d'éliminer les

probabilités d'apparition de courts-circuits pouvant rendre impossible toute tentative d'orientation.

#### **II. 2. 4 - Suivi in-situ par génération de second harmonique**

Afin de paramétrer le processus d'orientation de chaque polymère électro-optique, un processus de suivi in-situ de ce phénomène est mis en place. Il est basé sur le processus de génération de second harmonique inhérent au processus d'orientation des chromophores et permettant alors de suivre l'alignement de ces derniers en temps réel [86].

### ***II. 3 - Caractérisation des propriétés électro-optiques des polymères électro-optiques***

#### **II. 3. 1 - Mesure du coefficient électro-optique**

Une fois les chromophores du polymère orientés, il faut mesurer le coefficient électro-optique  $r_{33}$  du matériau ainsi préparé afin de valider la qualité de l'orientation et aussi de pouvoir utiliser cette valeur pour le dimensionnement du composant. Les principales méthodes de mesure des coefficients électro-optiques sont la mesure par interférométrie double fente [87], la mesure par ATR (Attenuated Total Reflection) [88], la mesure par interférométrie double faisceau [89], la mesure par cavité Fabry-Pérot [90] et la méthode par simple réflexion [91]-[92]. Nous détaillons ici cette dernière qui correspond à celle utilisée dans le cadre de ce travail, quelques détails sur les autres méthodes peuvent être trouvés en Annexe A - .

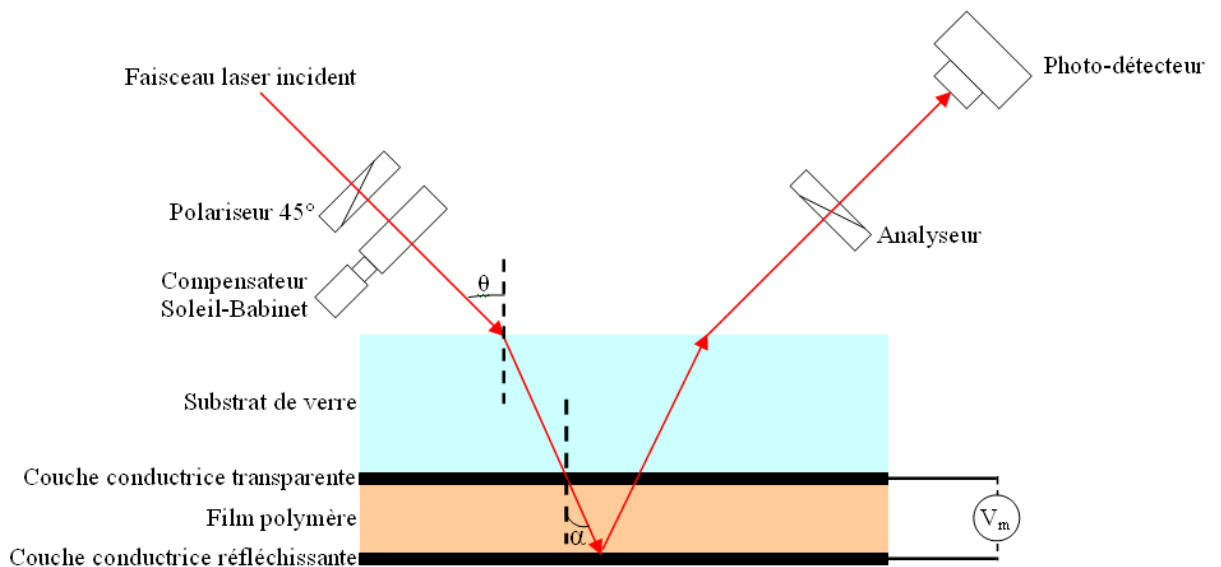
Schildkraut [91] a proposé une méthode de mesure du coefficient électro-optique par simple réflexion des polymères électro-optique. Elle est basée sur la mesure de la différence de phase, induite par le champ électrique, entre les composantes orthogonales du faisceau incident. Cette méthode nécessite de connaître très précisément l'épaisseur du film de polymère ainsi que son indice de réfraction, ce qui n'est pas toujours aisé à déterminer.

Quasi-simultanément, Teng et Man [92] proposèrent une autre méthode toujours basée sur un procédé de simple réflexion. Le principal attrait de cette méthode est que l'épaisseur de la couche à caractériser n'intervient pas dans la détermination du coefficient électro-optique. Deux hypothèses ont été faites par les auteurs afin d'obtenir une expression algébrique pour le calcul du coefficient :

Seul le faisceau ayant traversé la couche de polymère, puis été réfléchi est pris en compte. Tous les autres faisceaux réfléchis sont négligeables..

$r_{33} = 3r_{13}$  à cause de la considération de symétrie, la molécule du chromophore étant plane.

L'échantillon qui servira à cette mesure est constitué par le polymère à caractériser pris en sandwich entre une couche conductrice réfléchissante et une couche conductrice transparente. Le tout posé sur un substrat de verre afin d'assurer la tenue mécanique. Le principe de cette mesure est assez simple. Un faisceau de lumière rectilignement polarisée est envoyé sur l'échantillon avec un certain angle d'incidence. Ce faisceau va traverser la couche de polymère et sera réfléchi par l'électrode inférieure réfléchissante. L'anisotropie du polymère va induire un changement d'état de la polarisation de la lumière. Un compensateur Soleil-Babinet est utilisé afin d'annuler ce changement d'état. Seule la variation de polarisation due à la modulation électro-optique nous intéresse. On obtient cette modulation en appliquant une tension aux bornes des deux couches conductrices qui servent d'électrodes. Cette modulation de polarisation est transformée en modulation d'amplitude par l'analyseur placé juste avant le photodétecteur.



**Figure 21 - Schéma synoptique de la mesure du coefficient électro-optique  $r_{33}$  par simple réflexion proposée par Teng et Man.**

La Figure 21 présente un schéma de principe de la mesure par simple réflexion de Teng et Man. C'est un modulateur de phase situé entre deux polariseurs croisés. Le faisceau lumineux incident est linéairement polarisé, son champ lumineux est à  $45^\circ$  avec le plan d'incidence. Le compensateur Soleil-Babinet est réglé de façon à pouvoir annuler le

déphasage dû à la biréfringence engendrée lors de la traversée de l'échantillon par le faisceau de lumière polarisée.

Le photodétecteur mesure l'intensité  $I_o$ . Cette intensité est fonction de l'intensité maximale  $2I_c$  et du déphasage  $\varphi$  entre les deux composantes transverses de l'onde optique dû à l'effet électro-optique :

$$I_o = 2I_c \sin^2 \frac{\varphi}{2} \quad (\text{II - 2})$$

L'application d'une tension  $V$  de modulation va faire varier les indices ordinaire  $n_o$  et extraordinaire  $n_e$  du matériau par effet électro-optique. La variation de la différence entre les indices  $n_o$  et  $n_e$  va entraîner une variation de la polarisation du faisceau réfléchi. Afin de pouvoir analyser cette modulation de polarisation, il faut tenir compte du chemin optique parcouru par la lumière dans l'échantillon.

Le trajet  $s$  parcouru par le rayon lumineux dans la couche de polymère dépend de l'épaisseur  $d$  de cette dernière, de l'angle d'incidence  $\theta$  et aussi de son indice optique. Son expression est donnée par la relation suivante :

$$s = \frac{2d}{\cos \alpha} = \frac{2d}{\left(1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2}\right)^{1/2}} \quad \text{avec} \quad \sin \theta = n \sin \alpha \quad (\text{II - 3})$$

Où  $n$  est l'indice de réfraction du matériau en cours de caractérisation tout en sachant que l'on doit prendre des valeurs différentes suivant la composante du champ lumineux considérée.

Pour une variation de l'indice optique, on a une variation du trajet de la lumière donnée par l'expression suivante :

$$\frac{\partial s}{\partial n} = \frac{-2d \sin^2 \theta}{n^3 \left(1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2}\right)^{3/2}} \quad (\text{II - 4})$$

En utilisant l'expression de  $s$  (II - 3), l'équation (II - 4) devient :

$$\frac{\partial s}{\partial n} = \frac{-\sin^2 \theta}{n^3 \left(1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2}\right)} s \quad (\text{II - 5})$$

Le faisceau lumineux subit un déphasage lors de son parcours dans le matériau à caractériser exprimée par  $\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} sn$  avec  $\lambda$  la longueur d'onde. Une variation de l'indice optique entraîne alors une variation de ce déphasage.

$$d\varphi = \frac{2\pi}{\lambda}(s dn + n ds) = \frac{2\pi}{\lambda} \left( 1 + \frac{ds}{dn} \cdot \frac{n}{s} \right) s dn = \frac{2\pi}{\lambda} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right)} \right) s dn \quad (\text{II - 6})$$

Du fait de l'anisotropie du polymère, les composantes perpendiculaire  $E_{\perp}$  et parallèle  $E_{\parallel}$  au plan d'incidence du champ lumineux voient, pour l'une l'indice ordinaire  $n_o$  et, pour l'autre, l'indice  $n_{\parallel} = f(\alpha, n_o, n_e)$  du polymère. En considérant que le polymère présente une biréfringence induite par l'orientation avec un champ électrique de direction perpendiculaire à la couche de polymère et dont l'axe optique  $z$  est dans la même direction que le champ d'orientation, il faut donc exprimer ces deux composantes du déphasage en utilisant l'équation (II - 6).

La composante perpendiculaire se trouve dans le même plan que celui du film. La variation de son indice est donnée par  $dn_{\perp} = -\frac{1}{2} n_o^3 r_{13} \frac{V}{d}$  avec  $V$  la tension appliquée pour induire l'effet électro-optique dans le polymère et  $d$  l'épaisseur de la couche de polymère. La variation de sa phase induite par effet électro-optique peut alors s'écrire :

$$d\varphi_{\perp} = -\frac{\pi V}{\lambda d} \frac{2d}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2} \right)^{1/2}} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2} \right)} \right) n_o^3 r_{13} \quad (\text{II - 7})$$

La composante parallèle  $E_{\parallel}$  voit un indice  $n_{\parallel}$  donné par l'ellipsoïde des indices.

$$\frac{\cos^2 \alpha}{n_o^2} + \frac{\sin^2 \alpha}{n_e^2} = \frac{1}{n_{\parallel}^2} \Rightarrow n_{\parallel} = \sqrt{n_o^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right) + \sin^2 \theta} \quad (\text{II - 8})$$

L'application d'un champ électrique entraîne une petite variation de ces indices ordinaire et extraordinaire du matériau :  $dn_o = -\frac{1}{2} n_o^3 r_{13} \frac{V}{d}$  et  $dn_e = -\frac{1}{2} n_e^3 r_{33} \frac{V}{d}$  avec  $V$  étant la tension appliquée. Il en résulte une variation de l'indice optique  $n_{\parallel}$ .

$$dn_{\parallel} = \frac{\partial n_{\parallel}}{\partial n_o} dn_o + \frac{\partial n_{\parallel}}{\partial n_e} dn_e$$



$$dn_{//} = -\frac{V}{2d} \frac{n_o^2}{n_{//}} \left( r_{13} n_o^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right) + r_{33} \sin^2 \theta \right) \quad (\text{II - 9})$$

L'utilisation de l'hypothèse de Teng et Man (sur le rapport entre les deux coefficients électro-optiques  $r_{33} = 3r_{13}$ ) permet de transformer ainsi l'équation (II - 9) :

$$\begin{aligned} dn_{//} &= -\frac{V}{2d} \frac{n_o^2}{n_{//}} \left( \frac{r_{33}}{3} n_o^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right) + r_{33} \sin^2 \theta \right) \\ dn_{//} &= -\frac{V}{6d} n_o^2 r_{33} \frac{1}{n_{//}} (n_{//}^2 + 2 \sin^2 \theta) \end{aligned} \quad (\text{II - 10})$$

L'équation (II - 8) a permis d'aboutir à la dernière expression (II - 10).

A partir de (II - 3) et à l'aide de (II - 8) la longueur du trajet parcouru par la composante parallèle  $E_{//}$  dans la couche de polymère est donnée par l'expression suivante :

$$s_{//} = \frac{2d}{\cos \alpha} \Rightarrow s_{//} = \frac{2dn_{//}}{n_o \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right)^{1/2}} \quad (\text{II - 11})$$

La variation de phase de la composante parallèle induite par l'effet électro-optique s'établit à partir des équations (II - 6), (II - 10) et (II - 11). D'où :

$$\begin{aligned} d\varphi_{//} &= \frac{2\pi}{\lambda} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2} \right)} \right) dn_{//} s_{//} \\ d\varphi_{//} &= \frac{2\pi}{\lambda} \frac{1}{n_{//}} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2} \right)} \right) \frac{2dn_{//}}{n_o \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right)^{1/2}} \left[ -\frac{V}{6d} n_o^2 r_{33} (n_{//}^2 + 2 \sin^2 \theta) \right] \\ d\varphi_{//} &= -\frac{2\pi V}{3\lambda} n_o r_{33} \left[ 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2} \right)} \right] \frac{1}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right)^{1/2}} (n_{//}^2 + 2 \sin^2 \theta) \end{aligned} \quad (\text{II - 12})$$

L'expression du déphasage entre les composantes parallèle et perpendiculaire est égale à la différence entre les variations de leurs phases respectives (équations (II - 7) et (II - 12)) :

$$d\varphi = d\varphi_{//} - d\varphi_{\perp}$$

$$\begin{aligned}
d\varphi = & -\frac{2\pi V}{3\lambda} n_o r_{33} \left[ 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_{//}^2} \right)} \right] \frac{1}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \right)^{1/2}} (n_{//}^2 + 2 \sin^2 \theta) \\
& + \frac{\pi V}{\lambda d} \frac{2d}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2} \right)^{1/2}} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n_o^2} \right)} \right) n_o^3 r_{13}
\end{aligned} \tag{II - 13}$$

En supposant la biréfringence du polymère négligeable c'est-à-dire que les indices ordinaire et extraordinaire sont égaux. D'où  $n \approx n_o \approx n_e$ . L'équation (II - 8) devient :

$$\begin{aligned}
n_{//} &= \sqrt{n^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right) + \sin^2 \theta} \\
n_{//} &= n
\end{aligned} \tag{II - 14}$$

L'équation (II - 13) devient alors :

$$\begin{aligned}
d\varphi = & -\frac{2\pi V}{3\lambda} n r_{33} \left[ 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right)} \right] \frac{1}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right)^{1/2}} (n^2 + 2 \sin^2 \theta) \\
& + \frac{2\pi V}{3\lambda} \frac{1}{\left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right)^{1/2}} \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2 \left( 1 - \frac{\sin^2 \theta}{n^2} \right)} \right) n^3 r_{33} \\
d\varphi = & -\frac{4\pi V}{3\lambda} n^2 r_{33} \frac{n^2 - 2 \sin^2 \theta}{(n^2 - \sin^2 \theta)^{3/2}} \sin^2 \theta
\end{aligned} \tag{II - 15}$$

La biréfringence étant considérée comme négligeable, le déphasage total  $\varphi = \varphi_o + d\varphi$  se réduit alors à  $\varphi = d\varphi$  au niveau du détecteur et est égal à celui engendré par effet électro-optique par une tension sinusoïdale de forme  $V = V_m \sin \omega_m t$ . L'intensité  $I_m$  de cette tension de modulation engendre un déphasage  $\Gamma_m$ . Les équations (II - 2) et (II - 15) deviennent alors :

$$I_m = 2I_c \sin^2 \frac{\Gamma_m}{2} \Rightarrow \Gamma_m = \frac{I_m}{I_c} = \frac{4\pi V_m}{3\lambda} n^2 r_{33} \frac{n^2 - 2 \sin^2 \theta}{(n^2 - \sin^2 \theta)^{3/2}} \sin^2 \theta \tag{II - 16}$$

On obtient alors une équation qui permet de calculer  $r_{33}$  en fonction des autres paramètres. Et cette équation ne dépend pas de l'épaisseur  $d$  de la couche de polymère.

$$r_{33} = \frac{3\lambda I_m}{4\pi V_m I_c n^2} \left[ \frac{(n^2 - \sin^2 \theta)^{3/2}}{n^2 - 2 \sin^2 \theta} \right] \frac{1}{\sin^2 \theta} \quad (\text{II - 17})$$

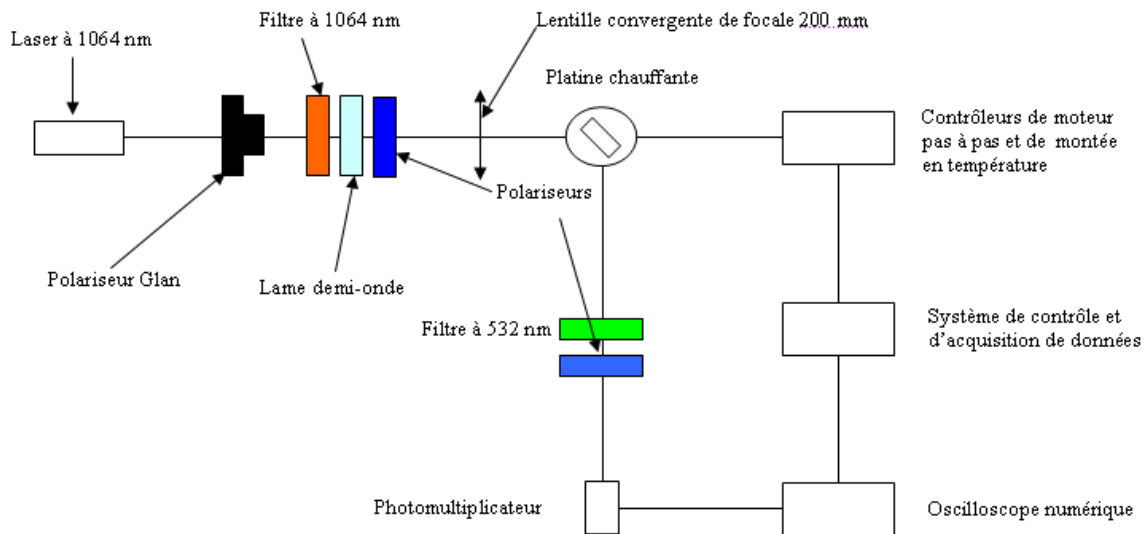
$\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau incident dans le vide,  $n$  l'indice optique du polymère,  $\theta$  l'angle d'incidence du faisceau lumineux,  $V_m$  l'amplitude du signal de modulation appliquée à l'échantillon,  $I_c$  la demi-intensité maximale mesurée et  $I_m$  l'intensité modulée mesurée. Ce qui est remarquable avec équation, c'est que le coefficient électro-optique  $r_{33}$  ne dépend pas de l'épaisseur  $d$  de la couche de polymère. Ceci s'explique par le fait qu'avec une tension de modulation donnée, le champ électrique, donc l'effet électro-optique est d'autant plus prononcé que l'épaisseur de la couche de polymère est faible d'un côté. Mais d'un autre côté, le déphasage est proportionnel à l'épaisseur de la couche de polymère traversée. Comme l'épaisseur agit en sens inverse à travers les deux paramètres antagonistes, son effet sur le déphasage est donc nul. Cette méthode de mesure peut être entachée d'erreur car on ne prend en compte que l'apport du faisceau ne subissant qu'une réflexion au niveau de l'électrode réfléchissante. Il a été montré que le fait de négliger les réflexions multiples au sein de la cellule de mesure peut induire des erreurs quant à la détermination du coefficient électro-optique [93].

Cette méthode de mesure du coefficient électro-optique est retenue dans le cadre de la thèse du fait de sa simplicité. Au laboratoire, on dispose d'un banc pour effectuer ce type de mesure.

### **II. 3. 2 - Banc expérimental pour l'orientation des chromophores**

Dans cette section du document, le banc expérimental utilisé ainsi que le protocole mis en place pour en réaliser l'orientation sont décrits.

Pour orienter les chromophores, le choix s'est porté dans un premier temps sur la technique utilisant l'effet Corona. Un suivi en temps réel avec la génération de seconde harmonique en configuration réflexion y a été associé. Dans un second temps, nous verrons que le banc a été modifié de manière à utiliser la méthode d'orientation par électrode de contact.

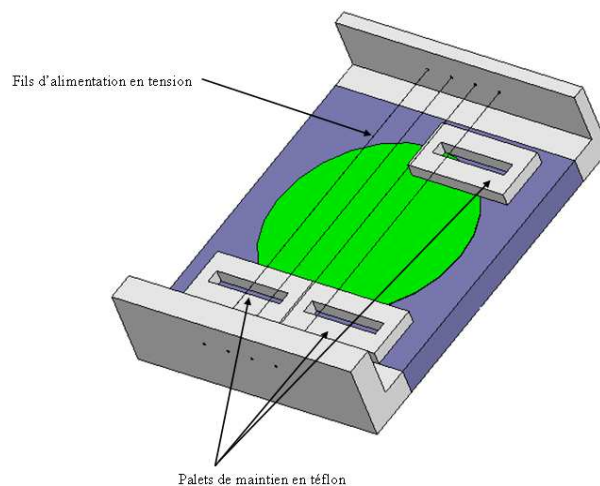


**Figure 22 - Banc d'orientation couplé avec acquisition SHG en temps réel.**

Pour le suivi en temps réel par l'observation du signal de second harmonique, le faisceau fondamental, de longueur d'onde 1064 nm, est généré par un laser impulsif. La durée d'une impulsion est inférieure à 2 ns et il est capable de délivrer une puissance maximale de 15  $\mu$ J. La platine, sur laquelle est monté le dispositif de poling, est orientée à 45° par rapport à l'axe du faisceau incident. Un polariseur Glan et une lame demi-onde sont placés avant l'échantillon afin de pouvoir moduler la puissance du laser qui va illuminer l'échantillon. Sur l'axe de la normale au faisceau incident est placé un photodétecteur pour recueillir l'intensité du faisceau de second harmonique. Afin d'éviter de recueillir une intensité provenant du faisceau fondamental, un filtre centré sur 532 nm est placé en amont du photodétecteur (photomultiplicateur). Deux polariseurs sont placés avant et après l'échantillon. Ils permettent de s'assurer que la polarisation tant du faisceau fondamental, à la surface de l'échantillon, que du faisceau de second harmonique, à la surface de la zone sensible du photodétecteur, soit orienté suivant l'axe optique du polymère, donc parallèle au champ électrique d'orientation. Dans le but d'obtenir un maximum d'intensité lumineuse sur l'échantillon, le faisceau est focalisé au moyen d'une lentille convexe de focale de 20 cm placée avant l'échantillon.

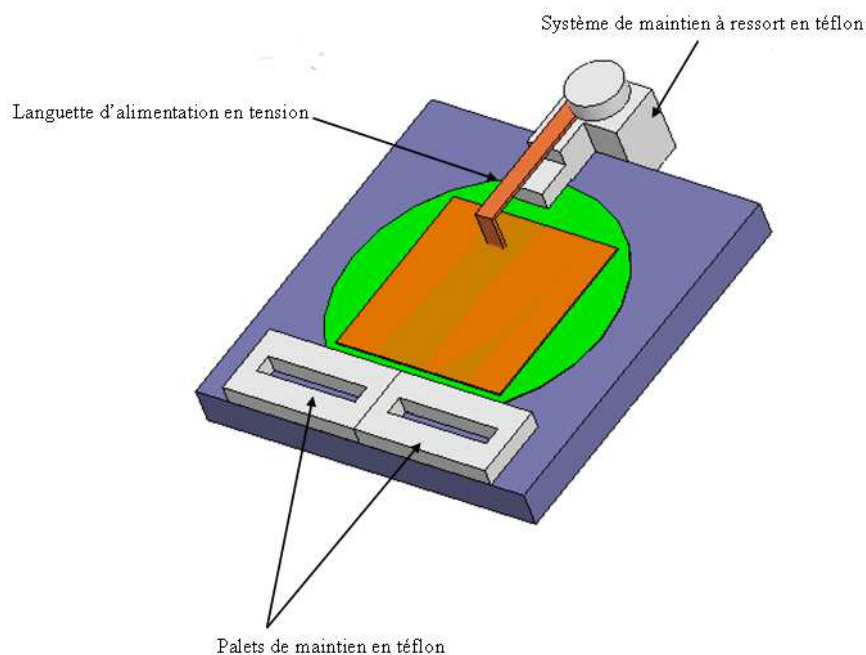
Les échantillons à orienter ont tous été réalisés sur des wafers de silicium de 3". De ce fait pour poler par effet Corona, le choix s'est porté sur la configuration fil-plan [94] qui permet a priori d'obtenir une meilleure homogénéité d'orientation sur cette surface. Dans cette configuration, la largeur de la zone orientée correspond globalement au double de l'écart

entre le fil et la surface de l'échantillon. L'échantillon à orienter est placé sur une platine chauffante (Figure 23). A cause de la verticalité de la platine imposée par le montage optique de suivi en temps réel par signal de second harmonique, des palets de maintien en téflon sont prévus pour assurer un bon contact thermique entre l'échantillon et la platine et surtout afin que l'échantillon ne bouge pas durant l'opération d'orientation. Les fils utilisés sont des fils de tungstène de 125  $\mu\text{m}$  de diamètre et long de 12,5 cm. Ils doivent être assez fins pour un effet Corona prononcé tout en gardant une bonne résistance mécanique. Quatre fils distants, les uns des autres d'un centimètre, permettent de poler une surface totale d'environ 36  $\text{cm}^2$  s'ils sont alimentés en même temps, pour un écart fils-échantillon de 1 cm (cf. Figure 23). Ce qui permet aisément de poler une large surface d'un échantillon réalisé sur un wafer 3". L'alignement optique de la platine dans l'espace est assuré par des micropositionneurs. La variation de l'angle entre la surface et le faisceau incident est assurée par un micromoteur contrôlé par ordinateur.



**Figure 23 - Porte-échantillon pour l'orientation par effet Corona en configuration plan-fil.**

Le contrôle de la montée en température, de la mise sous tension des fils ainsi que le contrôle du micromoteur sont réalisés de manière automatisée. Des programmes, développés au sein du laboratoire par les soins de Sylvain Le Tacon et Dominique Averty, permettent l'acquisition automatique des données d'orientation à proprement parlé et aussi celle de la mesure du signal de second harmonique. Ce dernier est mesuré à l'aide d'un oscilloscope numérique couplé au photodétecteur. Un moyennage sur neuf mesures successives est effectué afin de fournir la valeur finale.



**Figure 24 - Porte-échantillon modifié pour être utilisé pour la réalisation de l'orientation par électrodes de contact.**

Pour l'orientation par électrodes de contact, le porte échantillon a été adapté (Figure 24). En lieu et place des fils, une languette métallique, munie d'un système poussoir à ressort sert à amener la tension nécessaire au processus d'orientation des chromophores. Il permet aussi d'assurer le bon contact du haut de l'échantillon sur la plaque chauffante. Les échantillons utilisés dans cette configuration possèdent une électrode métallique déposée à la surface. Le substrat de silicium de faible résistivité et métallisés double face permet de constituer la masse de l'échantillon.

### **II. 3. 3 - Protocole d'orientation des chromophores**

Deux étapes sont importantes pour la détermination des conditions optimales d'orientation : la détermination du cycle thermique et celle de la tension d'orientation. Le cycle thermique est directement lié à la température de transition vitreuse  $T_g$  du polymère électro-optique que l'on veut orienter. La température choisie est une température proche de la  $T_g$  (5-10°C en dessous ou au dessus de cette dernière). Pour favoriser une bonne mobilité des chromophores tout en limitant les effets néfastes de l'agitation thermique, une montée graduelle en température est choisie (4-5°C/mn). Lorsque la température atteint le niveau désiré, elle est maintenue pour une durée au moins aussi longue que le temps de montée (choix de durée résultant de plusieurs variations de la durée de ce plateau). Puis l'échantillon

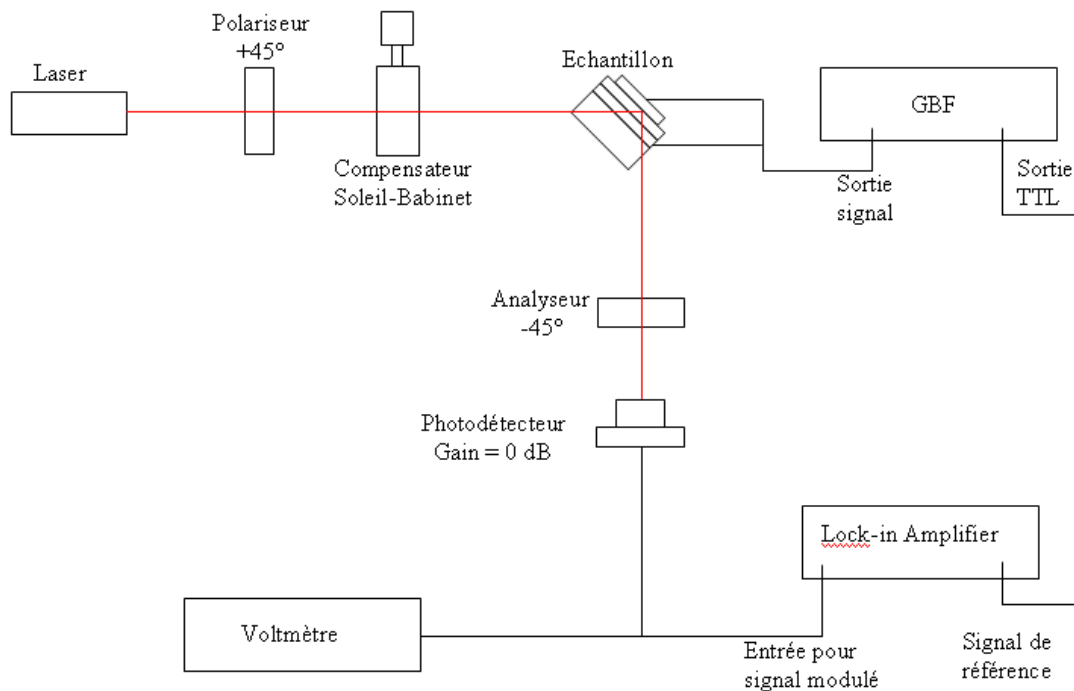
est ramené graduellement à température ambiante par convection naturelle. De ce fait, la durée de la descente en température est pratiquement équivalente à la somme de la durée de montée et de la durée du palier de maintien.

Après avoir déterminé le cycle thermique qui sera utilisé, vient l'étape de la détermination de la tension d'orientation dans le cas de la technique par effet Corona. L'échantillon est porté à la température choisie précédemment. Lors que cette dernière est atteinte, on applique une certaine tension qui sera augmentée graduellement (0,1 kV/mn) jusqu'à l'apparition d'un très faible courant au sein de la matrice polymérique. Ce faible courant traduit le transfert des électrons dans la structure dipolaire du chromophore. C'est l'accumulation des charges au niveau de la surface de l'échantillon qui va être à l'origine de ce faible courant [95]-[96]. L'apparition de ce courant est suivie quasi instantanément de la mesure d'un signal de second harmonique.

Le cycle thermique et la tension d'orientation étant alors définis, le protocole utilisé pour l'orientation consiste à soumettre les échantillons au cycle de température ainsi défini, la tension d'orientation étant appliquée dès le début de celui-ci.

#### **II. 3. 4 - Banc de mesure simple réflexion de Teng et protocole de mesure associé**

Les chromophores ayant été orientés par le procédé décrit dans le paragraphe précédent, la mesure du coefficient  $r_{33}$  du film polymère électro-optique aux longueurs d'onde d'utilisation est nécessaire. Nous disposons au laboratoire d'un banc de mesure mis en place par Arnaud Gardelein lors de sa thèse [97]. Les sources lasers DFB peuvent générer des faisceaux à 1320 nm et 1550 nm (longueurs d'onde usuelles des télécommunications optiques). Le faisceau arrive avec un angle d'incidence de  $45^\circ$  par rapport à la normale à la surface de l'échantillon à mesurer. Un générateur de signaux à basses fréquences est utilisé pour fournir la tension de modulation. Il peut fournir une tension sinusoïdale maximale de 20 V crête à crête (10 V d'amplitude). La fréquence doit être assez basse pour rester dans la bande passante du photodétecteur tout en étant assez élevée pour se détacher du bruit rose. La fréquence maximale qu'il peut générer est de 2 MHz. La détection du faisceau modulé après passage au sein de l'échantillon se fait à l'aide d'un photodétecteur à gain nul. Comme l'amplitude du signal modulé est extrêmement faible (quelque dizaines de microvolts), sa mesure se fait à l'aide d'une détection synchrone couplée au photodétecteur. Un voltmètre est utilisé afin de mesurer la composante continue du faisceau reçu au niveau du photodétecteur. La Figure 25 est le schéma synoptique du montage pour la mesure par simple réflexion de  $r_{33}$ .



**Figure 25 - Banc de mesure du coefficient électro-optique  $r_{33}$ .**

Pour la mesure du coefficient électro-optique, certaines valeurs sont fixées lors de l'expérimentation (la longueur d'onde de travail, la fréquence du signal modulé et l'amplitude du signal de modulation). Les valeurs qui sont mesurées au cours de l'expérience sont l'intensité continue ainsi que l'intensité modulée. La mesure se fait suivant le protocole suivant :

- Mise en place de l'échantillon sur le support
- Alignement de l'échantillon afin de recueillir le maximum d'intensité lumineuse au niveau du photodétecteur
- Recherche du maximum  $I_{max}$  et du minimum  $I_{min}$  d'intensité en parcourant le Vernier du compensateur Soleil-Babinet
- Mesure de l'intensité modulée lue sur la détection synchrone aux points

$$I_{bab} = \left( \frac{I_{max} + I_{min}}{2} \right), \text{ on obtient ainsi les deux valeurs d'intensité modulée } I_{m1} \text{ et } I_{m2}$$

- Le coefficient électro-optique sera calculé en utilisant l'équation (II - 17) avec la tension de modulation  $V_m$  mesurée à l'oscilloscope (lors d'une étape préliminaire, l'oscilloscope ne figurant pas dans le montage final), avec l'intensité



continue  $I_c = \left( \frac{I_{\max} - I_{\min}}{2} \right)$ , l'intensité modulée  $I_m = \left( \frac{I_{m1} + I_{m2}}{2} \right)$  et l'indice optique du polymère à la longueur d'onde choisie.

Pour s'assurer du bon fonctionnement du montage, la mesure du coefficient  $r_{33}$  d'une lame de niobate de lithium est faite. La relation pour remonter à ce coefficient est donnée par Shuto et al. [98]:

$$r_{33} = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{I_m}{I_c V_m} \left[ \frac{n_o n_e \sin^2 \theta}{(n_e^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}} + \zeta \left( \frac{n_o^3}{n_e} (n_e^2 - \sin^2 \theta)^{1/2} - \frac{n_o^4}{(n_o^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}} \right) \right]^{-1} \quad (\text{II - 18})$$

$n_o$  et  $n_e$  sont les indices de réfraction ordinaire et extraordinaire du niobate de lithium, le ratio  $\zeta$  (qui correspond au rapport de  $r_{13}$  sur  $r_{33}$ ) vaut 0,324. Contrairement au cas des polymères, on ne peut négliger la biréfringence du niobate de lithium lors de la détermination du coefficient électro-optique. Le coefficient ainsi mesuré est de 28,13 pm/V (valeur moyenne de plusieurs mesures effectuées) à 1310 nm valeur satisfaisante par rapport à celle de 33,5 pm/V relevée dans la littérature [98], ce coefficient étant tributaire de la qualité du matériau utilisé.

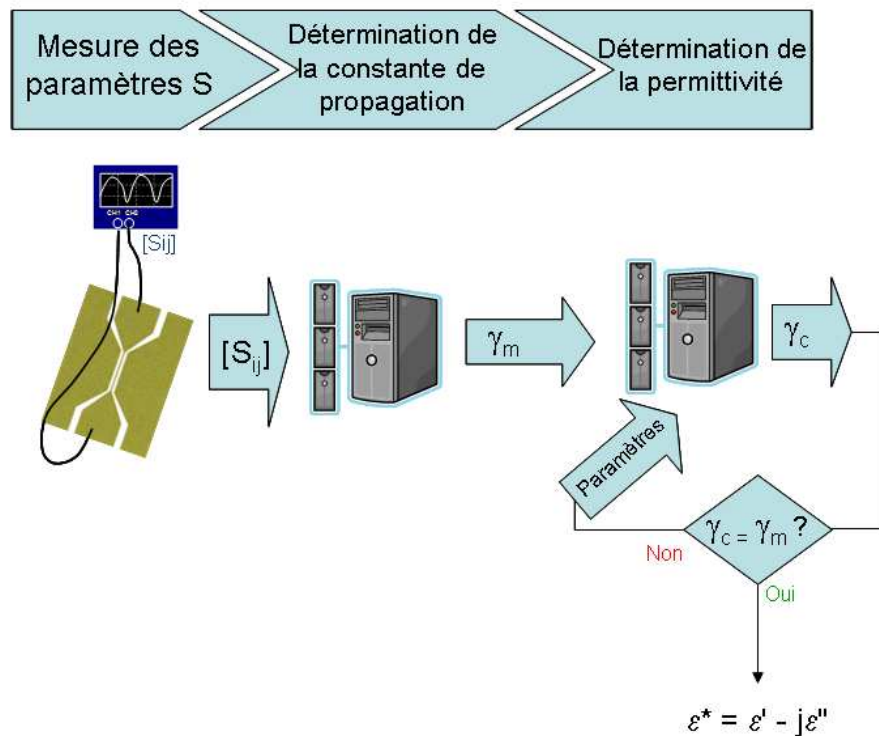
## **II. 4 - Détermination des caractéristiques hyperfréquences des polymères**

La connaissance de la permittivité diélectrique des divers matériaux constituant la structure optique permettra d'optimiser la structure de l'électrode de commande à ondes progressives en visant essentiellement deux impératifs : l'adaptation des vitesses de phase des ondes optique et électrique pour augmenter la bande passante de modulation d'une part et l'adaptation de l'impédance caractéristique de 50  $\Omega$  sur la plage de fréquences d'utilisation pour éviter les pertes microondes par réflexion d'autre part.

Un protocole de détermination, détaillé ci-dessous, a été mis en place de manière à obtenir la permittivité des matériaux polymères, actifs ou passifs, utilisé dans ce travail [99]-[100]. Il possède l'originalité de travailler sur des films de matériaux polymères déposés identiquement à ce qu'ils le seraient dans la fabrication d'un modulateur (a contrario d'autres techniques qui utilisent des polymères massifs ou en solution). Le principe de base est de mixer judicieusement résultats de mesures microondes et de logiciel de modélisation de lignes hyperfréquences afin de déterminer, par itérations successives, la valeur de la permittivité complexe des matériaux polymères.

## II. 4. 1 - Protocole de détermination des paramètres des matériaux pour la réalisation de la ligne microonde

Les paramètres  $S$  des différentes lignes de propagation de type coplanaire sont mesurés à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. Il est à noter que, bien que les électrodes finales du modulateur soient de type microruban, l'utilisation, pour cette étape de détermination de la valeur de la permittivité des matériaux, d'électrodes de type coplanaire, permet une connexion directe avec les appareils de caractérisation microondes sous pointes en limitant les éléments parasites. A l'aide d'un algorithme développé spécifiquement et basé sur la méthode Bianco-Parodi (Annexe C - ), la constante de propagation ( $\gamma_m = \alpha + j\beta$ ) est déterminée.



**Figure 26 – Protocole de détermination de la permittivité des matériaux polymères.**

Un programme basé sur les éléments finis est parallèlement utilisé pour calculer la constante de propagation ( $\gamma_c$ ) des lignes réalisées. Les entrées de ce modèle sont les dimensions physiques de la ligne microonde (connues) et les propriétés des différents matériaux (que l'on cherche à déterminer).

Les constante de propagation mesurée  $\gamma_m$  et calculée  $\gamma_c$  sont alors comparées, les paramètres des différents matériaux sont modifiés itérativement de manière à faire correspondre les deux valeurs. L'enchaînement des opérations est présenté en Figure 26.

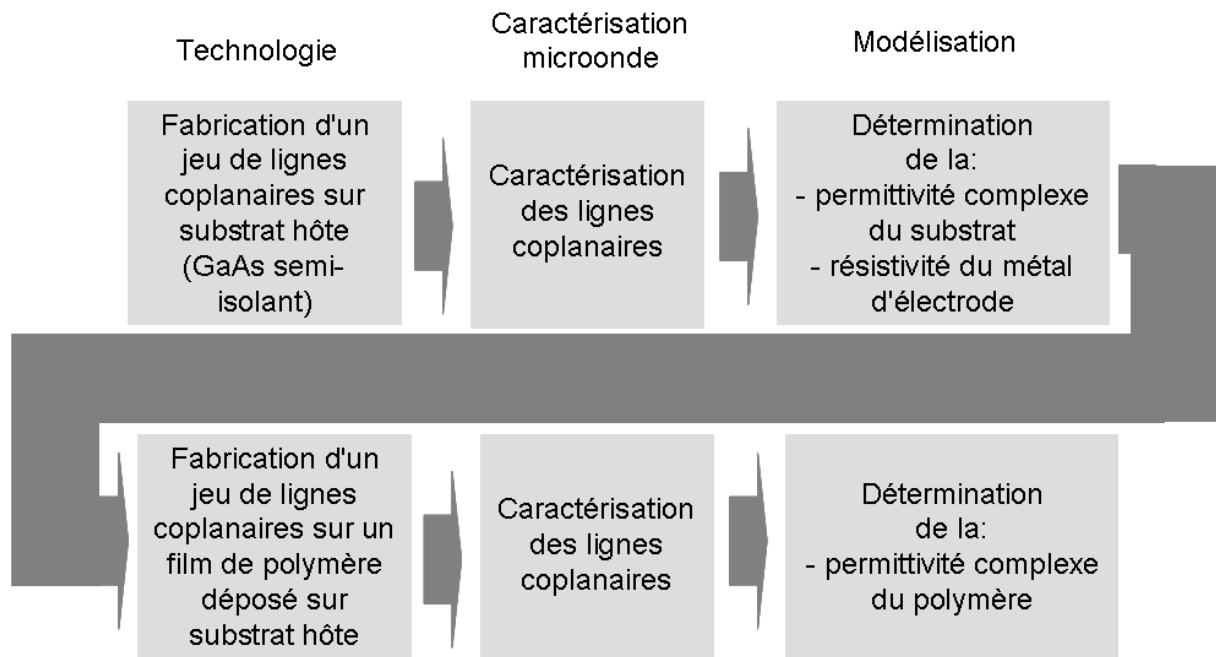
## II. 4. 2 - Protocole de caractérisation de la permittivité des matériaux polymères.

Dans un premier temps, des lignes coplanaires de longueur et de topologie différentes sont directement réalisées sur un substrat de référence qui sera par ailleurs le substrat hôte des dépôts de films de polymères par la suite. Ce substrat de référence doit présenter une tangente de pertes la plus faible que possible de manière à limiter son impact sur la détermination de celle du film polymère (dans notre cas, nous utiliserons un matériau semi-conducteur semi-isolant).

Lorsque les lignes de références ont subi le protocole de détermination, la résistivité du métal des électrodes ainsi que la permittivité du substrat hôte sont connues.

Le film polymère (passif ou électro-optique) à caractériser est alors déposé sur un substrat hôte de caractéristiques identiques à celui utilisés précédemment. Des lignes coplanaires sont déposées en surface de ces films ; de leur caractérisation sera déterminée la permittivité complexe du matériau polymère qui devient maintenant la seule inconnue du système. Le protocole est ensuite réitéré en utilisant des échantillons sur lesquels un film du matériau polymère à caractériser est déposé préalablement au dépôt des lignes microondes. La seule inconnue dans ce système est dorénavant la permittivité complexe  $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$  du matériau polymère. La partie réelle,  $\epsilon'$ , sera utilisée pour le dimensionnement de l'électrode de commande. La tangente de pertes,  $tg(\delta) = \epsilon''/\epsilon'$ , sera quant à elle utilisée pour l'évaluation des pertes diélectriques de la ligne hyperfréquence.

La suite logique de l'ensemble du procédé de caractérisation est reportée en Figure 27.



**Figure 27 – Protocole de détermination de la permittivité des matériaux polymères.**

## ***II. 5 - Conclusion du chapitre***

Après avoir défini les spécificités des polymères électro-optiques, ce chapitre a présenté la méthode d'orientation des chromophores qui sera utilisée par la suite. Deux méthodes sont présentées, par effet Corona et par électrodes de contact. Nous verrons que la seconde méthode a été préférée à la première, notamment en ce qui concerne la tenue des films polymères à cette étape du procédé de fabrication. Afin de s'assurer du bon déroulement de cette opération, une technique de suivi in-situ par génération de second harmonique est utilisée. La mesure du coefficient  $r_{33}$  est réalisée ensuite par une technique en simple réflexion (Teng et Man).

Pour terminer, le protocole de détermination de la permittivité diélectrique de films polymères sur une bande de fréquences de plusieurs dizaines de GHz a été présenté. La connaissance de cette permittivité est requise pour dimensionner la ligne microonde qui servira d'électrode de commande à ondes progressives du modulateur.



# Chapitre III - Caractérisation des matériaux polymères utilisés

## III. 1 - Introduction

Dans le cadre de ce travail de thèse et conjointement du projet ModPol, un certain nombre de polymères et de chromophores ont été choisis en vue de la réalisation du guide optique électro-optique, base du modulateur de Mach-Zehnder. Dans un premier temps, le chromophore PAS-1 développé par le laboratoire CEISAM dans le cadre du projet régional MATTADOR des Pays de la Loire a été étudié. Il a, par la suite, été remplacé par le chromophore CPO-1, développé par l'ENS de Lyon (partenaire du consortium du projet ModPol), en raison de sa forte hyperpolarisabilité de  $30000 \times 10^{-48}$  esu, comparable au  $35000 \times 10^{-48}$  esu du chromophore CLD développé par l'équipe de Dalton [69]. Ce chromophore sera dispersé au sein de diverses matrices polymériques telles que le polycarbonate amorphe (APC), le Lexan (Polycarbonate) et le PMMI (PolyMethyl MethacrylImid). Trois polymères ont été envisagés comme matériaux de gaines : OG-125, NOA65, PMATRIFE. L'orientation, par effet Corona puis par électrodes de contact des films de polymère actif a été étudiée. La détermination de la constante diélectrique de ces divers matériaux a aussi été effectuée de manière à concevoir la partie microonde du modulateur.

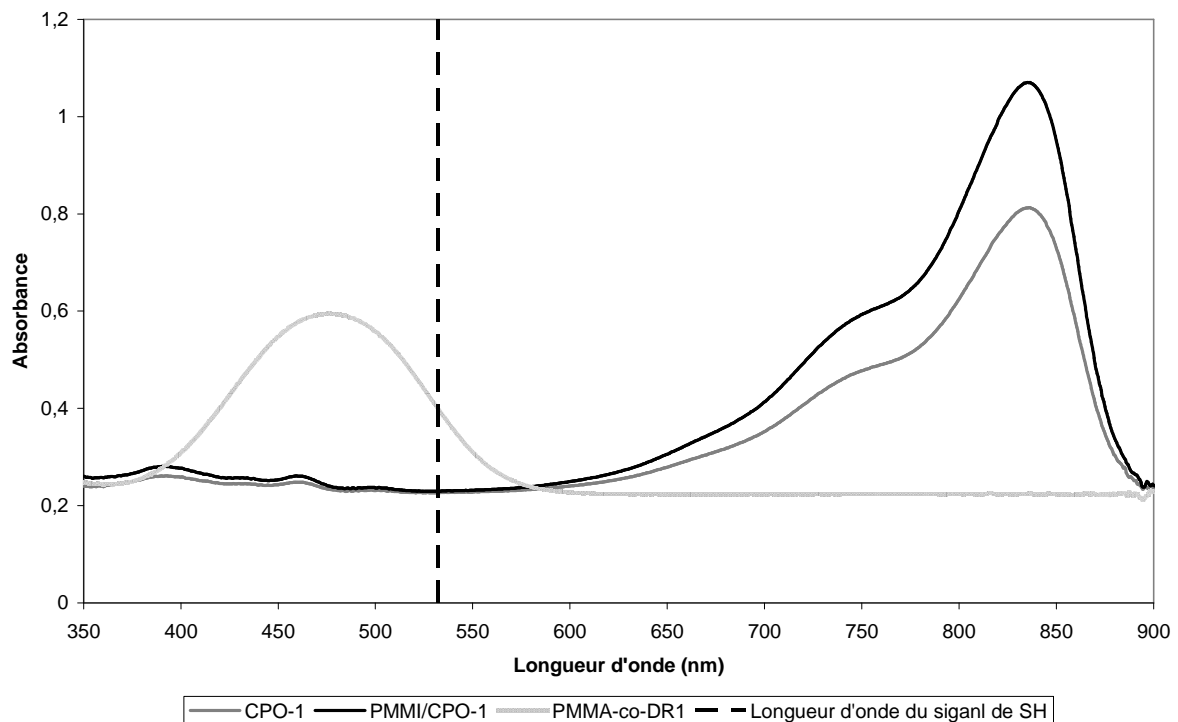


Figure 28 - Spectres d'absorbance du CPO-1, du mélange PMMI/CPO-1 et du PMMA-co-DR1.

Sur la Figure 28, les spectres d'absorbance (dans l'ultraviolet et le visible) du CPO-1, du PMMA-co-DR1 et du mélange PMMI/CPO-1 sont présentés. Le signal de second harmonique étant généré à 532 nm à partir d'un laser impulsionnel à 1064 nm, le suivi en temps réel de l'orientation des chromophores avec la génération de second harmonique devrait se faire sans difficultés particulières.

### **III. 2 - Orientation de polymères par effet Corona**

Afin de mettre au point la procédure d'orientation par effet Corona à moindre coût, nous avons choisi d'orienter des films de PMMA/DR1 dans un premier temps, car les propriétés du PMMA et du DR1 sont bien connues. De plus, ces composés sont disponibles commercialement.

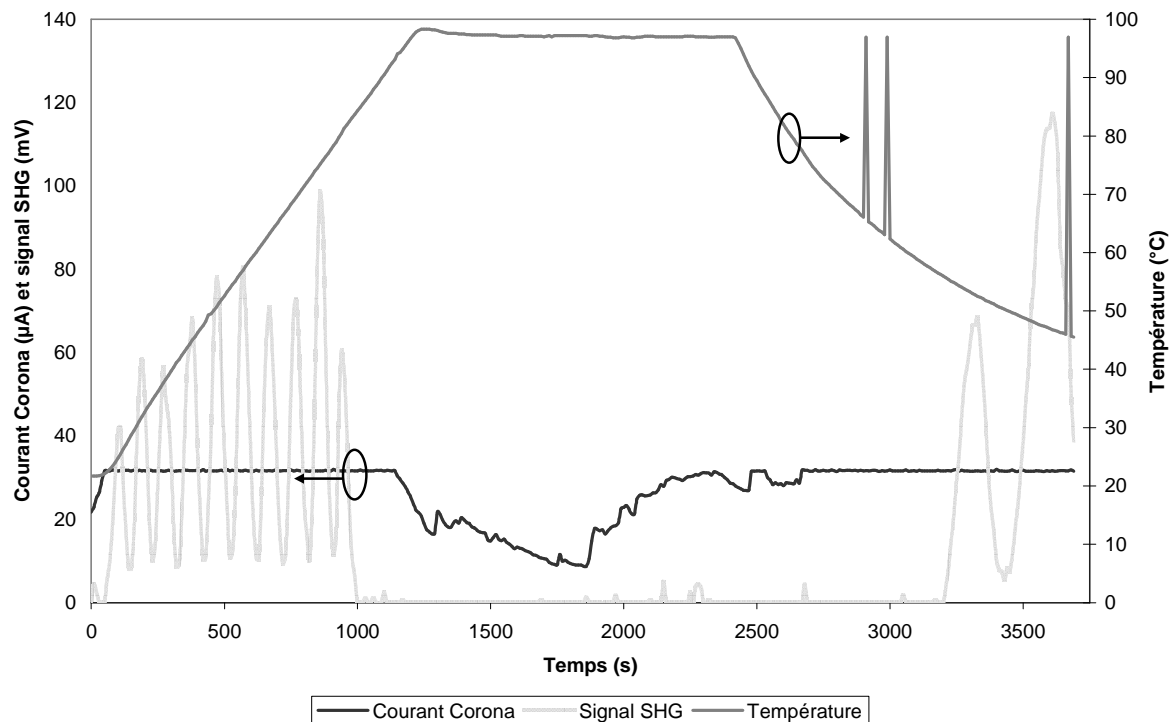
#### **III. 2. 1 - Orientation de films de PMMA/DR1 réalisés sur wafer de silicium**

Les films de PMMA/DR1 sont réalisés sur des wafers de silicium de 3". La concentration en DR1 des films, réalisés par centrifugation, est de 5% de la masse totale du mélange PMMA/DR1. Le solvant utilisé est le 1,1,2-trichloroéthane (TCE). La concentration du mélange en solution est de 140 g/l. La vitesse de rotation de la tournette est de 1000 tours/mn. Les films ainsi réalisés ont une épaisseur d'environ 2  $\mu\text{m}$ .

La première étape a été la détermination du cycle thermique qui sera appliqué pour réaliser l'orientation de ce type d'échantillon. Le repère important dans la détermination de ce cycle thermique est la température de transition vitreuse du mélange. Cette dernière étant de 85°C, la température choisie comme température d'orientation est de 97°C. Le temps de montée choisi est de 20 mn, le temps de maintien est aussi de 20 mn. L'écart entre les fils et la plaque chauffante est de 10 mm pour les premières tentatives d'orientation. Il est possible de mettre sous tension le nombre de fils désirés.

L'étape suivante a consisté à trouver la tension suffisante pour générer le champ électrique nécessaire à l'ionisation de l'atmosphère (de l'ordre de 3MV/m [101]) et suffisant pour orienter ce matériau. Des tensions supérieures à 5 kV dans une configuration similaire sont requises pour cette ionisation [96]. Il existe une tension optimale en dessous de laquelle, l'orientation ne peut avoir lieu et au-dessus de laquelle l'endommagement de l'échantillon devient inacceptable. Nous l'avons estimée à 6,7 kV pour l'ionisation nécessaire pour engendrer le champ d'orientation des films de PMMA/DR1, à l'issue des tentatives d'orientation réalisées sur un certain nombre d'échantillons.

Cette tension est appliquée en début de cycle thermique et est maintenue durant tout ce cycle dans le but d'orienter deux échantillons référencés P4 et P5. L'échantillon P4 a subi plusieurs cycles successifs d'orientation afin de s'assurer que les conditions d'orientation déterminées selon le protocole permettaient une reproductibilité de l'opération. Les résultats obtenus pour les échantillons P4 et P5 seront présentés dans la suite de ce paragraphe.



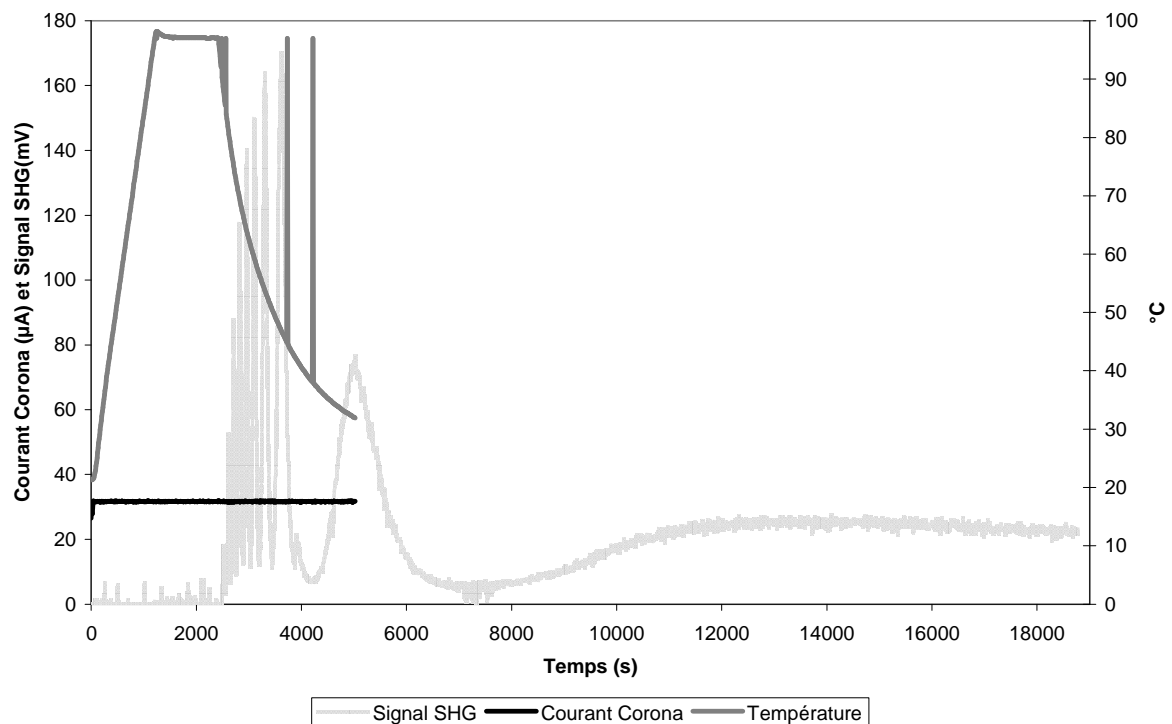
**Figure 29 - Exemple de cycle d'orientation avec l'échantillon P4: cycle de température, courant Corona et signal de second harmonique.**

On peut observer sur la Figure 29 le cycle complet d'orientation appliqué à l'échantillon P4. Le signal de second harmonique observé en début de cycle est dû à une orientation précédente de cet échantillon. La disparition du signal, lorsque l'on approche le plateau de température, est liée à la relaxation de cette orientation sous l'effet d'une forte agitation thermique. L'alignement des chromophores a de nouveau lieu lors de la descente en température de l'échantillon. La présence du signal de second harmonique jusqu'à l'interruption de la tension d'orientation dénote que le choix des conditions d'orientation est correct. L'aspect sinusoïdal du signal de second harmonique nous a poussés à réaliser des essais complémentaires pour tenter de l'expliquer.

L'échantillon P5 est orienté en utilisant un cycle thermique similaire à celui utilisé pour le P4 et la même tension de 6,7 kV est appliquée durant tout le cycle thermique. Afin d'observer le comportement du signal de second harmonique, l'acquisition de ce dernier est

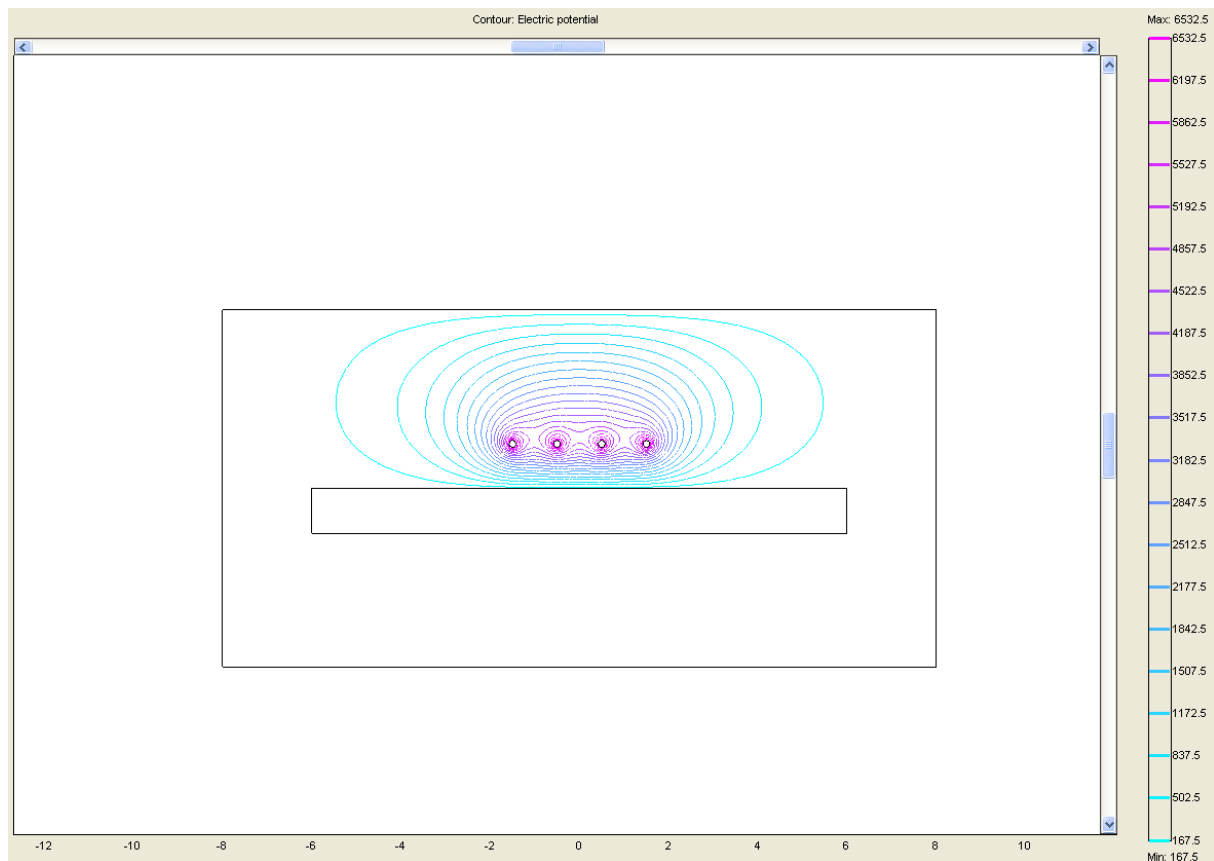


faite du début du cycle thermique et aussi plusieurs heures après l'interruption de la tension d'orientation et le retour à température ambiante de l'échantillon.



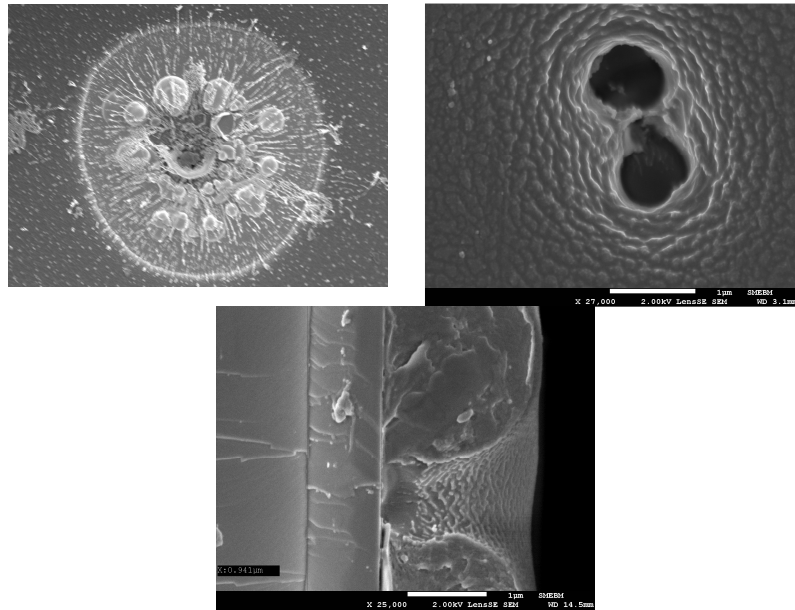
**Figure 30 - Orientation de l'échantillon P5 avec acquisition de signal SHG durant 5 h.**

Sur la Figure 30, on peut observer ce qui a été mesuré lors de l'orientation de l'échantillon P5 dans des conditions similaires à celles employées pour l'échantillon P4. L'apparition du signal de second harmonique a lieu en début de retour à température ambiante. Il n'apparaît qu'à ce moment à la faveur d'une mobilité plus restreinte des chromophores due à la descente en température. Cela permet aussi de déduire que cette température choisie est un peu trop élevée et que l'orientation aurait pu être réalisée pour une température un peu moins élevée. Il est possible d'orienter avec des températures légèrement inférieures à la  $T_g$ . Pour cet essai, l'acquisition du signal de second harmonique n'a été interrompue que plus de 5 h après le retour à température ambiante de l'échantillon. Cela a été fait dans le but de vérifier que l'état oscillatoire n'est qu'un état transitoire et de voir le retour à un niveau stable du signal de second harmonique. On peut effectivement constater que l'amortissement de ces ondulations a lieu très rapidement pour laisser place à un signal plus stable.



**Figure 31 - Niveaux équipotentiels du champ produit par les fils avec Comsol lors de l'orientation par effet Corona pour une distance plan-fil de 1 cm. Le champ électrique à proximité de la surface est inférieur au MV.**

Le protocole utilisé pour l'orientation des films de PMMA/DR1 a montré son efficacité. Mais on a pu constater des dégradations au niveau des films orientés (Figure 32). Ces dégradations généreront des pertes optiques prohibitives pour la réalisation de guides optiques. Dans un premier temps, nous les avons attribuées à des claquages localisés, mais le champ à la surface de l'échantillon (inférieure au MV/m selon nos simulations effectuées sous ComSol (Figure 31)) est largement inférieur au champ de claquage du film de PMMA/DR1 (150 MV/m) [102]. La présence de certains défauts de surface pourrait être attribuée à des modifications de structure du PMMA (oxydation de la chaîne, cassure de la chaîne) [103] et aussi à de probables impacts d'arcs électriques apparus (entre le fil de tungstène et la surface de l'échantillon) lors du processus d'orientation des échantillons.



**Figure 32 - Défauts de surface apparus sur l'échantillon P4 après orientation par effet Corona (microscopie électronique à balayage).**

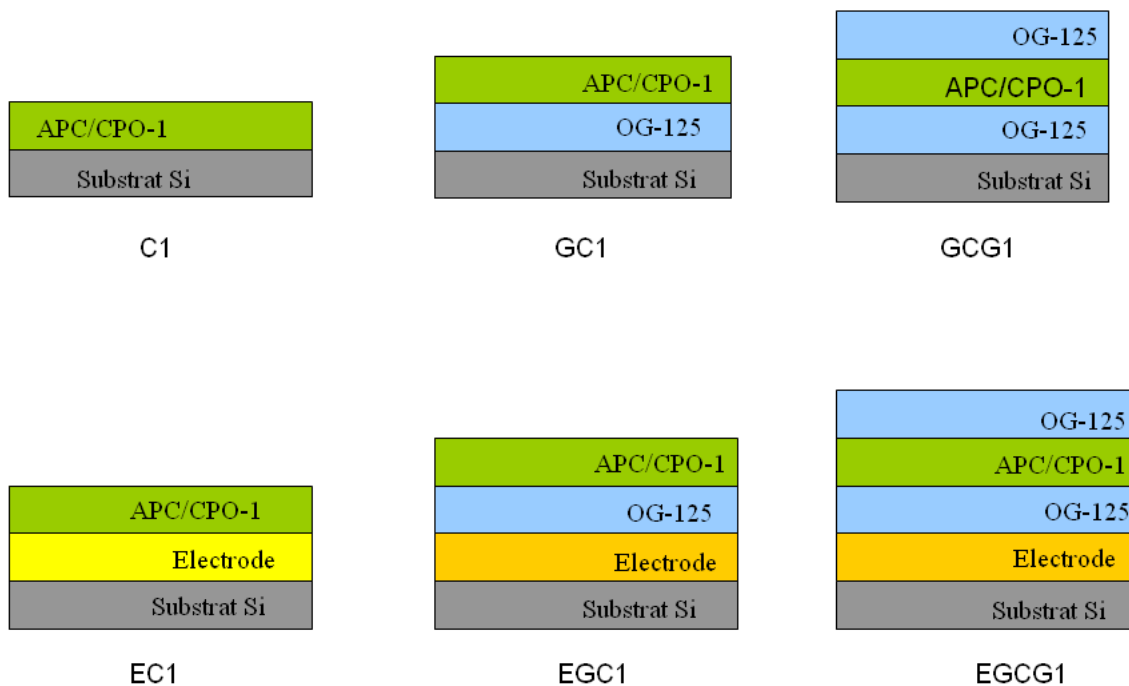
L'utilisation d'une couche tampon supérieure pourrait permettre d'éviter d'endommager la couche électro-optique. Les dégâts dus aux mini-arcs électriques seraient supportés par cette couche. Ces arcs sont créés entre les fils d'orientation et la surface des films de polymère. Cette couche doit être plus conductrice que la couche à orienter afin que la plus grande majorité du champ électrique d'orientation se retrouve aux bornes de cette dernière [104]-[105].

### **III. 2. 2 - Etude de l'influence de la structure des échantillons sur l'efficacité de l'orientation par effet Corona [106]**

Après avoir validé le protocole pour la réalisation de l'orientation par effet Corona, on s'est intéressé à l'influence de la structure de l'échantillon sur l'efficacité de ce type de procédé d'orientation. En vue de la réalisation d'un composant, les échantillons à orienter ont une structure en multicouche et non plus en monocouche. Il est alors intéressant de voir dans quelle mesure cette configuration plus complexe peut influencer sur la qualité de l'orientation.

Pour cette étude, des matériaux choisis dans un premier temps pour la réalisation du composant sont utilisés. Le polymère électro-optique est constitué du CPO-1 dispersé dans une matrice d'APC. La  $T_g$  du mélange est de 150°C. Le choix du matériau de gaine s'est porté sur OG-125 (qui a un indice de réfraction inférieur (1,46 à 1550 nm) à celui du mélange APC/CPO-1 (1,61 à 1550 nm)). Il est utilisé comme matériau de gaines supérieure et inférieure. Sa  $T_g$  est de l'ordre des 55°C, afin de résister aux températures nécessaires pour

l'orientation des échantillons, il est réticulé par exposition aux ultraviolets. Cela lui permet de supporter des températures proches des 200°C sans dégradations.



**Figure 33 - Structures des différents échantillons utilisés pour réaliser l'étude d'orientation par effet Corona.**

Les échantillons sont réalisés sur des wafers de silicium de 3" par centrifugation. L'épaisseur pour la gaine est de 3,5  $\mu\text{m}$ . Le film de polymère électro-optique a une épaisseur de 3,4  $\mu\text{m}$ . Certains échantillons sont réalisés directement sur le wafer de silicium, pour les autres une couche d'or a été déposée avant la réalisation des films polymériques de la structure, reprenant alors une configuration quasiment identique à celle qui serait utilisée dans un modulateur.

Pour simplifier l'écriture, une nomenclature a été choisie afin de désigner les échantillons. Dans la dénomination d'un échantillon particulier, la présence du polymère actif est noté par la lettre C, celle de la gaine par la lettre G et celle de l'électrode par la lettre E. On obtient finalement la nomenclature suivante pour les différents échantillons utilisés pour cette étude :

- C1 : échantillon constitué exclusivement du matériau électro-optique
- EC1 : matériau optique déposé sur électrode d'or
- GC1 : gaine inférieure et matériau actif

- EGC1 : électrode d'or + gaine inférieure + matériau électro-optique
- GCG1 : gaine inférieure + polymère actif + gaine supérieure
- EGCG1 : électrode d'or + gaine inférieure + polymère actif + gaine supérieure

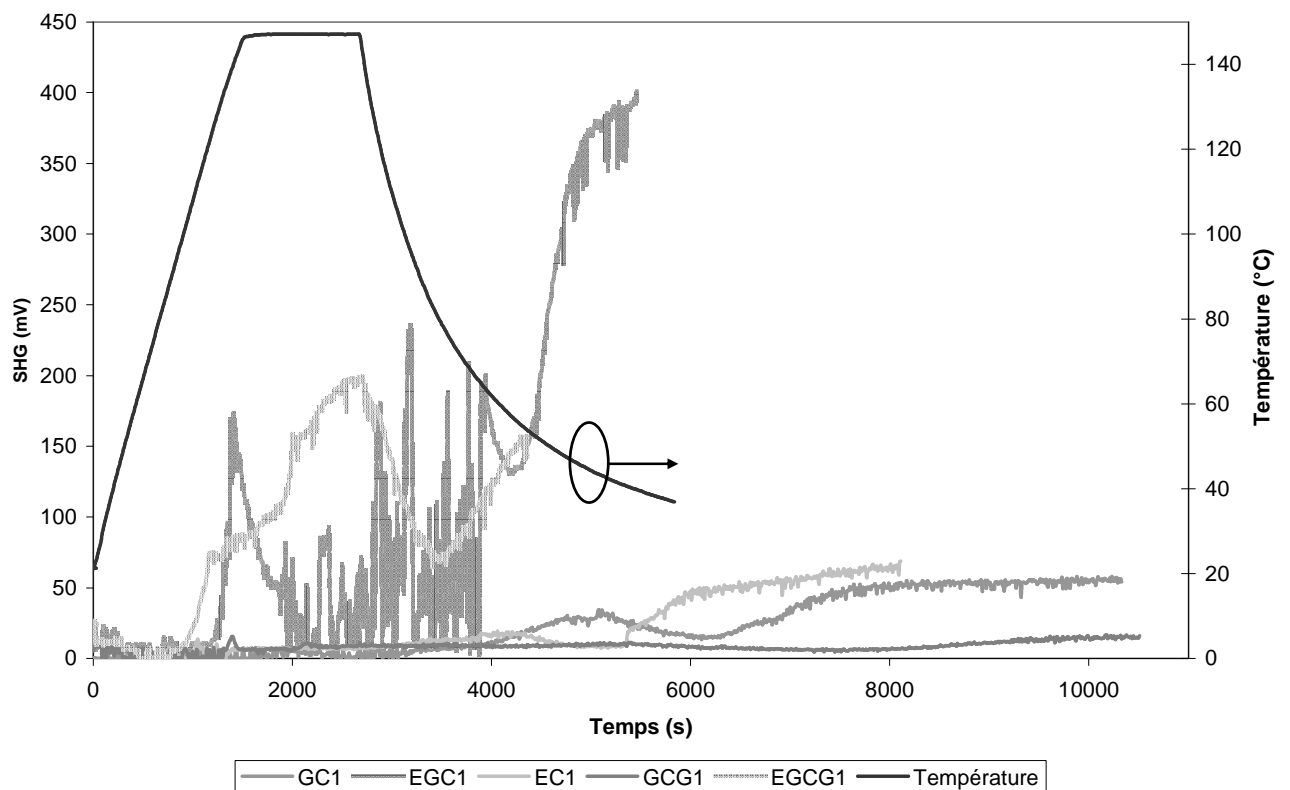
La Figure 33 représente les différentes structures des échantillons utilisés pour réaliser cette étude.

La configuration plan-fil du banc a légèrement été modifiée entre temps. Les fils ont été rapprochés de la plaque chauffante à 6 mm afin de réduire la tension lors de l'orientation de films de PMMA/DR-1, espérant ainsi éviter de dégrader les échantillons. La distance est de 6 mm pour toute cette série d'essais. Le fait de rapprocher les fils de la plaque chauffante a permis de réduire la tension nécessaire pour générer l'ionisation de l'atmosphère. Pour orienter des échantillons de PMMA/DR-1, il suffit alors d'appliquer une tension de 5,6 kV.

Pour les opérations d'orientation des échantillons avec cœur actif en APC/CPO-1, un seul des quatre fils du montage était alimenté en tension. Cette fois la température d'orientation a été choisie inférieure à la  $T_g$  du système de type hôte-invité (les essais réalisés avec le PMMA/DR1 ont permis de voir qu'il était possible d'orienter sous des températures légèrement inférieures à la  $T_g$  du matériau électro-optique). La température d'orientation choisie est alors de 147°C. A partir de cette valeur, on a pu déterminer le cycle thermique qui sera utilisé pour réaliser l'orientation des chromophores : montée en température en 25 mn, maintien à la température d'orientation pendant une demi-heure, le retour à température ambiante se fait par convection naturelle. Pour l'obtention de la tension d'orientation, l'échantillon utilisé est le C1. En utilisant la procédure décrite dans la section II. 3. 3 -, on a pu déterminer une tension de 6,8 kV comme suffisante pour orienter les chromophores dans la matrice polymérique. Pour orienter les 5 autres échantillons, le cycle thermique est légèrement adapté (réduction du temps de maintien en température à 20 mn au lieu des 30 mn précédemment utilisées pour la détermination de la tension d'orientation). Cette réduction du temps de maintien est faite afin de soumettre le moins longtemps possible les échantillons à des conditions susceptibles de les fragiliser.

Pour orienter ces 5 échantillons, les paramètres déterminés précédemment sont donc appliqués à chacun d'entre eux (tension d'orientation de 6,8 kV, température d'orientation de 147°C, durée de la montée en température de 25 minutes et le maintien à la température d'orientation durant 20 minutes). Du fait de ce choix de paramètres similaires, il est plus facile de faire des comparatifs quant aux résultats qui sont obtenus. Le processus d'orientation pour chacun des échantillons a été réalisé en 180 mn. Cette durée permet d'observer le

comportement du signal de second harmonique après interruption de l'application de la tension Corona et retour des échantillons à température ambiante. Les courbes présentées à la Figure 34 permettent de constater que tous les échantillons ont pu être orientés à l'aide de ces paramètres définis à partir des essais sur l'échantillon C1. Bien que la durée du processus soit identique pour tous les échantillons, on a l'impression que l'acquisition du signal de second harmonique dure moins longtemps pour les échantillons EGC1 et EGCG1 pour lesquels le niveau du signal détecté est plus important. Cela est dû au fait que lors de l'acquisition, plus le niveau de signal détecté est important plus il y a changement de calibre au niveau de l'oscilloscope, d'où une durée d'acquisition plus longue pour un point de mesure. D'où l'effet de « compression temporelle » pour les échantillons ayant un fort signal de second harmonique détecté.



**Figure 34 – Signal de second harmonique en temps réel lors de l'orientation des cinq échantillons réalisés avec le même protocole (cycle thermique similaire ainsi que tension d'orientation).**

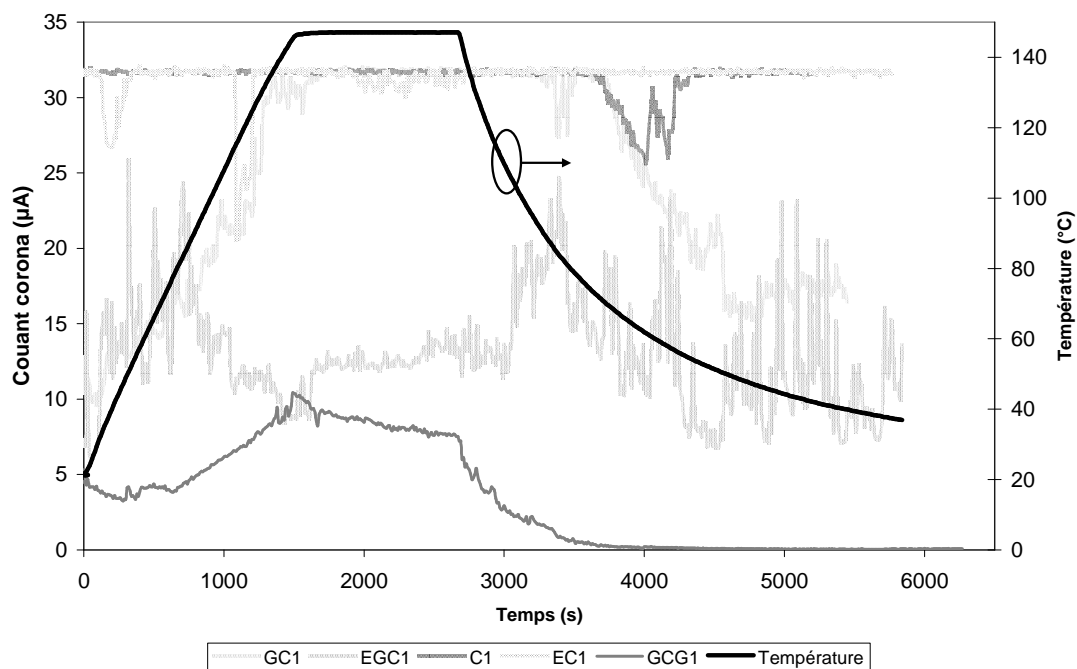
Pour s'affranchir de l'oscillation du signal de second harmonique détecté, mais aussi pour mesurer la stabilité de l'orientation des chromophores, on a procédé à une autre acquisition du signal de second harmonique pour les 6 échantillons 42 jours après l'opération d'orientation. Le temps moyen d'acquisition a été de 15 mn par échantillon. On a pu alors

mesurer des niveaux stables de signal de second harmonique pour chacun des échantillons (Tableau 4).

Echantillon	Signal de second harmonique mesuré
C1	14 mV
EC1	186 mV
GC1	211 mV
EGC1	320 mV
GCG1	353 mV
EGCG1	837 mV

**Tableau 4- Récapitulatif du signal SHG mesuré 42 jours après orientation pour chacun des 6 échantillons.**

Durant le processus d'orientation, on a aussi mesuré le courant Corona pour chacun des échantillons. Il s'est avéré que le niveau du courant mesuré est directement lié à la structure de l'échantillon. En effet, le courant Corona dépend du dépôt ionique à la surface de l'échantillon, de la conductivité de l'échantillon et aussi du taux de recombinaisons des charges ioniques [107]. D'autre part, la densité surfacique de charge est un subtil équilibre entre la vitesse du dépôt ionique et le niveau de courant Corona. Pour une vitesse de dépôt constante à une tension appliquée donnée, plus le courant Corona est faible et plus la densité surfacique de charges est élevée. Cela implique un champ électrique d'orientation plus important au sein de la structure de l'échantillon.



**Figure 35 - Comparatif des différents niveaux de courant Corona mesuré pour 5 des six échantillons orientés.**

Sur la Figure 35, les niveaux de courant Corona mesurés lors de l'orientation de 5 échantillons sont représentés. On constate que le niveau mesuré est bien plus faible en présence des gaines dans les échantillons. En l'absence de gaines, la résistance entre la surface de l'échantillon et la masse du système est plus faible, il en découle un courant Corona plus important. La présence de gaines permet de ralentir cette migration de charges, en augmentant la résistance, et le niveau de courant Corona mesuré est de moindre importance. La conséquence immédiate de ce ralentissement est une densité de charges surfaciques plus importante, un champ électrique beaucoup plus important est ainsi créé, conduisant alors à un meilleur alignement des chromophores. Le courant Corona est un indicateur indirect de la densité de charges surfaciques pour une tension appliquée correspondant à un taux d'ionisation donné. Ce meilleur alignement des chromophores, en présence des gaines, se traduit par des niveaux mesurés de signal de second harmonique plus importants. C'est bien le constat fait après mesure de ce signal 42 jours après orientation (voir Tableau 4). Pour les échantillons avec électrode en or, la mesure d'un signal plus important est en partie liée à une meilleure réflectivité de l'or que celle du silicium (le montage étant réalisé pour mesurer le signal SHG par réflexion), aussi bien pour le faisceau fondamental à 1064 nm que pour le faisceau de second harmonique.

### ***III. 3 - Etude de l'orientation par électrodes de contact***

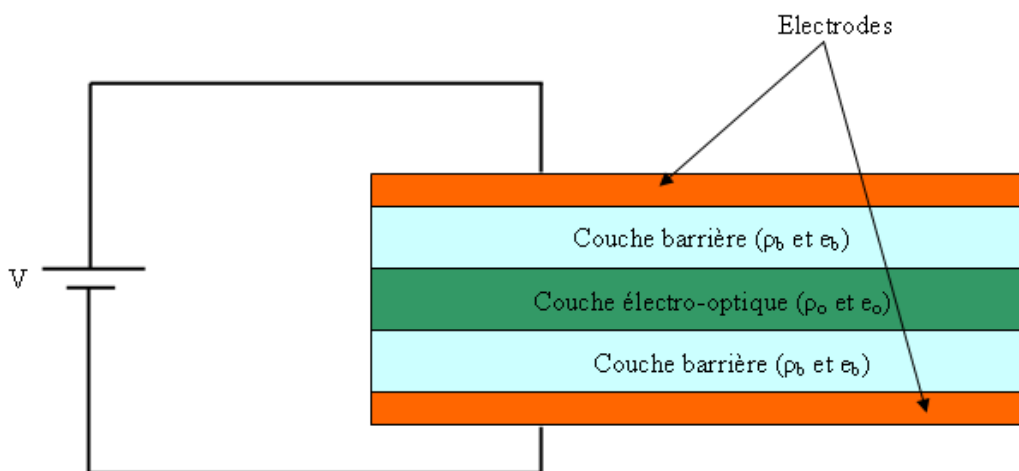
Pour orienter les échantillons, en vue de la réalisation du composant, le choix de la méthode d'orientation s'est porté sur l'alignement des chromophores par électrodes de contact. Ce choix a été dicté pour éviter les dégradations causées aux échantillons lors des essais d'orientation par effet Corona. De plus, en configuration avec électrodes de contact, le champ électrique découle directement de la tension appliquée aux bornes de l'échantillon, l'orientation est homogène quelle que soit la surface de l'échantillon. Les échantillons sont réalisés sur du substrat de silicium faible résistivité (0,001-0,005  $\Omega$ .cm) métallisés sur les deux faces. La métallisation est constituée d'une couche d'accroche en titane de 40 nm d'épaisseur et d'une couche d'or d'environ 400 nm d'épaisseur. La contre-électrode transparente est matérialisée par une fine couche d'or d'environ 10 nm d'épaisseur. Avec une telle épaisseur, l'or possède une transparence suffisante [108] pour permettre le suivi de l'orientation des échantillons avec le signal de second harmonique tout en appliquant une tension adéquate sans difficulté. Pour éviter d'abîmer la contre-électrode (fragile à cause de sa très faible épaisseur) en amenant la tension d'orientation avec la languette métallique, un plot plus épais (environ 120 nm) est réalisé au point de contact. Grâce aux électrodes



d'orientation, il est possible de les réutiliser sur le banc Teng-Man pour la mesure du coefficient électro-optique.

Cette technique est plus exigeante que celle basée sur l'effet Corona vis-à-vis de la qualité des échantillons. Ils doivent être très homogènes dans le volume du film à caractériser afin de présenter une impédance interélectrode très élevée pour favoriser l'application du champ électrique d'orientation. En cas d'inhomogénéité volumique, il y a risque de formation de courts-circuits, ce qui rend inmanquablement impossible l'orientation.

Il est primordial pour l'orientation d'échantillon multicouche de prendre en compte la résistivité des divers polymères constitutifs de ce dernier.



**Figure 36 - Schéma de principe de l'orientation d'un échantillon multicouche avec par électrodes de contact.**

A la Figure 36, un schéma de principe de l'orientation d'un échantillon multicouche par électrodes de contact est présenté. Les gaines ont respectivement une épaisseur  $e_b$  et une résistivité  $\rho_b$ . Pour la couche active, ces paramètres sont respectivement  $e_o$  et  $\rho_o$ . La tension  $V_{eo}$  aux bornes de la couche active est donnée par la relation suivante (diviseur de tension):

$$V_{eo} = \frac{e_o}{2 \frac{\rho_b}{\rho_o} e_b + e_o} V$$

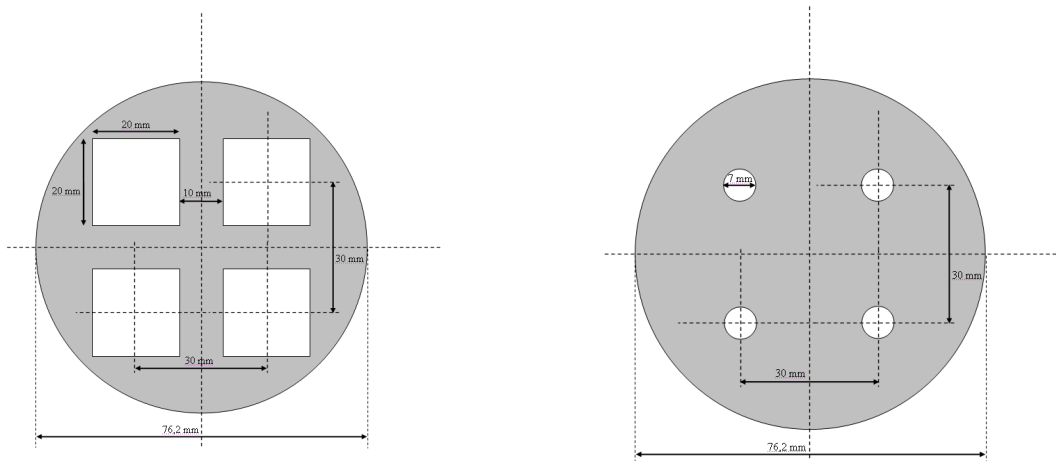
$V$  est la tension appliquée aux électrodes de contact. Plus les gaines sont conductrices par rapport à la couche active, plus la tension aux bornes de la couche électro-optique est proche de celle appliquée aux bornes de l'échantillon, plus l'orientation est efficace.

### III. 3. 1 - Orientation du copolymère PMMA-co-DR1

Afin de valider le banc et le protocole d'orientation des chromophores par électrodes de contact, le copolymère PMMA-co-DR1 est utilisé pour réaliser différents essais. Ce copolymère a une  $T_g$  de 130°C. Son indice de réfraction est de 1,597 et 1,593 respectivement à 1320 nm et 1550 nm. Le coefficient électro-optique ( $r_{33}$ ) mesuré est de 4,37 pm/V (à 1550 nm) et 5,78 pm/V (à 1320 nm) après orientation à l'aide d'électrodes de contact [109].

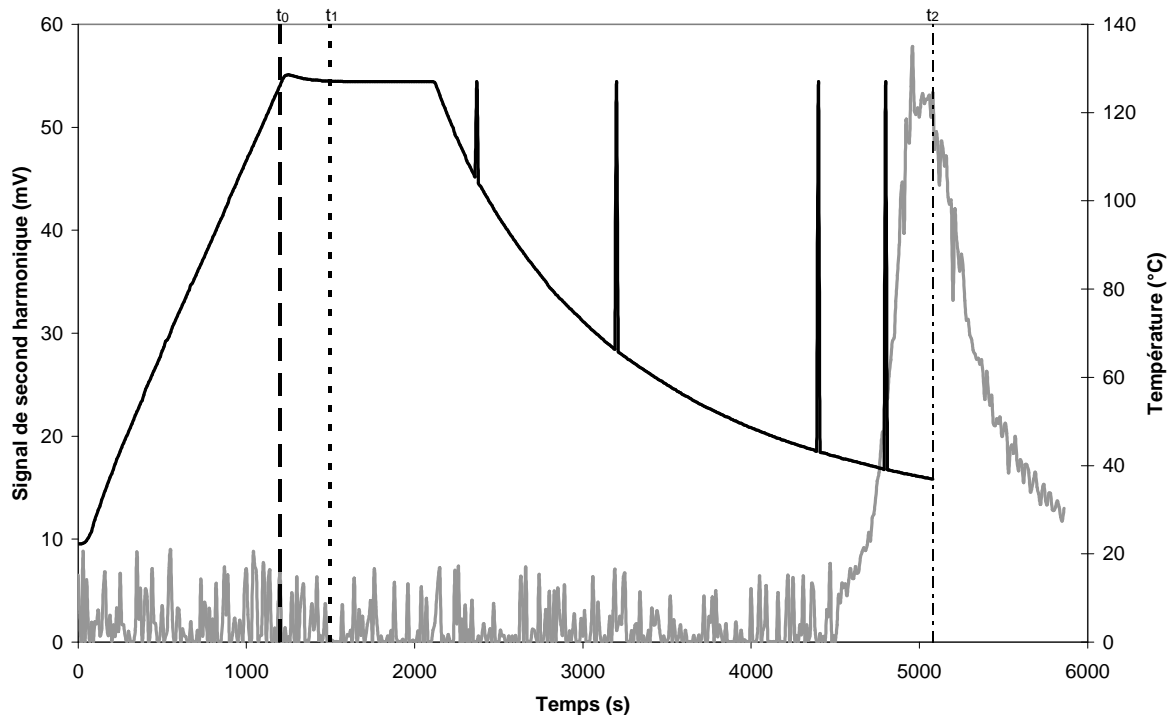
Les films réalisés par centrifugation ont une épaisseur comprise entre 1,2 et 1,3  $\mu\text{m}$  : cette épaisseur relativement faible rend les potentielles inhomogénéités d'autant plus propices à l'obtention de micro-claquages lors du processus d'orientation. Ces derniers créant des courts-circuits qui rendent quasi impossibles toutes les tentatives d'orientation du copolymère. Pour tenter de pallier ce problème, une gaine inférieure a été ajoutée. Le choix s'est porté sur la NOA65, matériau envisagé comme gaine inférieure du futur modulateur. Ce matériau, ayant une résistivité inférieure à celle du copolymère ( $10^8 \Omega\cdot\text{cm}$  pour la NOA65 et  $10^{10} \Omega\cdot\text{cm}$  pour le copolymère) [110], ne devrait pas nuire au bon déroulement du processus d'orientation des chromophores. Cette résistivité plus faible de la NOA65 permet que le champ électrique appliqué soit majoritairement concentré aux bornes de la couche active. La couche de NOA65 réalisée a une épaisseur de 4,7  $\mu\text{m}$  lorsque ce produit est dilué avec 40 % en volume de trichloroéthane et de 15  $\mu\text{m}$  lorsque le produit est utilisé sans dilution. La température de transition vitreuse de ce matériau étant peu élevée ( $T_g = 55^\circ\text{C}$ ), il est réticulé aux rayons ultra-violets. Cette réticulation lui permet de résister (sans dégradations) à des températures de l'ordre de 200°C et à l'action des solvants usuels. L'ensemble des échantillons présentés ci-après est donc composé de films bicouches NOA65 (épaisseur de 4,7  $\mu\text{m}$ ) et de PMMA-co-DR1 (épaisseur de 1,2  $\mu\text{m}$ ).

Afin de disposer de plusieurs zones de mesures (4) et aussi afin de limiter les risques de la perte totale d'un wafer après réalisation des électrodes (échantillon court-circuité), un jeu de masques physiques a été réalisé permettant de définir quatre contre-électrodes de 2 cm de côté et quatre plots de contact de 0,7 cm de diamètre. La Figure 37 représente ces masques.



**Figure 37 - Schémas des masques utilisés pour la réalisation par évaporation des contre-électrodes fines d'or (gauche) et aussi pour la réalisation des plots de contact (droite).**

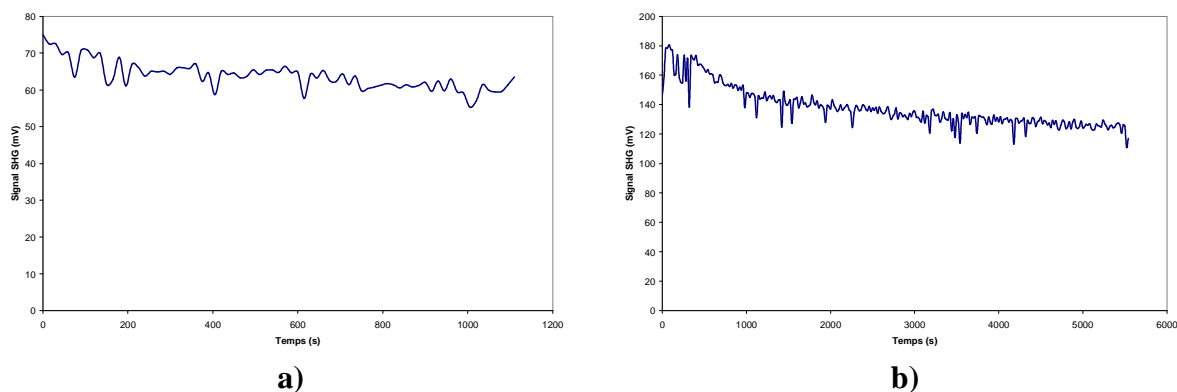
Après dépôt des contre-électrodes et plots de contact, chaque wafer est clivé en quatre échantillons indépendants (les suffixes A, B, C et D sont ajoutés au nom des échantillons), qui constitueront autant d'échantillons similaires pour les essais d'orientation ; chacun pouvant néanmoins subir un processus d'orientation différent. Les premiers essais ont été réalisés sur l'échantillon P183. La température d'orientation choisie est de 127°C (légèrement inférieure à la  $T_g$  du copolymère). La durée de la montée en température est de 20 mn, le maintien à la température d'orientation est de 15 mn. Une tension de 150V lui est progressivement appliquée avant le début du cycle thermique. Le champ ainsi généré est compris entre 115 et 125 V/ $\mu\text{m}$  et il est suffisant pour orienter selon la littérature [110]. En absence de signal de second harmonique, la tension est augmentée à 200 V (champ : 154-167 V/ $\mu\text{m}$ ) à l'instant  $t_0$ , puis à 250 V (champ : 192-209 V/ $\mu\text{m}$ ) 5 mn plus tard (instant  $t_1$ ). Elle est alors maintenue jusqu'à l'instant  $t_2$  (cf. Figure 38). Le refroidissement se fait par convection naturelle.



**Figure 38 – Cycle d’orientation du copolymère avec variation de tension jusqu’à obtention d’un signal de second harmonique.**

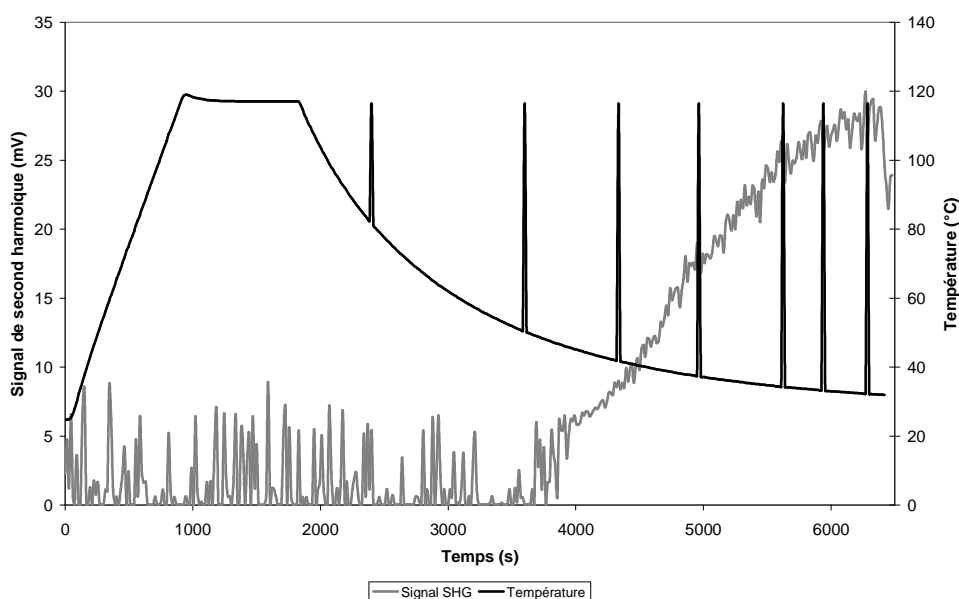
La relaxation rapide du signal de second harmonique provient probablement à la fois de la perte partielle d’orientation des chromophores (due au repositionnement spatial de ces derniers dans la matrice) et aussi au retour des molécules de PMMA auxquelles sont rattachées le DR1 à un état non excité (excitation due à l’agitation thermique) accentuant la diminution du signal [111]. Une tentative de réorientation de cet échantillon, avec un cycle thermique similaire et avec une tension appliquée de 200 V durant ce dernier, n’a pas donné de résultats probants.

De nouveaux essais sont réalisés en faisant varier la tension appliquée, le temps de montée, la température d’orientation ainsi que la durée du palier de maintien en température. Pour un certain nombre d’entre eux, bien que n’ayant donné lieu qu’à une apparition sporadique du signal de second harmonique lors de l’orientation proprement dite, il a été possible de mesurer du signal de second harmonique après retour à température ambiante et mise hors tension de l’échantillon. Des mesures du signal SHG ont été effectuées pour les échantillons P180A (immédiatement après le cycle d’orientation) et pour l’échantillon P180D (5 jours après l’orientation) (Figure 39). Les résultats obtenus montrent que des tensions appliquées inférieures ou égales à 150 V devraient être suffisantes pour orienter le copolymère. Les échantillons étant devenus trop conducteurs après l’orientation, il n’a pas été possible de mesurer le coefficient électro-optique  $r_{33}$  du matériau.



**Figure 39 - Signal SHG mesuré pour les échantillons a) P180A et b) P180D**

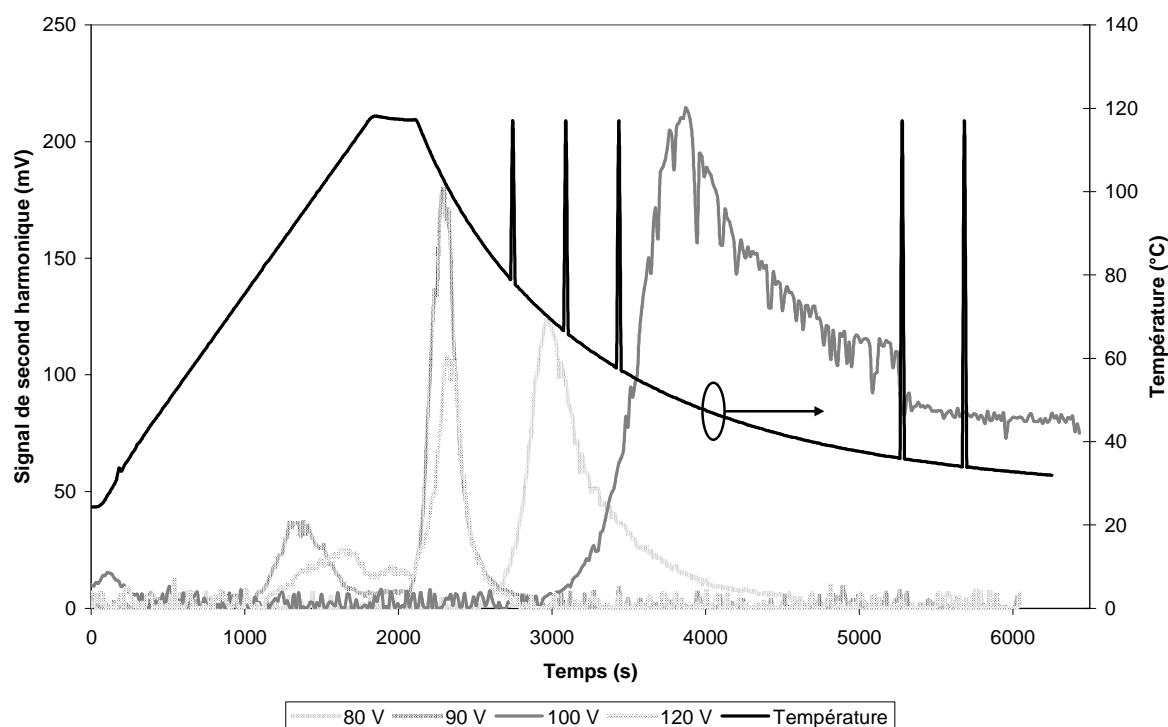
A partir des résultats obtenus des essais précédents, on procède à de nouveaux essais avec une température d'orientation à  $117^{\circ}\text{C}$ , une montée en température en 15 mn (afin de limiter l'action de l'hyper mobilité des chromophores due à une montée trop rapide en température) et un maintien en température d'une durée de 15 mn. La tension appliquée est alors de 100 V. L'échantillon P195A a été soumis à ce cycle d'orientation. On observe bien l'orientation du copolymère avec ces conditions, mais le signal mesuré est faible (Figure 40).



**Figure 40 - Orientation de l'échantillon P195A avec les conditions suivantes : montée de 15 mn, maintien de 15 mn,  $T_{pol} = 117^{\circ}\text{C}$  et  $V_{pol} = 100\text{ V}$ .**

Pour essayer de limiter la mobilité des chromophores, un cycle thermique modifié est appliqué à l'échantillon P196A. Le temps de montée est augmenté à 30 mn et le palier de maintien est diminué à 5 mn. La température d'orientation est conservée à  $117^{\circ}\text{C}$ . La tension appliquée est de 100 V. Dans ce cas, on observe des valeurs de signal SHG mesurées beaucoup plus importantes (Figure 41).

Ce cycle thermique ayant permis d'obtenir une orientation correcte de l'échantillon P196A, il sera appliqué tel quel sur les autres zones issues du même échantillon. La tension appliquée est différente en fonction de la zone soumise au processus d'orientation : P196B (120 V), P196C (80 V) et P196D (90 V).

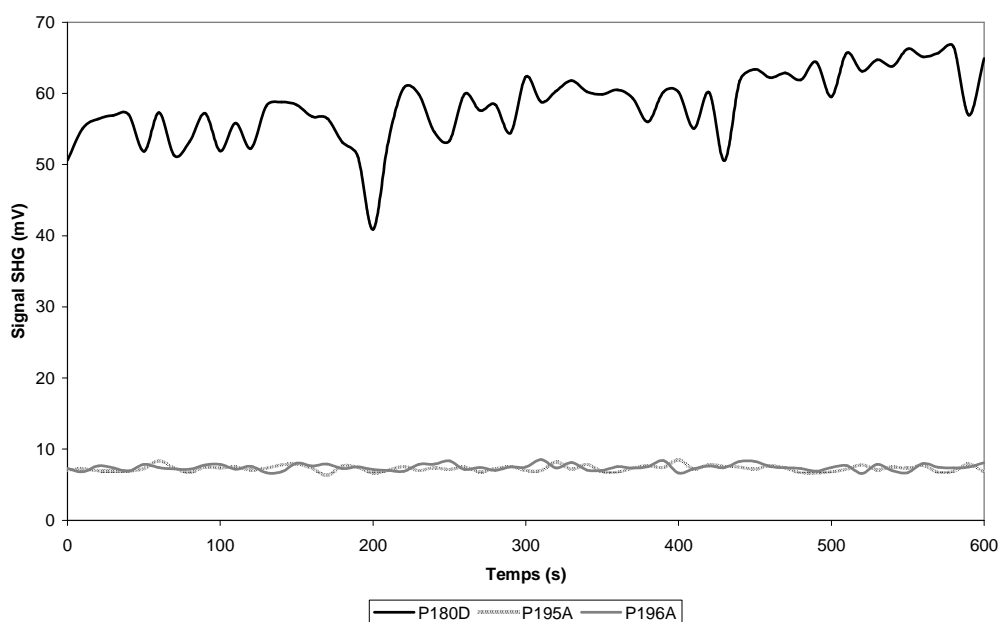


**Figure 41 - Signal SHG mesuré lors de l'orientation des 4 zones issues du clivage de l'échantillon P196 avec des tensions appliquées différentes et le même cycle thermique.**

Les résultats obtenus lors de ces diverses orientations sont représentés à la Figure 41. On constate que l'application d'une tension de 100 V permet d'obtenir la meilleure orientation des films de PMMA-co-DR-1 selon le niveau de signal de second harmonique atteint et la persistance de ce dernier.

En ayant en tête, la possible interaction localisée qui se produit entre le faisceau laser pulsé et de l'échantillon en présence du champ d'orientation (peut-être lié à l'injection de charges) et de la température élevée, nous avons effectué des mesures de signal de second harmonique de certains échantillons à température ambiante en absence de champ d'orientation pour s'affranchir de l'interaction localisée respectivement après 33 jours, 19 jours et 18 jours pour les échantillons P180D, 195A et 196A. Pour rappel, l'échantillon P180D a été orienté à 107°C avec une tension appliquée de 150 V (correspondant à un champ électrique compris entre 115 et 125 V/ $\mu\text{m}$ ) et les échantillons P195A et P196A ont été orientés à 117°C avec une tension appliquée de 100 V (correspondant à un champ électrique

compris entre  $77 \text{ V}/\mu\text{m}$  et  $83 \text{ V}/\mu\text{m}$ ). Dans les trois cas, un signal assez stable est mesuré sur une période de 10 mn (Figure 42).



**Figure 42 - Signal SHG mesuré pendant 10 minutes pour les échantillons P180D, P195A et P196A.**

Le Tableau 5 résume les conditions d'orientation appliquées pour les différents échantillons.

Echantillon	Température d'orientation (°C)	Montée en température (mn)	Maintien en température (mn)	Tension d'orientation (V)
P180A	107	20	25	100
P180B	127	20	15	250
P180C	127	15	10	200
P180D	117	15	10	150
P180D (bis)	107	15	15	150
P195A	117	30	5	100
P196A	117	30	5	100
P196B	117	30	5	120
P196C	117	30	5	80
P196D	117	30	5	90

**Tableau 5 - Conditions d'orientation de divers échantillons de PMMA-co-DRI.**

Il n'a pas été possible de mesurer le coefficient électro-optique de l'échantillon P180D (son impédance interélectrode après orientation est comprise entre 0,5 et  $6 \Omega$ ). Des mesures de  $r_{33}$  ont été réalisées sur l'échantillon P195A (les mesures devraient donner des résultats identiques pour P196A, le signal SHG de ces deux échantillons étant quasiment identiques). On a pu mesurer un coefficient électro-optique, bien que plutôt faible, à 1320 et 1550 nm.

Ces essais confirment que la tension appliquée de 100 V (correspondant à un champ électrique compris entre 77 V/ $\mu\text{m}$  et 83 V/ $\mu\text{m}$ ) est suffisante pour orienter le copolymère PMMA-co-DR1. Ils confirment aussi que pour obtenir une bonne orientation, il est nécessaire de travailler à des températures d'orientation bien inférieures à la température de transition vitreuse du matériau. Cela devrait aussi permettre d'éviter d'endommager les échantillons afin qu'ils puissent être réutilisés pour la mesure du coefficient électro-optique par mesure Teng-Man. Ils confirment aussi le bon fonctionnement de la technique d'orientation par électrodes de contact au sein du laboratoire. Cela nous permet de procéder à l'orientation d'échantillons incorporant des chromophores plus performants synthétisés dans le cadre du projet ModPol, CPO-1 notamment.

### **III. 3. 2 - Orientation du matériau de cœur : PMMI/CPO-1**

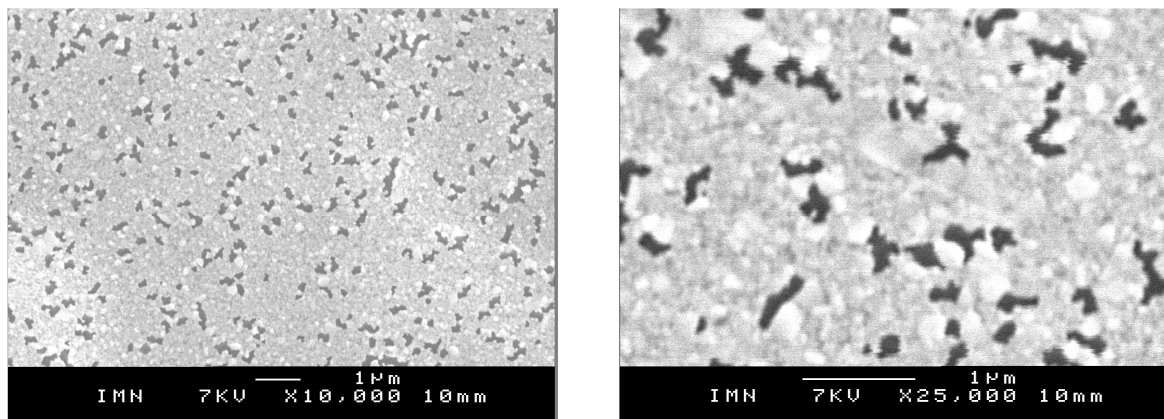
Les films de PMMI/CPO-1 sont préparés suivant le protocole suivant : le PMMI et le CPO-1 sont dissous dans le trichloroéthane. Le PMMI a une concentration de 200 g/l. Le CPO-1 sera incorporé à 20% massique, du mélange PMMI/CPO-1) pour la réalisation des films de polymère électro-optique. Pour homogénéiser le mélange, un recuit à 160°C durant 30 mn est réalisé en étuve, immédiatement après dépôt du film par centrifugation. Les épaisseurs de films ainsi obtenues sont typiquement comprises entre 3,6 et 3,7  $\mu\text{m}$  (épaisseur mesurée par microscope à balayage électronique). La  $T_g$  du mélange est alors de 155°C. Il a un indice de réfraction de 1,63 à 1550 nm. Identiquement au procédé développé pour le PMMA-co-DR-1, un film de NOA65 (4,7  $\mu\text{m}$ ) est déposé sur le substrat avant la réalisation de la couche de PMMI/CPO-1. La présence de ce film a permis de diminuer les risques de courts-circuits (problème récurrent avec les échantillons réalisés avec seulement la couche de matériau actif).

#### ***III. 3. 2. 1 - Mesures réalisées à l'IETR (Nantes)***

Les premiers essais ont été réalisés sur l'échantillon P198. Les échantillons P198A et P198B ont subi un cycle thermique similaire (température d'orientation de 150°C, montée en température en 40 mn, durée du palier de maintien de 15 mn, refroidissement par convection naturelle). Seule la tension appliquée est différente : 200 V (champ compris entre 54 et 56 V/ $\mu\text{m}$ ) pour P198A et 250 V (champ compris entre 67,6 et 69 V/ $\mu\text{m}$ ) pour P198B. Nous avons de nouveau rencontré les problèmes de mesure du signal (faible ou éphémère) de second harmonique, identiquement aux phénomènes observés sur le PMMA-co-DR1. En outre, un voile est apparu sur la contre-électrode de ces deux échantillons lors du processus



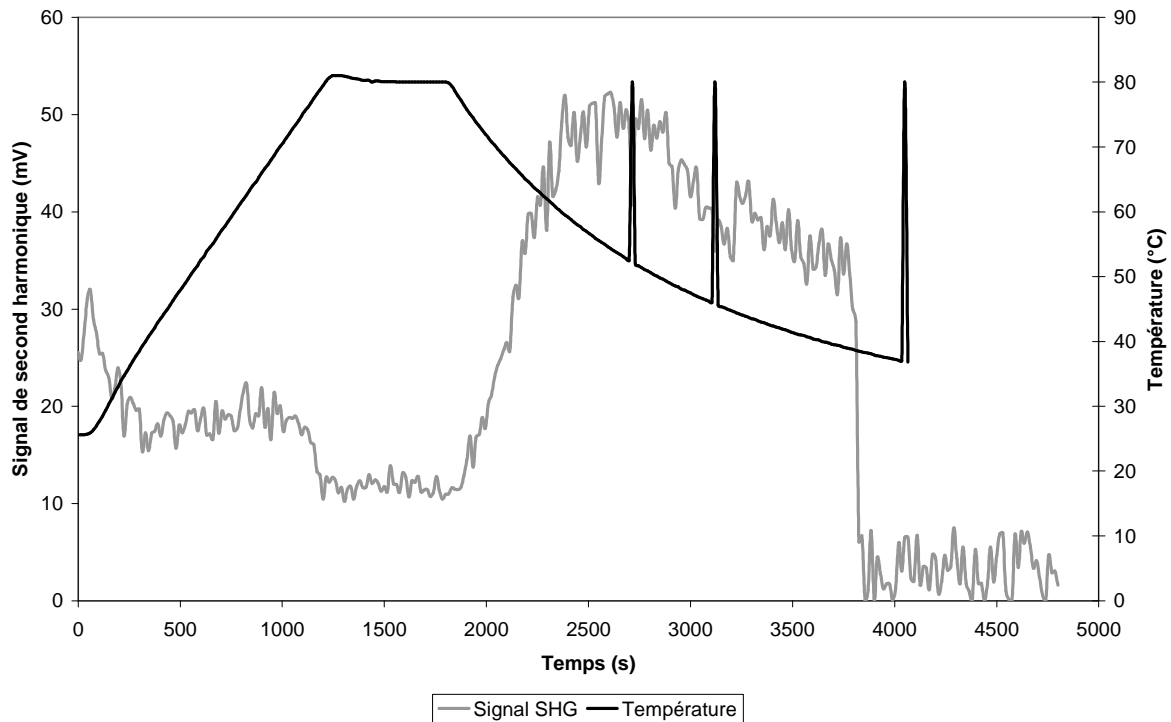
d'orientation. Afin de déterminer ce qui pourrait être à l'origine de cette modification, ces deux échantillons sont passés au microscope électronique à balayage. On peut constater alors que la surface de l'électrode est constellée de micro-claquages (Figure 43). Ce sont ces derniers qui engendrent l'aspect « voilé » de ces échantillons.



**Figure 43 – Micro-claquages apparus à la surface des échantillons P198A et P198B après avoir subis le cycle d'orientation.**

Pour les échantillons P198C et P198D, une température d'orientation inférieure ( $135^{\circ}\text{C}$ ) a été adoptée pour tenter de limiter ces dégâts au niveau de la contre-électrode (fine couche d'or). Les temps de montée et de maintien en température sont respectivement ramenés de 40 à 30 mn et de 15 à 5 mn. Une tension de 200 V (champ compris entre 54 et  $55,6 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) est appliquée à P198C et 150 V (champ compris entre 40,5 et  $41,7 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) à P198D. Dans les deux cas, un signal de second harmonique est apparu momentanément, lors de la montée en température et lors du refroidissement. Il disparaît à température ambiante. Ce phénomène s'étant déjà produit avec le copolymère PMMA-co-DR1, une mesure du signal de second harmonique est effectuée sur ces échantillons 13 jours après orientation. Le signal moyen mesuré sur une période de 5 mn est de 857 mV (P198C) et 26 mV (P198D). On a pu ainsi mesurer par la technique de réflexion Teng-Man, à 1550 nm, un coefficient électro-optique moyen  $r_{33} = 3,7 \text{ pm/V}$  pour l'échantillon P198C et  $r_{33} = 0,1 \text{ pm/V}$  pour l'échantillon P198D (la moyenne est faite pour 4 mesures).

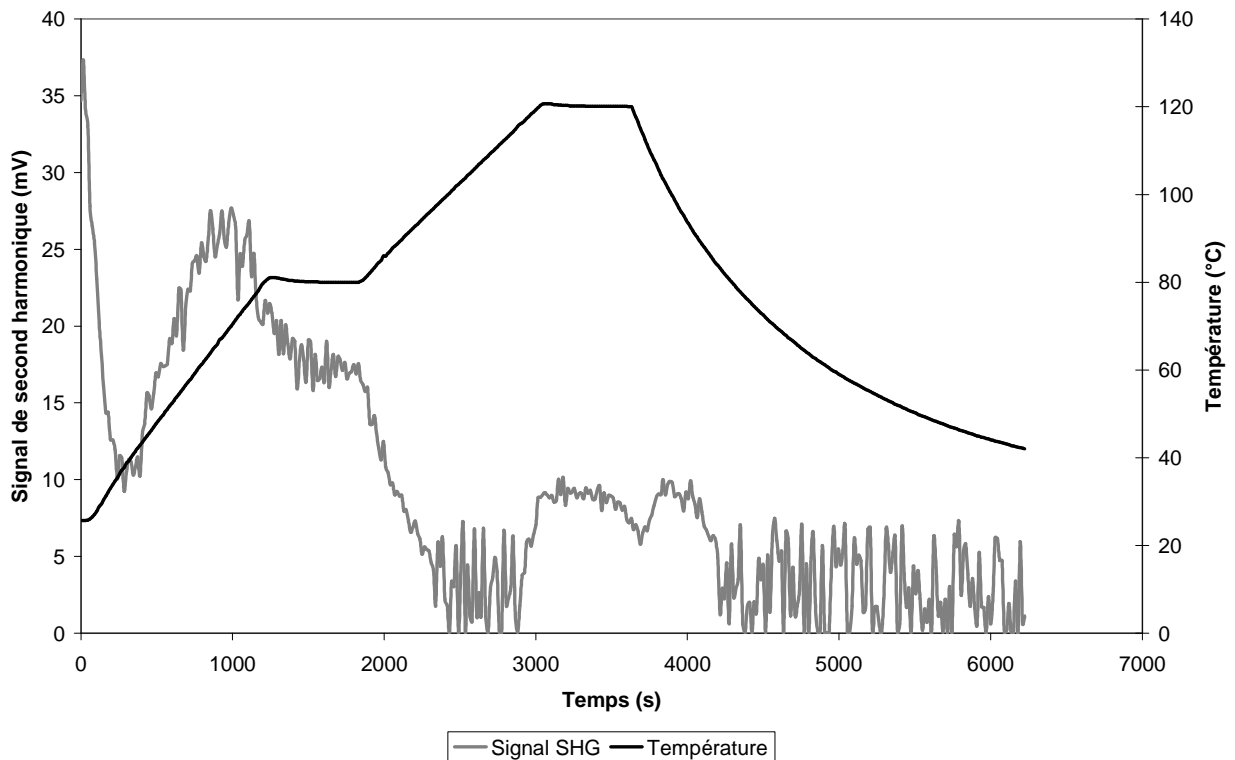
De nouvelles tentatives d'orientation sont réalisées afin d'étudier l'influence de la température sur l'obtention du signal de second harmonique lors de l'opération d'orientation des chromophores.



**Figure 44 - Cycle d'orientation de l'échantillon P205B ( $T_{pol} = 120^{\circ}\text{C}$  et  $V_{pol} = 200\text{ V}$ ).**

Sur la Figure 44, on peut observer la mesure du signal SHG lors de l'orientation de l'échantillon P205C. La température d'orientation choisie est de  $80^{\circ}\text{C}$ . Le temps de montée en température est de 20 mn et le temps de maintien est de 10 mn. La tension appliquée est de 200 V durant la totalité du cycle thermique. On peut alors observer que le champ électrique est suffisant pour générer l'orientation des chromophores dès la température ambiante. La diminution de niveau, lors du palier est due au fait que l'agitation thermique est encore assez importante pour nuire au bon déroulement de l'orientation. Dès la descente en température, le signal croît. La brusque disparition du signal, lors de l'extinction de la tension d'orientation, est probablement liée aux deux cycles prolongés d'ultrasons (de plus de 14 heures) qui ont pu détériorer à la fois les chaînes polymériques et aussi les chromophores. Cela permettrait aussi d'expliquer les niveaux peu élevés de signal SHG mesuré.

Afin de déterminer la température limite à laquelle peuvent être portés les échantillons orientés sous tension de 200 V, un échantillon a été soumis à un cycle thermique particulier : une première montée assez lente (20 mn) en température à  $80^{\circ}\text{C}$ , puis un maintien de 10 mn à cette dernière, puis une seconde montée de 20 mn pour atteindre les  $120^{\circ}\text{C}$ , et la température sera maintenue à cette valeur durant 10 mn. Le retour à température ambiante se fait par convection naturelle.



**Figure 45 - Orientation d'un échantillon de PMMI/CPO-1 avec double palier de température.**

Comme précédemment, le signal est présent dès le début du cycle thermique. Il se stabilise dans le premier palier pour ensuite décroître lors de la seconde montée en température (cette décroissance tend à montrer que les effets thermiques deviennent un peu plus prépondérants). Le signal se stabilise dans le second palier pour ensuite disparaître. Cette disparition est probablement liée à des dégradations supplémentaires (dus aux effets thermiques) au niveau des chromophores. Cela laisserait penser que pour cette valeur de champ, il serait assez difficile de faire le suivi de l'orientation in-situ avec des températures supérieures à 100°C.

Du fait que l'on ait pu mesurer le coefficient électro-optique  $r_{33}$  avec les échantillons P198C et P198D alors que le signal de second harmonique détecté en temps réel était sporadique, nous avons décidé de réaliser des tentatives d'orientation en « aveugle ». C'est-à-dire que l'orientation est réalisée sans acquisition de signal de second harmonique. Pour ces différents essais, les paramètres du cycle thermique d'orientation sont modifiés à chaque essai. Puis dans la foulée de la tentative d'orientation, l'échantillon est placé sur le banc Teng-Man pour la mesure du coefficient électro-optique. Dans le Tableau 6 sont résumées les conditions d'orientation utilisées pour l'orientation en « aveugle » d'échantillons :

Echantillon	Température d'orientation (°C)	Montée en température (mn)	Maintien en température (mn)	Tension appliquée (V)	r <sub>33</sub> mesuré à 1550 nm (pm/V)
P206B	140	35	5	350	4
P206C	150	35	5	400	25
P206D	150	35	5	300	5,5
P210A	140	35	5	400	11,6
P210B	140	5	5	400	8,8
P210C	120	5	5	400	6,6
P210D	140	35	5	350	7

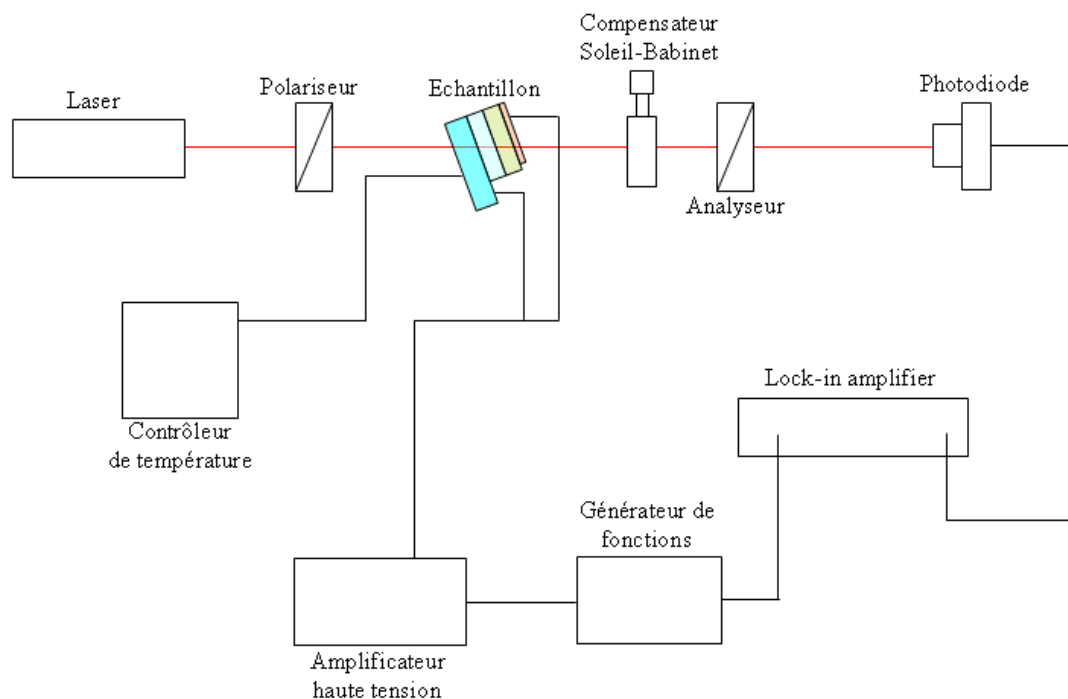
**Tableau 6 - Tableau récapitulatif des conditions d'orientation en "aveugle" d'échantillons de PMMI/CPO-1 ainsi que le r<sub>33</sub> mesuré.**

Pour pouvoir orienter de manière correcte (en maximisant le coefficient tout en limitant les dégradations de l'électrode supérieure), il est nécessaire d'orienter le polymère actif avec des températures inférieures à 120°C et des tensions au minimum de 400 V. Ce choix est dicté par le fait que pour des températures supérieures de fortes dégradations sont apparues sur les échantillons.

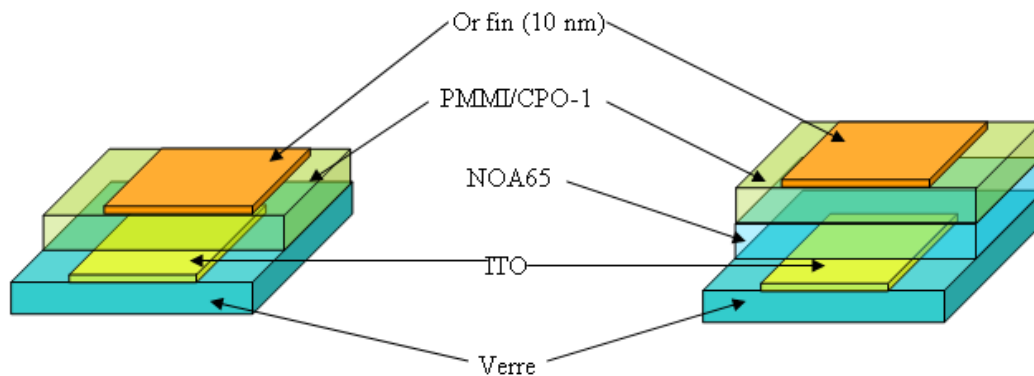
### ***III. 3. 2. 2 - Mesures complémentaires à l'IPCMS de Strasbourg***

Une campagne de mesures complémentaires du coefficient électro-optique a été réalisée à l'IPCMS de Strasbourg. Le banc de caractérisation y étant disponible permet de réaliser l'orientation des échantillons tout en faisant le suivi in-situ de l'évolution de l'intensité modulée (Figure 46). Le montage optique est dans une configuration en transmission. Le faisceau incident est généré par une diode laser fonctionnant à la longueur d'onde de 1550 nm. La puissance délivrée par cette source est de l'ordre du milliwatt. L'échantillon est placé dans un support permettant un contrôle de température avec une précision de l'ordre du dixième de degré. Un système de refroidissement (constitué d'un ventilateur) permet de ramener la cellule à température ambiante en un temps plus court que par seule convection naturelle. L'échantillon est orienté à 45° par rapport au faisceau incident. Pour réaliser simultanément le processus d'orientation des chromophores et la détermination du coefficient électro-optique du matériau, la tension appliquée est la résultante d'une composante continue haute tension et d'une composante alternative à fréquence fixe (527 Hz dans notre cas). La composante continue haute tension sert à orienter les chromophores et la composante alternative à induire une modulation de polarisation du faisceau incident, convertie en modulation d'amplitude par le polariseur de sortie (analyseur). Une photodiode est utilisée pour collecter le faisceau optique après son passage au travers de l'échantillon; son signal de sortie est envoyé vers un amplificateur à détection synchrone.

Les échantillons sont réalisés sur des wafers de verre recouverts d'une couche d'oxyde transparent conducteur (ITO). Un masque de Kapton sert à structurer l'électrode en ITO par attaque acide. La ou les couche(s) de polymère est (sont) déposée(s) tout en réservant une bande de contact sur l'électrode inférieure en ITO. Le protocole de réalisation des couches de polymère étant celui décrit précédemment, on obtient des épaisseurs respectives d'environ 3,7  $\mu\text{m}$  pour le PMMI/CPO-1 et de 4,7  $\mu\text{m}$  pour la NOA65. Puis une fine contre-électrode en or (10 nm d'épaisseur) est réalisée par pulvérisation. La Figure 47 illustre schématiquement les échantillons monocouches et bicouches réalisés. Le contact électrique de la cellule est assuré à l'aide de fils attachés aux électrodes (ITO et or) par laque d'argent. Pour protéger les zones de contact et afin de renforcer la cellule, des bandes de Kapton sont utilisées.



**Figure 46 - Schéma synoptique du banc de caractérisation disponible à l'IPCMS pour la réalisation de l'orientation avec suivi en temps réel du coefficient  $r_{33}$ .**



**Figure 47 - Structure des échantillons utilisés pour les mesures de  $r_{33}$  à l'IPCMS de Strasbourg.**

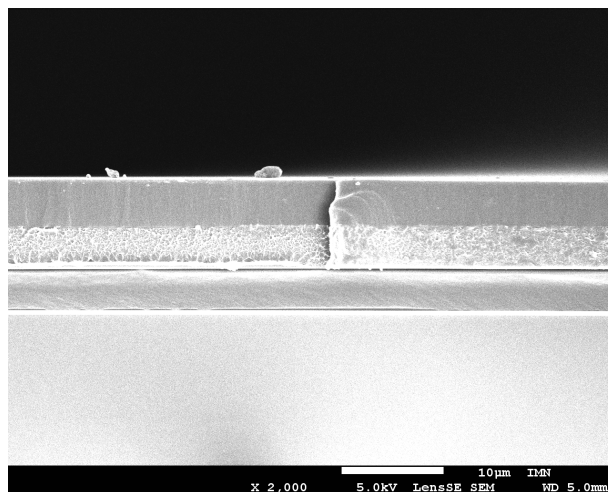
Du fait de l'importance des courants de fuites observées sur les cellules constituées uniquement de la couche active, le coefficient électro-optique mesuré est au mieux de 1,6 pm/V (hors tension et à température ambiante). L'existence de ces courants de fuites confirme, par ailleurs, que ce phénomène déjà apparu sur les échantillons réalisés pour les caractérisations à l'IETR (Nantes) n'est pas imputable au procédé de fabrication, différent, mais bien aux caractéristiques du matériau.

Lors de l'orientation des structures bicouches, on peut observer la génération de l'effet électro-optique dès la température ambiante comme cela avait été observé dans la configuration entre deux électrodes d'or sur les échantillons caractérisés à l'IETR (Nantes). Le maximum de signal modulé a pu être observé pour une température d'orientation proche de 100°C. Pour des températures supérieures, la valeur du coefficient décroît légèrement à champ électrique appliqué constant. Un autre inconvénient lié à l'hyper-mobilité du chromophore dans la matrice de PMMI est une relaxation importante des effets électro-optiques après mise hors tension et retour à température ambiante de la cellule. Cette décroissance du signal peut s'élever à plus de 50% de la valeur maximale mesurée sous champ. Le coefficient  $r_{33}$ , le plus élevé obtenu hors tension et à froid, est de 21,5 pm/V. Il a été orienté avec une tension appliquée de 500 V et à une température de 100°C. Cela confirme pour une orientation correcte, la température doit être inférieure à 120°C et la tension supérieure à 400 V.

### ***III. 3. 2. 3 - Orientation d'échantillons en structure tricouche***

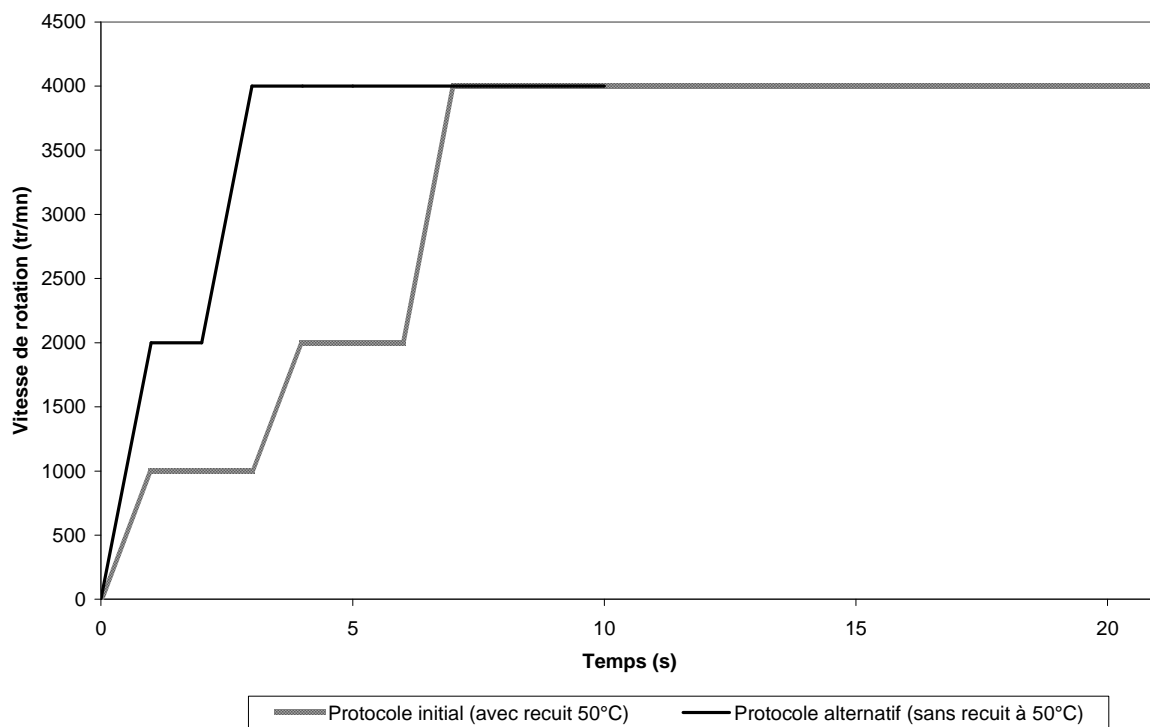
Il est maintenant nécessaire de connaître le coefficient électro-optique lorsque l'échantillon est en configuration tricouche puisque cette configuration correspond à celle du guide optique final. Pour ce guide optique, les gaines inférieure et supérieure sont en NOA65.

Pour la réalisation de la gaine inférieure en NOA65, les paramètres de dépôt de la couche sont les suivants : 3 paliers de vitesse successifs de 1000 tr/mn pendant 2s, 2000 tr/mn pendant 2s et 4000 tr/mn pendant 14s avec une accélération sur une seconde entre chacun de ces paliers. Immédiatement après dépôt, l'échantillon est chauffé sur plaque à 50°C pendant 15 mn (pour l'évacuation du solvant), puis il est exposé aux ultraviolets pour la réticulation. Pour les premiers essais de réalisation de la gaine supérieure, les paramètres de dépôt de la solution de NOA65 sont identiques à ceux utilisés pour la réalisation des films de la gaine inférieure. Lors de la réalisation de la gaine supérieure des craquelures sont apparues à la surface de l'échantillon. La surface du film de PMMI/CPO-1 étant plus rugueuse que celle du silicium (recouvert d'or), cela entraîne des variations d'épaisseur de la gaine supérieure de NOA65. Eventuellement, ces dénivellations peuvent se transformer en craquelures lors de l'étape d'évaporation du TCE (recuit sur plaque chauffante à 50°C pendant 15 mn). Les craquelures créées au niveau de la gaine supérieure sont répercutées au niveau de la couche active (Figure 48). Du fait de la présence de ces craquelures, la réalisation d'électrodes pour le processus d'orientation est problématique (risque de discontinuité électrique et donc orientation non-homogène, création de filaments métalliques pouvant entraîner des courts-circuits dans la structure tricouche polymérique).

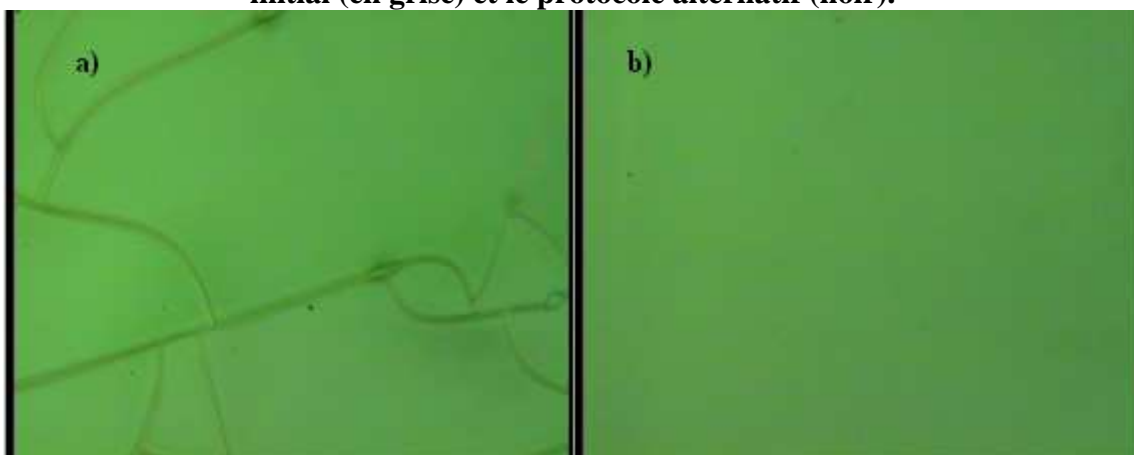


***Figure 48 - Craquelure se prolongeant de la gaine supérieure à la couche active.***

Le protocole de dépôt a été réajusté et cela a permis de minimiser les contraintes mécaniques apparaissant lors de l'insolation de la gaine supérieure (modifications de la durée des paliers de vitesses, élimination du recuit à 50°C de 15 mn) (Figure 49). Après le dépôt de la gaine supérieure, l'insolation est directement réalisée. Du fait d'avoir diminué les cycles d'accélération, cela a permis de réduire les ondulations dans le film de gaine supérieure. Une évaporation, sans recuit du solvant, a permis de diminuer de manière considérable la densité des craquelures à la surface des tricouches (Figure 50).

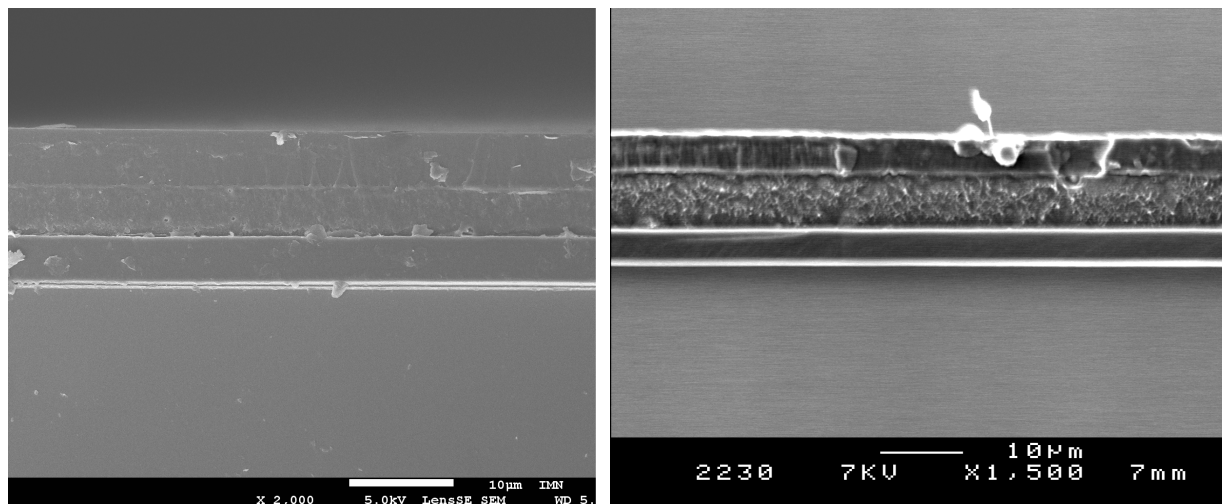


**Figure 49 - Protocoles du dépôt de la gaine supérieure par centrifugation : le protocole initial (en gris) et le protocole alternatif (noir).**



**Figure 50 - Images par microscope optique (avec un grossissement de 50) de la surface de tricouche NOA65\_PMMI/CPO-1\_NOA65 : a) avec le protocole de dépôt de la NOA65 non modifié b) avec le protocole alternatif de dépôt de la gaine supérieure en NOA65.**





*Figure 51 - Tranches de deux échantillons réalisés en utilisant le protocole modifié de dépôt de la gaine supérieure.*

Nous avons ainsi pu obtenir des échantillons tricouches (Figure 51) aptes à passer l'étape de la réalisation d'électrode d'orientation, du fait de la quasi disparition des défauts de surface [112], après dépôt de la fine contre-électrode en or. En se basant sur les résultats obtenus à l'IPCMS, des échantillons ont été orientés en appliquant une tension d'orientation de 500 V. Le temps de montée et de maintien en température est de 15 mn. Le seul paramètre à avoir été modifié est la température d'orientation (nous la faisons varier entre 90 et 120°C). Les meilleurs résultats ont été obtenus pour une température de 100°C. Le coefficient électro-optique  $r_{33}$  mesuré est de 28 pm/V.

### **III. 4 - Mesure de la permittivité diélectrique des matériaux polymères**

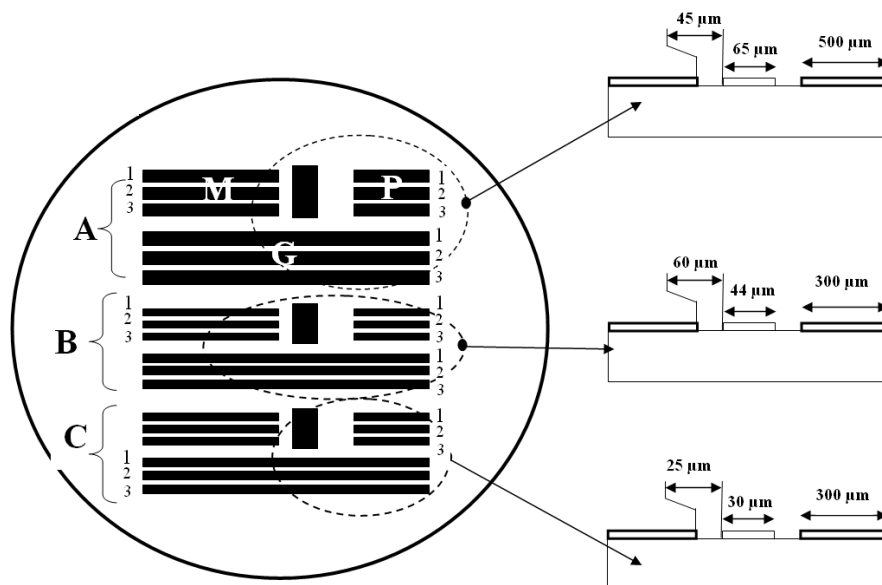
Il est aussi nécessaire de connaître la permittivité diélectrique des matériaux polymères afin de pouvoir dimensionner l'électrode de commande du futur dispositif. Un protocole, développé au sein de l'IEMN, permet de remonter à la permittivité complexe des matériaux en couche mince ainsi que leur tangente de pertes. Ce protocole a été décrit à la section II. 4 - de ce document. Dans la présente section, nous allons présenter les valeurs obtenues pour différents matériaux retenus dans le cadre du projet.

#### **III. 4. 1 - Réalisation des jeux de lignes nécessaires à la mesure des paramètres S**

La méthode exposée au chapitre II nécessite la mesure de paramètres S de lignes de propagation microondes. Avant de réaliser les dépôts de films polymères, il faut choisir un substrat, dit de référence, présentant des pertes microondes les plus faibles possible. En effet pour la configuration coplanaire des lignes microondes utilisées dans cette étude, une partie

non négligeable de l'onde hyperfréquence se propage dans le substrat. Plus les pertes de ce dernier sont importantes, plus elles masqueront celles du matériau polymère à caractériser et plus la dynamique de la mesure sera réduite. De ce fait, les substrats de silicium, même de haute résistivité, ont été écartés. Le choix s'est porté sur des substrats en arséniure de gallium (GaAs) semi-isolant dont les propriétés de faibles pertes microondes ont été reportées [113].

Trois jeux de lignes se différenciant par la largeur du conducteur central et l'espace conducteur central-plans de masse latéraux ont été réalisés (Figure 52). Chaque jeu comprend des lignes de longueur différente (0,5 cm, 1 cm et 2 cm), ce qui permet, par mesures comparatives, d'annuler l'influence des zones de contact et de ne travailler que sur la partie propagative de la ligne.



G: Grandes lignes, L= 2 cm, M: lignes Moyennes L= 1 cm, P: Petites lignes, L=0.5 cm

**Figure 52 - Ensembles de lignes réalisées pour mesures des paramètres S.**

Les dimensions des lignes sont choisies afin d'assurer une propagation microonde monomode sur l'ensemble du domaine fréquentiel investigué (jusqu'à 30 GHz puis 60 GHz).

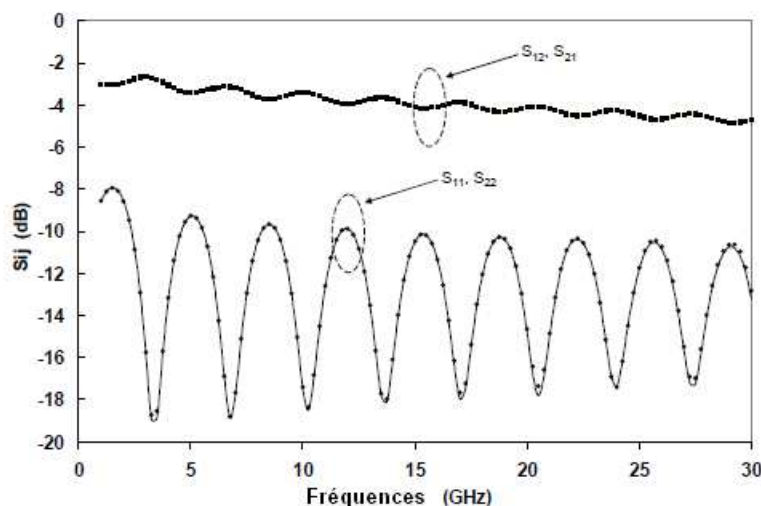
Concernant la réalisation des échantillons destinés à la mesure de la permittivité des matériaux polymères, un film du matériau polymère à caractériser est déposé par centrifugation sur un substrat de GaAs de référence. Un dépôt métallique pleine plaque est réalisé sur le polymère. Ce dépôt est constitué d'une fine couche de titane de 30 nm d'épaisseur et d'une couche d'or de 400 nm d'épaisseur. Le titane sert ici principalement à protéger le polymère à la fois des révélateurs de résines photosensibles, des plasmas de nettoyage et des solutions de gravure chimiques de l'or lors de l'étape de définition des lignes

coplanaires. Le masque des lignes (Figure 52) est ensuite reporté par lithographie optique. Ce masque permet la définition des différentes lignes par la gravure chimique de la couche d'or. Une gravure sèche est ensuite utilisée pour retirer le masque en résine. Enfin la couche protectrice de titane est enlevée par gravure humide.

### III. 4. 2 - Détermination de la permittivité diélectrique des matériaux polymères

Les paramètres S des différents jeux de lignes sont mesurés à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel Agilent associé à une station de mesures sous pointes Cascade Microtech. Cette mesure est réalisée pour les lignes fabriquées d'une part sur un substrat de GaAs (servant de référence) et d'autre part sur un substrat de GaAs recouvert d'un des matériaux polymère suivants : APC/CPO-1 (envisagé dans un premier temps comme matériau de cœur), PMMI/CPO-1 (matériau finalement retenu comme matériau de cœur de la structure optique) et NOA65 (matériau de gaine optique).

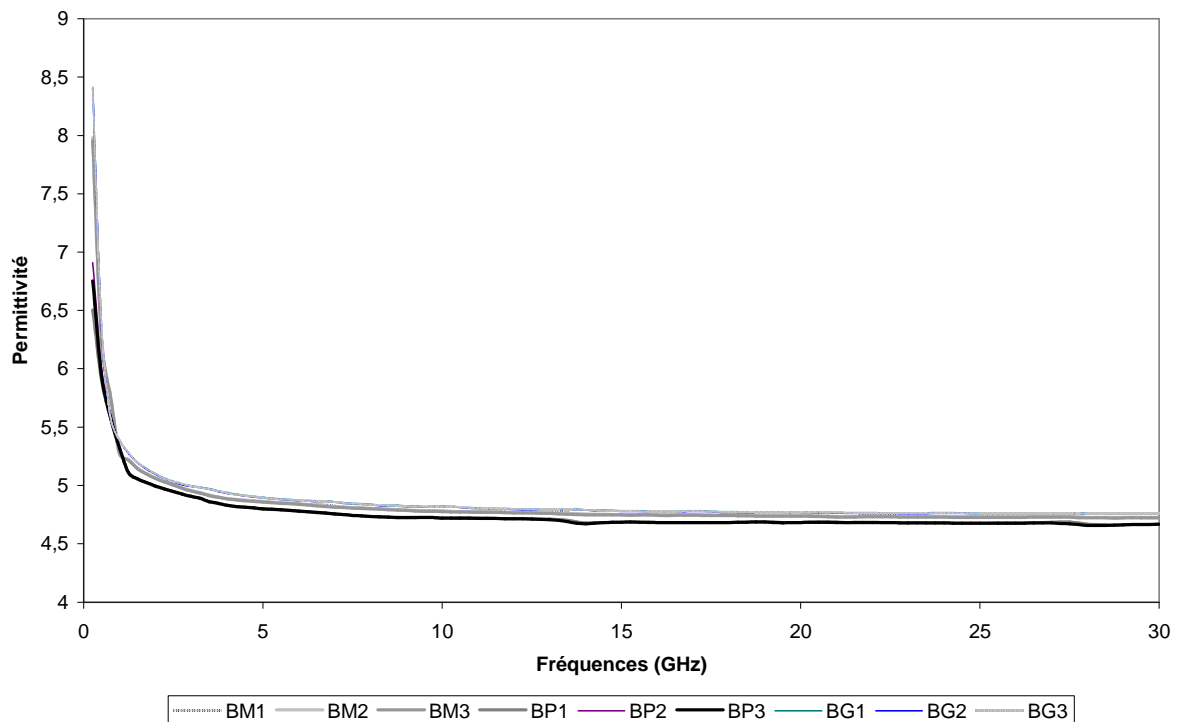
La Figure 53 représente les paramètres S mesurés sur une ligne coplanaire de 2 cm de long déposée sur une couche de NOA65 d'épaisseur de 5  $\mu\text{m}$ . La parfaite superposition des courbes représentatives des paramètres en réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$ , d'une part, et des paramètres en transmissions,  $S_{12}$  et  $S_{21}$  d'autre part, est un gage de la bonne qualité du posé de pointes lors de la mesure de ces derniers.



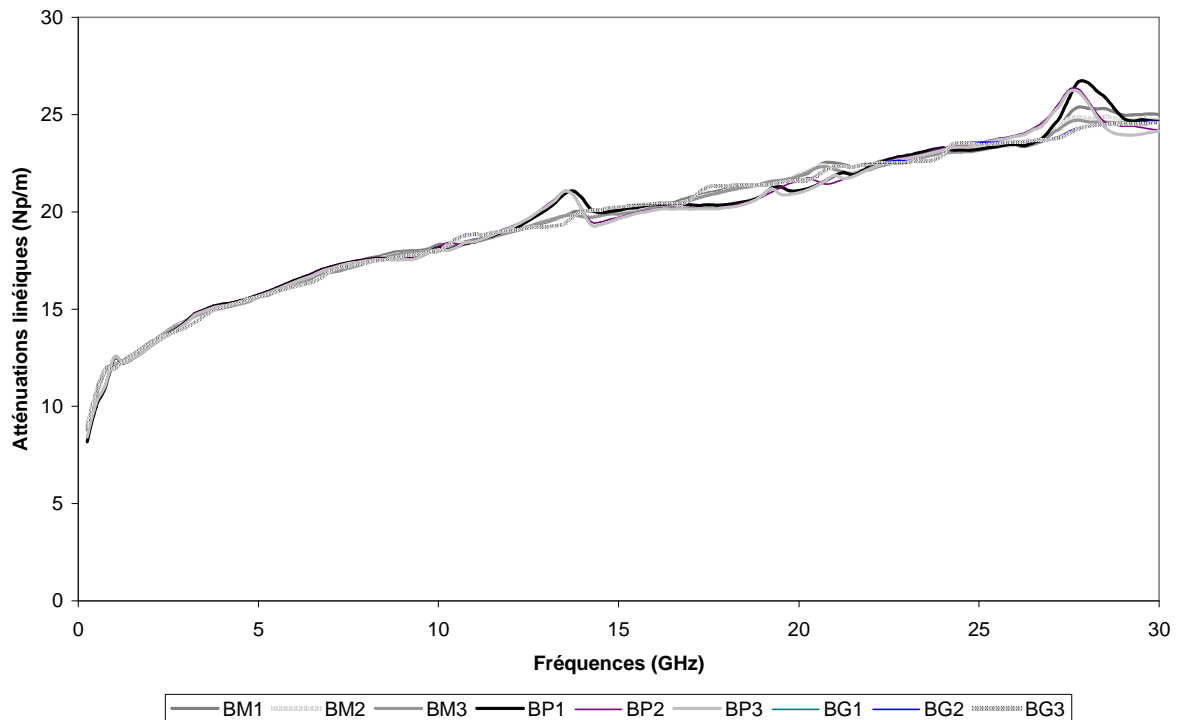
**Figure 53 - Paramètres S mesurés pour un film de NOA65 de 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur GaAs.**

Une fois, les paramètres S mesurés, la constante de propagation de la ligne coplanaire est déterminée et, ensuite, la permittivité complexe du matériau polymère (voir § II.4).

Une amélioration récente de l'algorithme d'extraction de la valeur de la permittivité permet d'en déterminer la valeur en ne travaillant que sur les paramètres S obtenus sur une seule longueur de ligne (et non obligatoirement sur une paire comme avec la méthode Bianco-Parodi). Ce procédé a été testé sur l'ensemble des lignes B (Figure 52) réalisées sur le wafer recouvert de la couche de NOA65 déposé sur GaAs. La permittivité effective ainsi que les pertes linéiques obtenues de la sorte sont représentées sur les Figure 54 et Figure 55 respectivement. On peut constater que les valeurs ainsi calculées sont quasi identiques quelle que soit la longueur ou la ligne coplanaire utilisée.

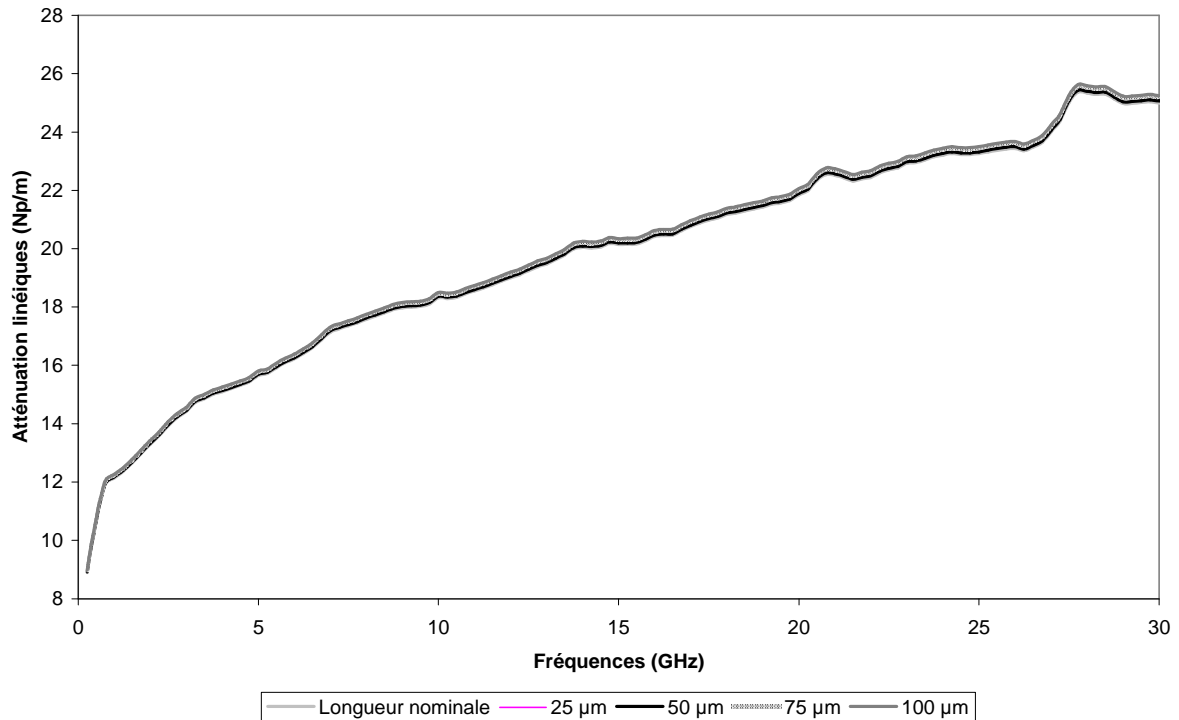


**Figure 54 -  $\epsilon_r$  effectif du mode de propagation des lignes coplanaires (type B) réalisées sur NOA65.**



**Figure 55 - Atténuation linéique des lignes coplanaires (type B) réalisées sur NOA65.**

L'acquisition des données n'étant plus réalisée que sur une seule ligne, nous nous sommes intéressés de savoir si le posé de pointes lors de l'acquisition des paramètres S d'une ligne ne pouvait avoir une quelconque influence quant à l'extraction de la constante de propagation. Si les pointes sont posées de manière à ce qu'elles ne soient pas aux extrémités immédiates de la ligne, des ondes réfléchies supplémentaires peuvent être générées pouvant nuire à la justesse des paramètres calculés à l'aide de l'algorithme d'extraction. On a considéré un posé de pointes en déport du bout de la ligne de 25, 50, 75 et 100  $\mu\text{m}$ . Les pertes linéiques ainsi obtenues pour la ligne coplanaire BM1 (Figure 56) montrent que ces variations de position lors du posé de pointes ont très peu d'influence sur les valeurs calculées tout au moins dans le domaine fréquentiel qui nous intéresse.



**Figure 56 - Influence du décalage des pointes sur la valeur calculée de l'atténuation linéique pour une ligne moyenne sur NOA65 réalisée sur GaAs.**

Le second programme utilisé, basé sur les éléments finis, permet de calculer la constante de propagation « théorique » de la ligne de propagation en prenant comme données de départ ses dimensions physiques et les propriétés des différents matériaux la constituant. Tant que la valeur « théorique » n'est pas identifiée à la valeur « expérimentale » déterminée ci-dessus (à partir des paramètres S), la valeur des différentes propriétés des matériaux est modifiée.

Les propriétés du GaAs semi-isolant ont été déterminées à partir des lignes réalisées directement sur ce substrat de référence. La tangente de pertes du GaAs est de  $2 \times 10^{-4}$  et sa permittivité est de 12,9 sur la bande de fréquence de l'étude (valeur en adéquation avec les valeurs trouvées dans la littérature [114]). Ces mêmes lignes permettent aussi d'obtenir la conductivité de la couche métallique constituant les électrodes. Pour les lignes de propagation réalisées sur films de polymères, les seules inconnues sont alors les propriétés diélectriques de ces derniers. On a ainsi déterminé une valeur moyenne de la permittivité relative de 2,85 et 3,2, sur la bande de fréquences s'étendant jusqu'à 30 GHz, respectivement pour l'APC/CPO-1 et le NOA65 et des tangentes de pertes respectives de  $8 \times 10^{-3}$  et  $2,2 \times 10^{-2}$  (voir Figure 57) [115]. Le Tableau 7 regroupe ces valeurs pour les principaux matériaux pouvant être utilisés pour la réalisation d'un modulateur.

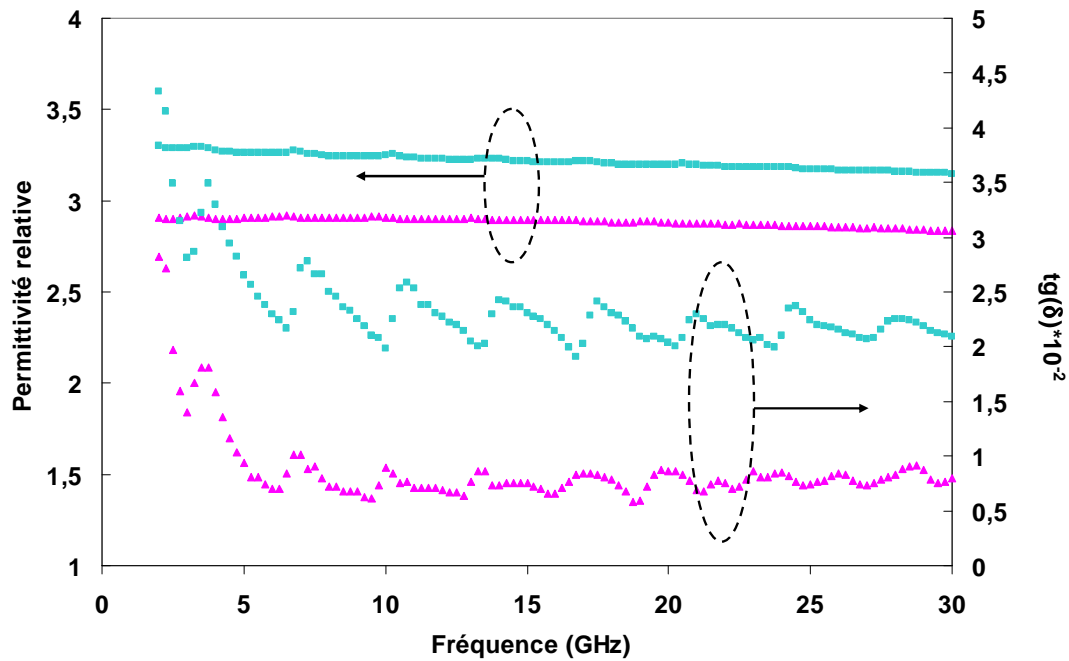


Figure 57 - Tangente de pertes et partie réelle de la permittivité complexe du NOA65 (■) et de l'APC/CPO1 (▲) jusqu'à 30 GHz.

@ f = 30 GHz	NOA65	APC/CPO-1	PMMI/CPO-1
Permittivité relative	3,2	2,85	3,15
Tangente de pertes	$2,2 \times 10^{-2}$	$8 \times 10^{-3}$	$< 1 \times 10^{-2}$

Tableau 7 - Récapitulatif des valeurs de permittivité relatives et de tangentes de pertes pour la NOA65, l'APC/CPO-1 et le PMMI/CPO-1.

Ces valeurs de permittivité et de tangentes de pertes de la NOA65 et du PMMI/CPO-1 ont été retenues pour la réalisation des simulations numériques des structures optiques et microonde de modulateurs Mach-Zehnder.

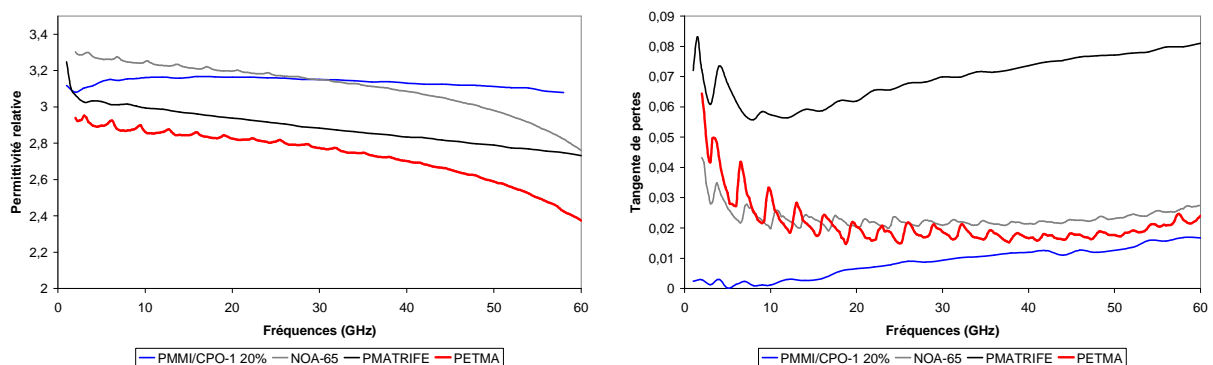


Figure 58 - Permittivité relative et tangente de pertes de divers matériaux polymères mesurés sur une plage de fréquences allant jusqu'à 60 GHz.

Comme mentionné ci-dessus, la caractérisation microonde a été menée jusqu'à 60 GHz (Figure 58), ceci permet de modéliser plus finement le comportement du modulateur dont la bande passante requise serait étendue jusqu'au domaine millimétrique.

### **III. 5 - Bilan du chapitre**

Dans un premier temps, on a pu montrer que l'efficacité de l'orientation par effet Corona de l'APC/CPO-1 est influencée par la structure des échantillons à orienter. La présence de gaines permet de maximiser la densité de charges surfaciques et permet de ce fait d'appliquer un champ électrique plus important pour une même valeur de tension appliquée. L'orientation des chromophores n'en est alors que des plus efficaces. Par ailleurs, cette configuration correspond à la configuration qui sera utilisée pour la fabrication de modulateurs. Le passage à un protocole d'orientation par électrodes de contact a permis de diminuer les tensions mises en jeu dans le procédé d'orientation, donc de réduire les dégradations d'échantillons. L'optimisation de ce dernier processus d'orientation a permis, in fine, d'obtenir un coefficient moyen  $r_{33}$ , de l'ordre de  $28 \text{ pm/V} \pm 10\%$  pour un guide électro-optique complet (avec les deux gaines) dont le cœur est constitué de PMMI/CPO-1, matériau retenu pour le cœur du guide électro-optique.

Conjointement, il a été possible de déterminer la permittivité complexe dans le domaine microonde considéré jusqu'à 30 GHz des matériaux retenus pour la réalisation des guides électro-optiques. Cette caractérisation a même été menée jusqu'à 60 GHz pour des applications, principalement en modulation analogique, dans le domaine de la radio sur fibre.





# **Chapitre IV - Etude des structures optique et hyperfréquence en vue de la réalisation de modulateurs Mach-Zehnder**

## ***IV. 1 - Introduction***

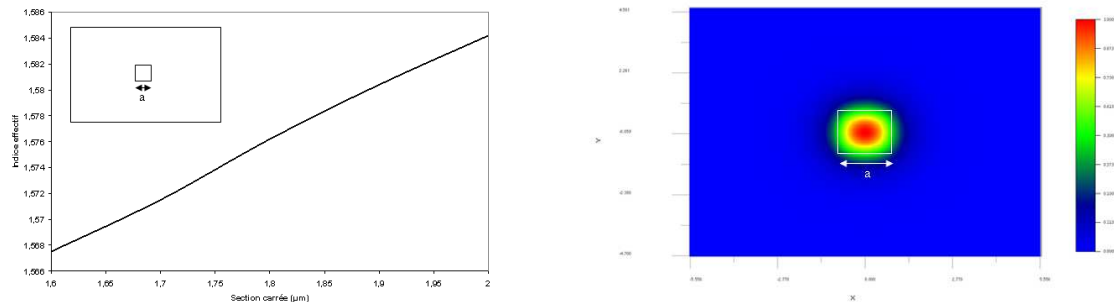
Dans ce chapitre, l'accent est porté sur l'optimisation des structures optique et hyperfréquence qui serviront de base à de futurs modulateurs de type Mach-Zehnder. Pour le dimensionnement de la structure optique, le logiciel OptiBPM est utilisé et pour la structure hyperfréquence de l'électrode de commande, la solution logicielle HFSS est choisie. Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à l'optimisation de la structure optique (à cœur enterré et aussi en guide ruban inversé). Puis nous nous sommes intéressés à l'électrode de commande hyperfréquences adaptée à  $50 \Omega$  sur une bande de fréquences allant jusqu'à 30 GHz (limite supérieure choisie pour rester au plus près des caractérisations microondes des polymères).

## ***IV. 2 - Optimisation de la structure optique.***

### ***IV. 2. 1 - Avec guide enterré de section carrée.***

Pour le dimensionnement de la structure optique du Mach-Zehnder, il est nécessaire de procéder par étapes successives. Dans un premier temps, il est utile de dimensionner la géométrie du guide en fonction des indices de réfraction de ses matériaux de gaines et de cœur afin qu'il soit monomode. Pour cette étape, on s'intéressera plus particulièrement à une propagation optique en polarisation TM. En effet, c'est dans cet état de polarisation que les effets électro-optiques sont maximisés lorsque les champs d'orientation et de modulation sont appliqués perpendiculairement aux plans d'indice de la structure optique, c'est-à-dire dans notre configuration (structure optique comprise entre deux électrodes) (voir Chapitre II et III) [116]. La partie active du guide est constituée du polymère hôte/invité PMMI/CPO-1 et présente un indice optique de 1,63 à 1550 nm. Les gaines de confinement sont en NOA65 et ont un indice de 1,51 à cette même longueur d'onde. Un guide de section carrée de  $1,6 \mu\text{m}$  de côté permet d'obtenir le caractère monomode recherché. Et la lumière injectée est confinée à 85% dans le cœur de la structure. La section carrée de  $1,6 \mu\text{m}$  de côté permet d'obtenir une propagation monomode tout en ayant un profil de mode compatible avec celui de la fibre lentillée, pour l'injection du faisceau optique dans la structure. L'épaisseur des gaines utilisées ( $4,7 \mu\text{m}$  conforme aux épaisseurs pouvant être obtenues par dépôt par centrifugation avec les paramètres de dépôt présentés dans l'Annexe B - ) permet d'éviter que des pertes

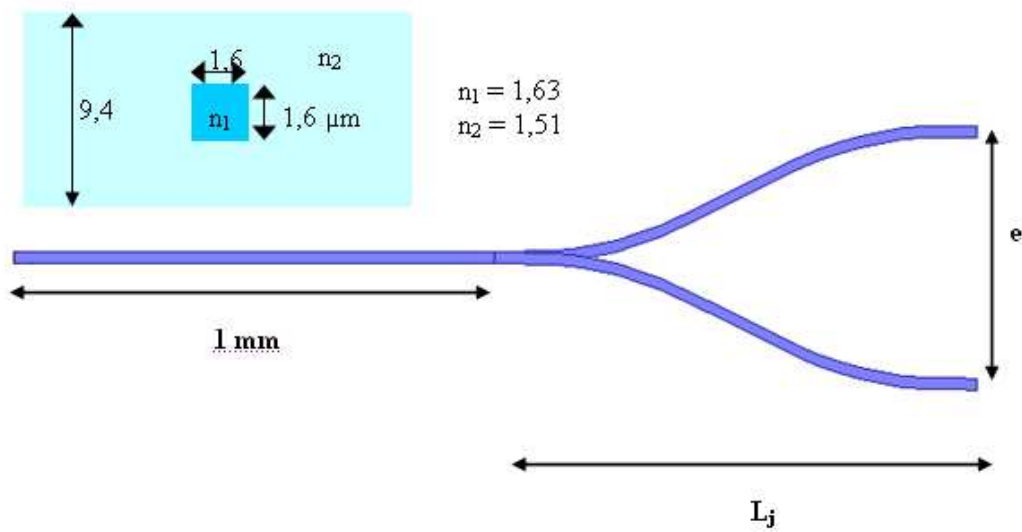
supplémentaires (autres que les pertes de propagation) soient engendrées par l'interaction possible entre le faisceau lumineux et les électrodes métalliques. A la Figure 59, on peut remarquer que l'indice effectif de mode optique diminue avec la section du guide optique carré et on présente le profil de mode obtenu pour le mode fondamental pour un faisceau polarisé en TM.



**Figure 59 - A gauche évolution de l'indice effectif de mode en fonction de la section a du guide carré. A droite, profil du mode fondamental dans la section d'un guide carré avec  $a = 1,6 \mu\text{m}$ .**

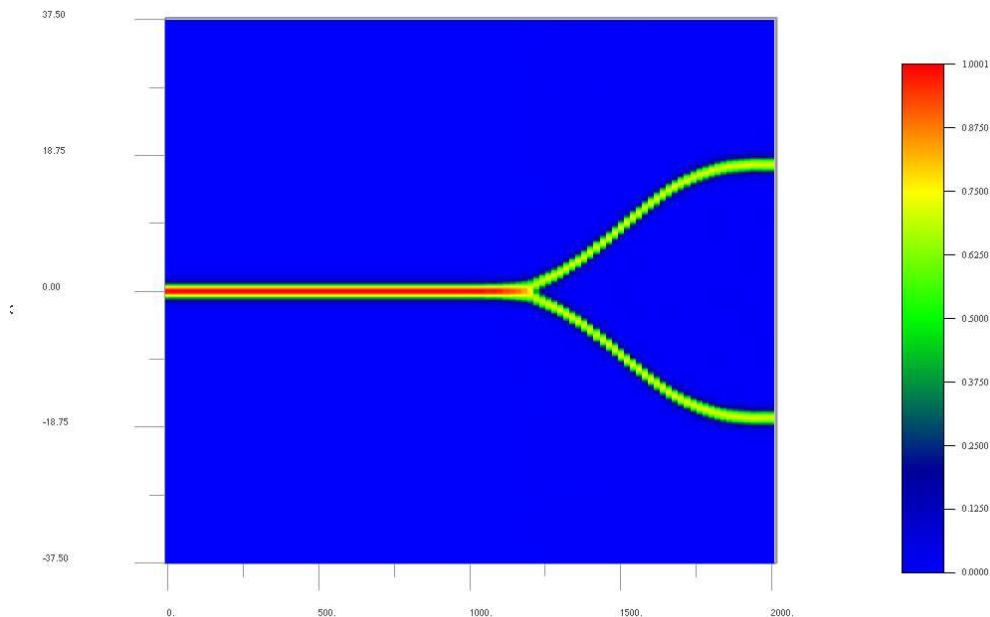
Une fois les dimensions du guide déterminées, il est important de dimensionner la jonction Y du dispositif. Nous partons sur une structure simpliste de la jonction Y (Figure 60) qui permettra principalement de déterminer le rayon de courbures minimal des portions de guides cosinusoidales de sortie de manière à minimiser les pertes totales de la jonction. en tout état de cause, la jonction Y optimale prendra la forme d'un interféromètre multimode qui a déjà montré sa supériorité en termes de pertes de division [117]. L'écartement  $e$ , entre les deux bras de sortie dépend principalement des structures d'électrodes microondes (voir ci-dessous). En utilisant une longueur de propagation  $L_j$  variable de (100 à 2000  $\mu\text{m}$ ), on peut définir une longueur optimale des bras de sorties qui réalise le meilleur compromis entre :

- Les pertes par diffusion aux courbures qui augmentent quand le rayon de courbure diminue
- Les pertes de propagation qui augmentent quand le rayon de courbure augmente à cause de l'allongement de la longueur totale du guide



**Figure 60 - Dimension et paramètres de la jonction en Y modélisée pour l'entrée et la sortie des modulateurs de Mach-Zehnder.**

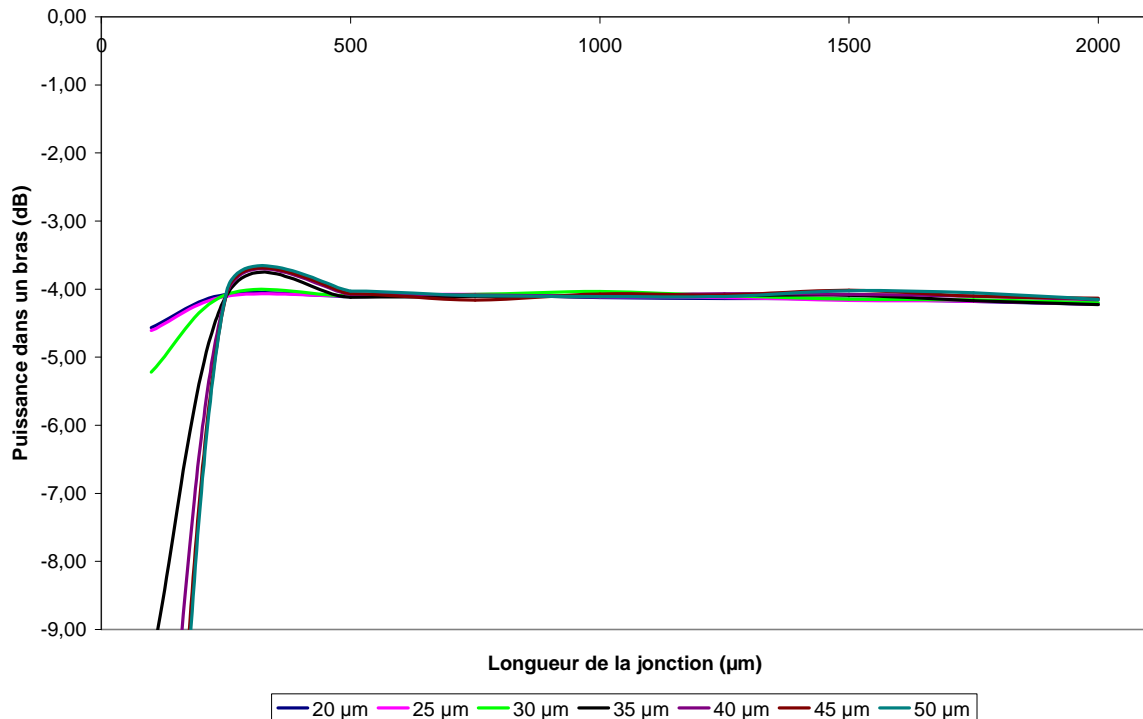
Un exemple typique de propagation à l'intérieur de ce coupleur est présenté en Figure 61.



**Figure 61 - Propagation d'un faisceau lumineux, de puissance normalisée de polarisation TM, dans une jonction Y avec  $L_j = 1 \text{ mm}$  et  $e = 35 \mu\text{m}$ .**

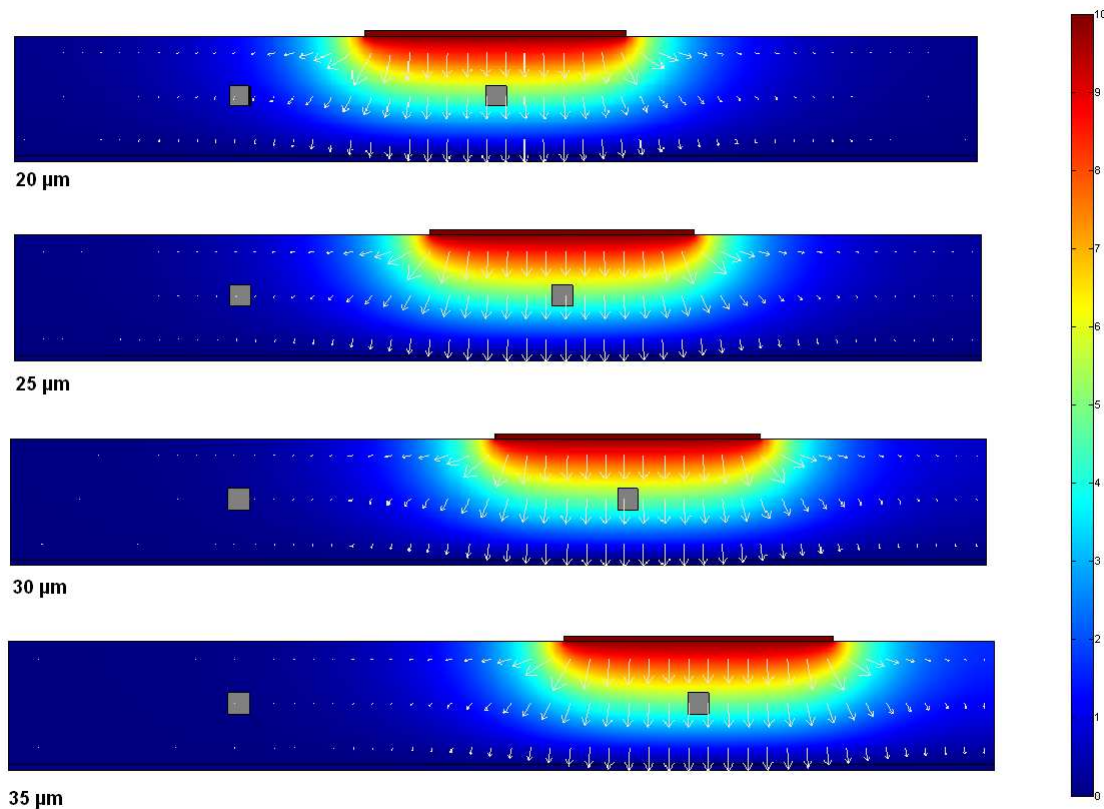
Pour une longueur de jonction comprise entre  $500$  et  $1500 \mu\text{m}$  (Figure 62), on peut constater que la puissance en sortie d'un bras de la jonction Y ne varie pas énormément en fonction de l'écart entre les deux bras. Les pertes importantes pour les longueurs de jonction

très faibles sont dues aux petits rayons de courbure des bras de la jonction. Les pertes aux interfaces gaine/cœur sont beaucoup plus importantes et il y a aussi dispersion de la puissance injectée dans les matériaux de gaines.



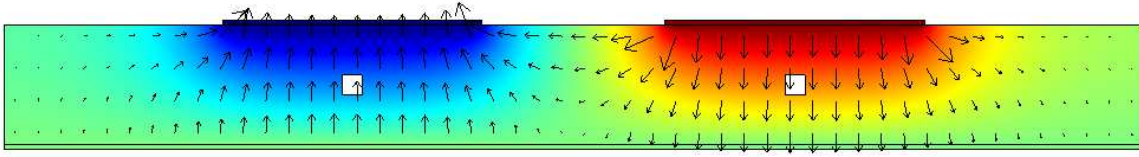
**Figure 62 - Etude de l'influence de la longueur  $L_j$  de la jonction  $Y$  en fonction de l'écart entre les deux bras de l'interféromètre.**

Comme mentionné plus haut, un autre facteur important dans la conception est l'écart entre les deux bras de la jonction  $e$ . Celui-ci doit être assez important pour éviter que le champ généré par une électrode n'interagisse avec les deux guides optiques. Pour cette géométrie de guide optique, une électrode microruban de 20,3  $\mu\text{m}$  correspond à une impédance adaptée ( $50 \Omega$ ) jusqu'à la limite haute de la plage de fréquences de travail (valeur obtenue par optimisation par le logiciel HFSS, avec une masse et un ruban en or et d'épaisseur de 400 nm). Cette épaisseur de métallisation a été choisie car elle correspond à ce qui est réalisée typiquement au sein de l'IEMN pour la réalisation de dépôt d'or dans le cadre du projet ModPol.



**Figure 63 - Lignes de champ électriques générées (flèches blanches) par une électrode microruban, alimentée par une certaine tension en fonction de l'écart entre les deux bras de l'interféromètre (20, 25, 30 et 35 μm). Les couleurs représentent les zones équipotentiels.**

La Figure 63 permet d'observer qu'un écart de 35 μm permet d'obtenir un champ électrique qui n'interagira qu'avec le bras de l'interféromètre au-dessus duquel la tension de modulation est appliquée. Une longueur de jonction  $L_j$  de 1,5 mm, un écart entre bras de 35 μm et un coefficient électro-optique de 28 pm/V (voir chapitre III) sont donc retenus comme paramètres pour la réalisation la conception d'un interféromètre. Pour la zone d'interaction électrode et guide optique, les longueurs suivantes sont modélisées : 1 cm, 1,5 cm, 2 cm, 2,5 cm et 3 cm. L'écart entre les bras de 35 μm permettra, le cas échéant, de réaliser des structures en configuration « push-pull ». On constate que le champ électrique (généré par des électrodes alimentées par 10 V et - 10 V) est de même intensité mais de sens différents au sein des deux cœurs enterrés (Figure 64). Les guides d'ondes ne subissent exclusivement que l'influence des champs générés par l'électrode qui est située au-dessus de chacun d'entre eux.



**Figure 64 - Champ électrique en configuration push-pull. Les flèches noires représentent les lignes de champs.**

Il est aussi nécessaire de connaître le taux de recouvrement entre l'onde optique et le champ électrique de modulation. Ce taux de recouvrement est directement lié à la géométrie du guide optique (hauteur totale du guide optique, dimensions géométriques du cœur) ainsi que les composantes transversales des champs optique et électriques. Il peut être obtenu à partir de la relation suivante :

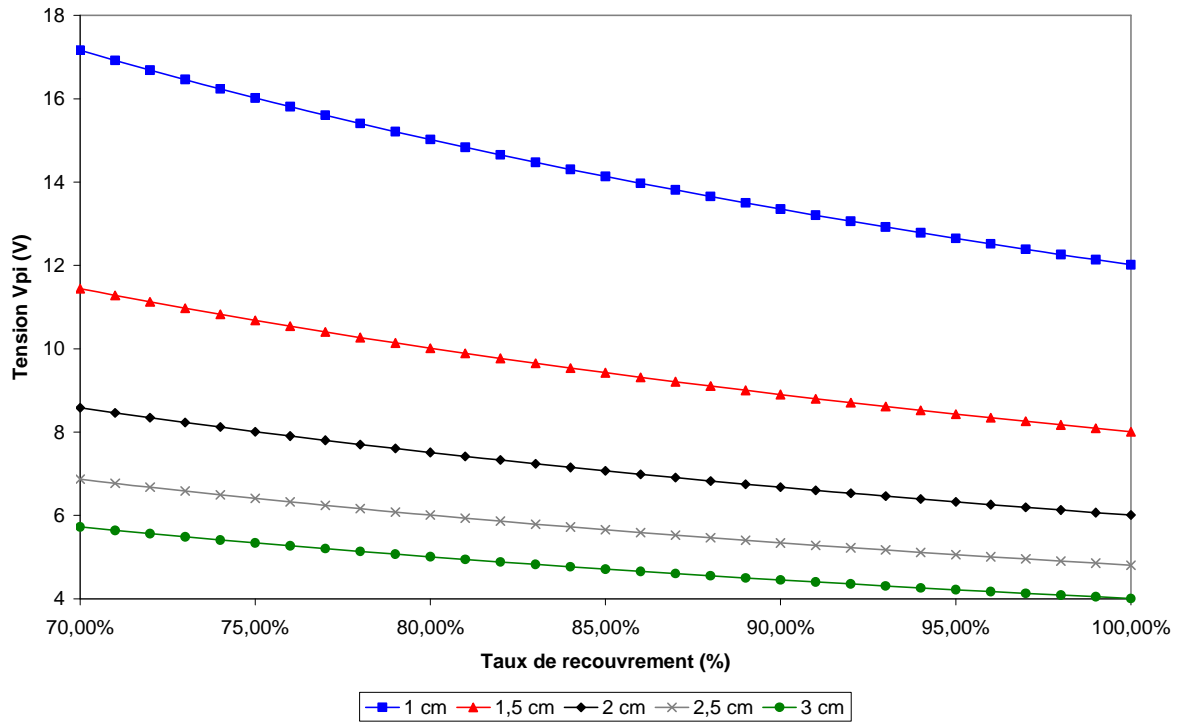
$$\Gamma = \frac{h \int_{-\frac{Lg}{2}}^{\frac{Lg}{2}} \int_{-tg}^0 E_0^2(x, y) E(x, y) dx dy}{V \int_{-\frac{h}{2}}^{\frac{h}{2}} \int_{-\frac{s}{2}}^{\frac{s}{2}} E_0^2(x, y) dx dy}$$

$E_0(x, y)$  et  $E(x, y)$  représentent respectivement les champs optique et électrique dans le plan normal à la direction de propagation de l'onde lumineuse,  $V$  la tension appliquée,  $h$  la distance séparant l'électrode de la masse,  $s$  la largeur totale du guide optique,  $Lg$  et  $tg$  respectivement la largeur et la hauteur du cœur.

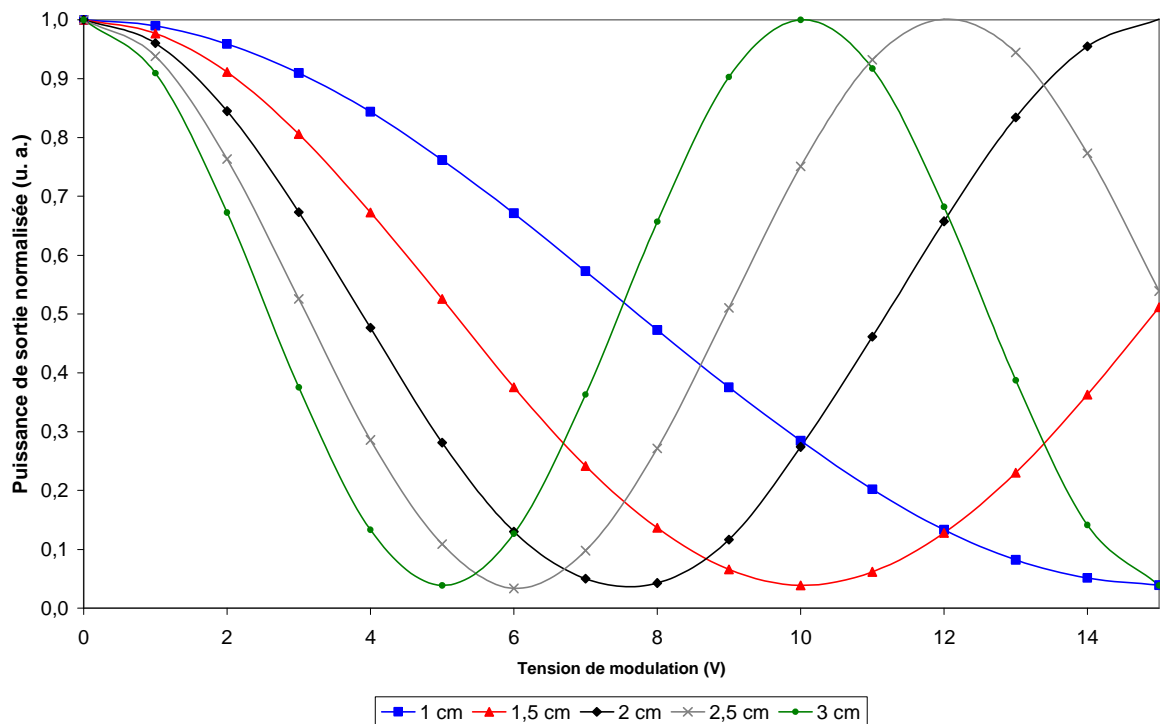
Ce taux de recouvrement agit directement sur la valeur de la tension demi-onde  $V_\pi$ , comme on peut le constater au travers de la relation pour la détermination de la tension demi-onde :

$$V_\pi = \frac{\lambda d}{n^3 r \Gamma L}$$

On a comme épaisseur totale du guide optique de  $9,4 \mu\text{m}$ , un coefficient électro-optique de  $28 \text{ pm/V}$ , la longueur d'onde de  $1550 \text{ nm}$  et l'indice de réfraction du cœur de  $1,63$ . Plus le taux de recouvrement est important, moins élevée sera alors la tension de modulation nécessaire pour obtenir un déphasage de  $\pi$  (Figure 65). Le taux de recouvrement dans notre configuration est de  $80\%$ . On peut aussi constater que plus la longueur d'interaction est importante, l'influence du taux de recouvrement se fait moins prépondérante sur l'amplitude de la tension de modulation.



**Figure 65 - Influence du taux de recouvrement sur la valeur théorique de  $V_{\pi}$  en fonction de la longueur d'interaction.**

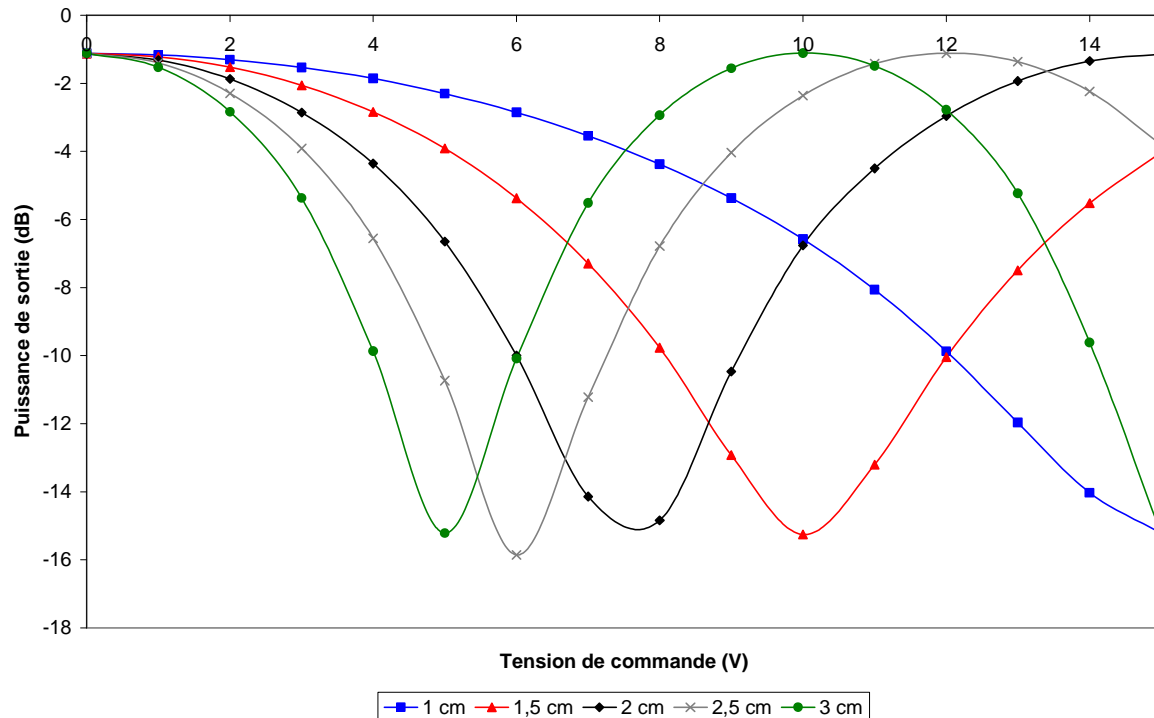


**Figure 66 - Influence de la tension de modulation sur la puissance de sortie normalisée pour les différentes longueurs d'interaction.**

La Figure 66 met en évidence le comportement périodique de la modification d'amplitude induite par la tension de modulation en fonction de la tension de commande

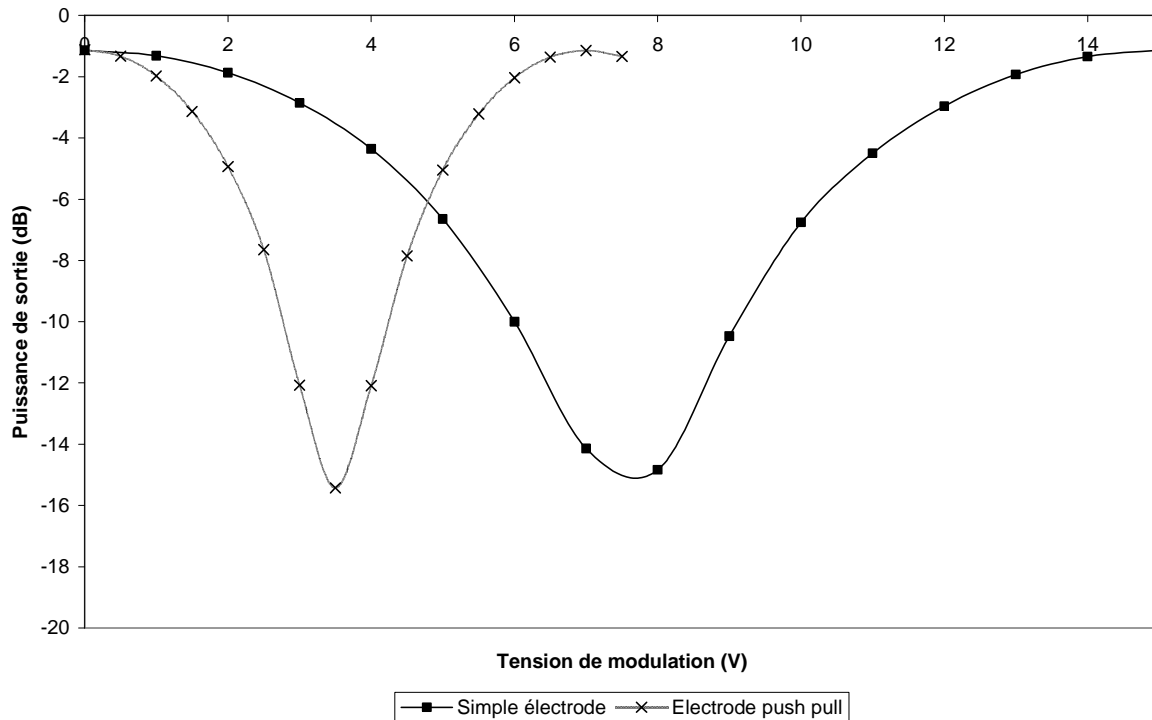


appliquée. Cette modification de phase est retraduite en modulation d'intensité via l'architecture Mach-Zehnder. Cette intensité a été normalisée par rapport à la puissance de sortie sans tension de modulation. On obtient alors respectivement les tensions  $V_\pi$  suivantes : 15 V (1 cm d'interaction), 10 V (1,5 cm d'interaction), 7,5 V (2 cm d'interaction), 6 V (2,5 cm d'interaction) et 5 V (3 cm d'interaction).



**Figure 67 - Puissance de sortie en dB des divers modulateurs de type Mach-Zehnder en fonction de la tension de modulation appliquée à l'électrode de commande.**

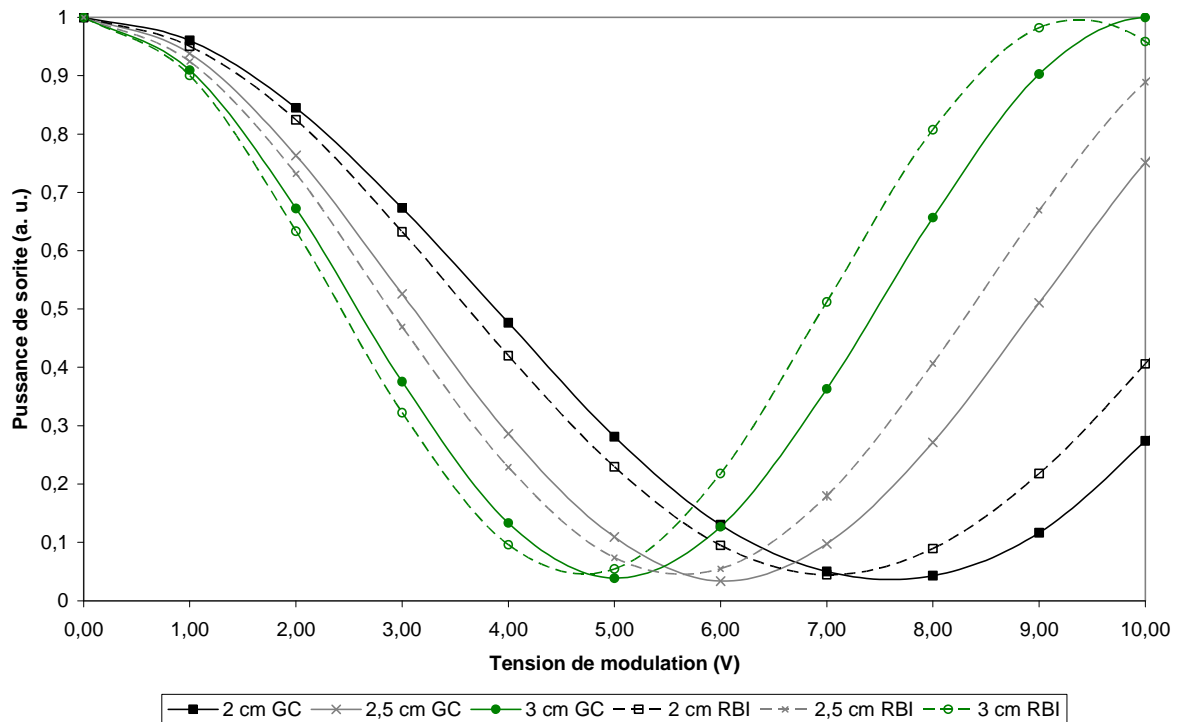
De manière générale, quelle que soit la longueur d'interaction considérée, il existe un écart de plus de 14 dB entre l'état passant « ON » du composant (tension de modulation nulle) et l'état éteint « OFF » du modulateur (tension de modulation égale à  $V_\pi$ ) (Figure 67). Cela correspond au taux d'extinction du modulateur. Des simulations réalisées par pas de 1 volt ont permis d'obtenir l'allure générale des courbes présentées à la figure précédente. Afin d'obtenir de manière plus précise, la puissance en sortie correspondant à l'état « OFF », des simulations avec des pas beaucoup plus faibles ont été réalisées. Pour illustrer cela, on a pris une longueur d'interaction de 2 cm. L'écart de puissance est alors de 15 dB entre l'état « ON » et l'état « OFF » du modulateur. En configuration push-pull, on constate que la tension demi-onde est légèrement supérieure à la moitié de celle obtenue par simple électrode (3,85 V en push-pull contre 7,5 V en configuration simple électrode) (Figure 68).



**Figure 68 - Détermination de la tension demi-onde  $V_{\pi}$  en fonction de la configuration d'électrode (simple électrode ou électrode en push-pull) pour une longueur d'interaction de 2 cm.**

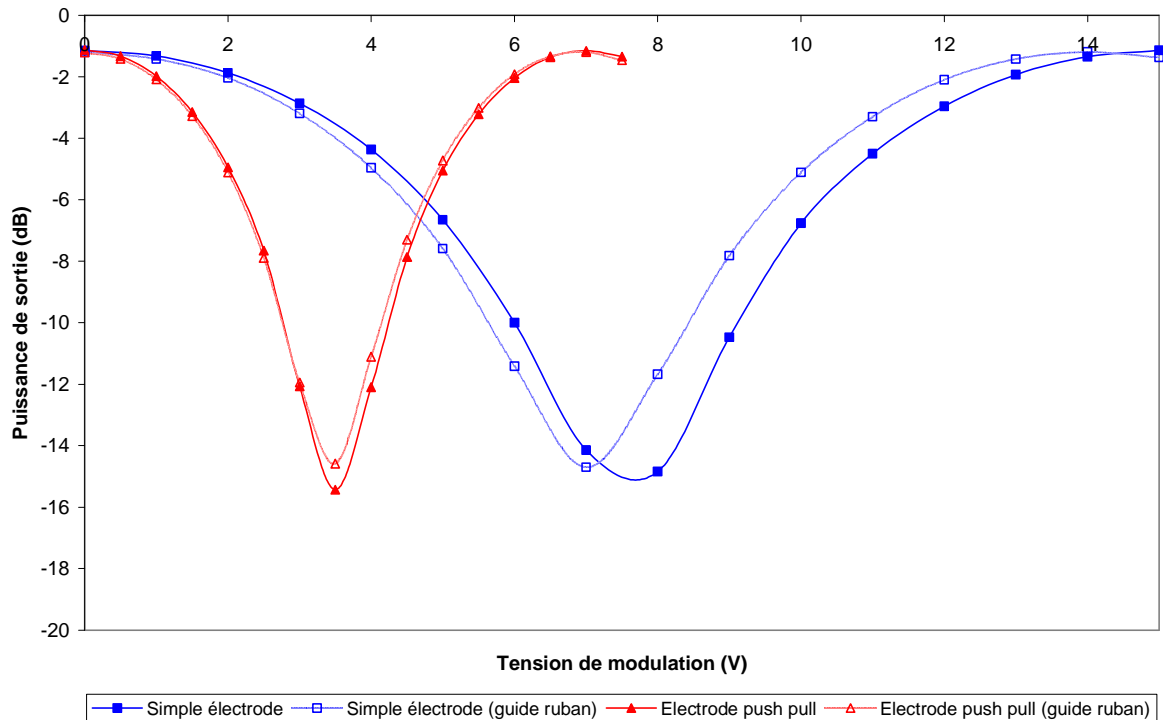
#### IV. 2. 2 - Avec guide ruban inversé.

La structure idéale présentée ci-dessus ne peut être réalisée telle quelle dans le cadre du projet ModPol, néanmoins, d'autres technologies pourraient éventuellement la reproduire. En ce qui nous concerne, le processus de fabrication développé par le laboratoire FOTON utilise une gravure de ruban dans la gaine inférieure suivi de son remplissage par le matériau actif par dépôt à la tournette. Ce procédé amène de manière inhérente une couche résiduelle de matériau actif, les guides optiques ainsi obtenus ont une structure en guide ruban inversé. L'épaisseur de la couche résiduelle est comprise entre 200 et 400 nm et le cœur est toujours carré de 1,6  $\mu\text{m}$  de côté. Le taux de confinement de l'onde optique est de 86,10 %. Le fait d'avoir une onde lumineuse mieux confinée au sein du cœur actif augmente l'interaction électro-optique et donc l'efficacité du modulateur. De ce fait, pour une structure de guide de même épaisseur, la tension demi-onde devrait être un peu moins importante que dans le cas d'un guide enterré de section carrée. La structure totale du guide optique a une épaisseur équivalente à celle de la structure de guide à section carrée, c'est-à-dire 9,4  $\mu\text{m}$ . La largeur de l'électrode de commande, adaptée pour avoir 50  $\Omega$  d'impédance jusqu'à 30 GHz (déterminée à l'aide du logiciel HFSS), est de 20,3  $\mu\text{m}$ .



**Figure 69 - Comparatif entre les tensions de modulation pour guides carré (GC) et ruban inversé (RBI) pour les longueurs d'interaction de 2 cm, 2,5 cm et 3 cm.**

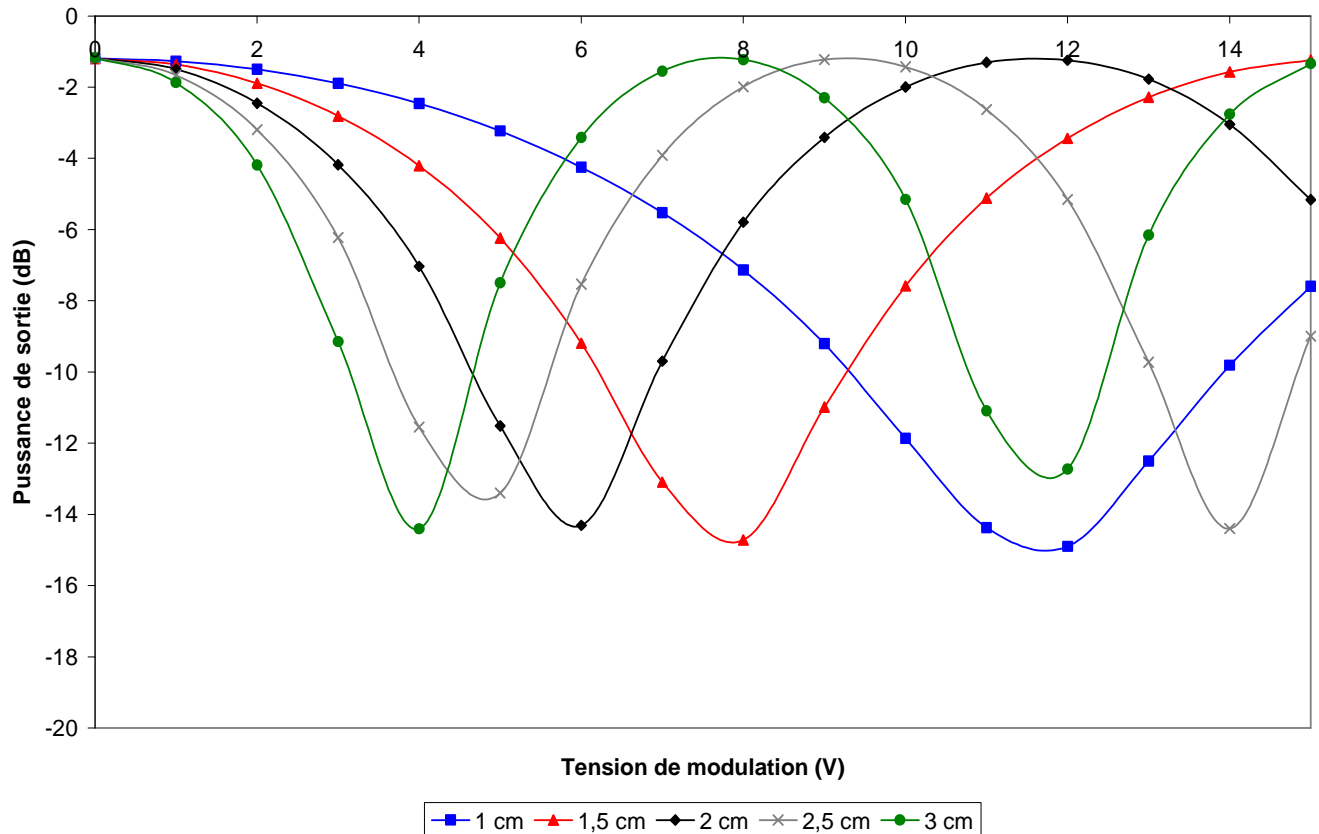
On peut constater, sur la Figure 69, que les tensions demi-onde sont légèrement inférieures dans le cas d'un guide d'onde optique en géométrie ruban inversé. Le recouvrement théorique correspondant est alors de 86% et les tensions demi-onde correspondantes sont : 14 V (1 cm d'interaction), 9,3 V (1,5 cm d'interaction), 7 V (2 cm d'interaction), 5,6 V (2,5 cm d'interaction) et 4,7 V (3 cm d'interaction). Ce qui correspond à des diminutions de la tension demi-onde de l'ordre de : 1 V pour 1 cm d'interaction, 0,7 V pour 1,5 cm d'interaction, 0,5 V pour 2 cm d'interaction, 0,4 V pour 2,5 cm d'interaction et 0,3 V pour 3 cm d'interaction. En s'intéressant de plus près à une longueur d'interaction de 2 cm, on constate que non seulement la tension demi-onde est inférieure dans le cas du guide ruban inversé, mais, aussi que le taux d'extinction du modulateur est légèrement moins important. Pour la géométrie en guide ruban inversé, ce taux d'extinction correspond à 13.5 dB (Figure 70).



**Figure 70 – Comparatif, pour une longueur d'interaction de 2 cm, entre les différentes configurations d'électrode de commande et la géométrie des guides optiques du modulateur de type Mach-Zehnder.**

#### **IV. 2. 3 - Structure optique des modulateurs dans le cadre du projet ModPol**

Au vu des résultats obtenus ainsi que des contraintes technologiques pour la réalisation des guides optiques, la géométrie de ces derniers est définie comme suit : une gaine inférieure en NOA65 d'une épaisseur de  $4,7 \mu\text{m}$ , une couche active en PMMI/CPO-1 qui vient combler un guide à section carrée de  $1,6 \mu\text{m}$  de côté gravé par RIE dans la gaine inférieure (on considèrera dans la suite du document que la surcouche de PMMI/CPO-1 a une épaisseur de  $200 \text{ nm}$ ) et finalement une gaine supérieure d'une épaisseur de  $3 \mu\text{m}$  en NOA65. L'épaisseur totale de la structure est alors de  $7,9 \mu\text{m}$ . L'électrode de commande, dans cette configuration, a une largeur de ruban de  $20,3 \mu\text{m}$ . Pour les simulations les dimensions précédentes obtenues pour la géométrie des modulateurs sont conservées (c'est-à-dire : bras d'entrée et de sortie de  $1 \text{ mm}$  de long, longueur de jonction de  $1,5 \text{ mm}$  et écart entre bras de  $35 \mu\text{m}$ ). En gardant ces dimensions géométriques, il est possible de faire un comparatif entre les différentes structures étudiées dans le cadre de ce travail de thèse. Le taux de recouvrement entre l'onde optique et le signal de commande hyperfréquence est de  $86\%$ . L'épaisseur moins importante de la structure optique permettra de diminuer la tension demi-onde pour les différentes longueurs d'interaction considérées.



**Figure 71 - Variation de la puissance de sortie du modulateur avec une épaisseur de polymère de  $7,9 \mu\text{m}$  en fonction de la tension de modulation appliquée et aussi en fonction de la longueur de la zone d'interaction.**

A la Figure 71, on présente les courbes de la variation de la puissance de sortie des modulateurs de type Mach-Zehnder en fonction de la tension de modulation appliquée. Et ceci est fait pour les longueurs d'interaction utilisées précédemment. Le taux d'extinction de ces diverses structures tourne autour de 13,5 dB quelle que soit la longueur d'interaction considérée. On observe une diminution de la tension demi-onde de cette dernière structure vis-à-vis de celle présentée au paragraphe précédent. Cela vient du fait que l'épaisseur de la structure est moins importante ( $7,9 \mu\text{m}$  au lieu de  $9,4 \mu\text{m}$  dans les sections précédentes). En observant les deux structures à cœur en ruban inversé, on peut constater des améliorations de la tension demi-onde de l'ordre de 2,3 V pour une longueur d'interaction de 1 cm, 1,5 V pour 1,5 cm, 1,1 V pour 2 cm, 0,9 V pour 2,5 cm et de 0,8 V pour 3 cm.

Le Tableau 8 représente les valeurs des tensions demi-onde obtenues quelle que soit la configuration de la structure optique utilisée.

Longueur d'interaction	Guide à cœur carré	Guide ruban inversé	Structure ModPol
1 cm	15 V	14 V	11,7 V
1,5 cm	10 V	9,3 V	7,8 V
2 cm	7,5 V	7 V	5,9 V
2,5 cm	6 V	5,6 V	4,7 V
3 cm	5 V	4,7 V	3,9 V

**Tableau 8 - Tableau récapitulatif des tensions demi-onde obtenues pour différentes configuration de guides optiques et avec des longueurs d'interactions comprises entre 1 et 3 cm.**

Les valeurs de  $V_\pi$  présentées dans le tableau précédent ne tiennent pas compte des pertes linéiques du signal de commande. A l'aide de la relation suivante [118], il est possible de retrouver les valeurs de tension demi-onde en tenant compte des pertes linéiques :

$$V_\pi = \frac{\lambda h \alpha}{n^3 r_{33} \Gamma(1 - e^{-\alpha L})}$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde de travail (1550 nm dans notre cas),  $h$  la hauteur du diélectrique,  $\alpha$  les pertes linéiques du signal microonde (elles sont constituées des pertes diélectriques  $\alpha_D$  et des pertes métalliques  $\alpha_M$ ),  $n$  l'indice de réfraction du PMMI/CPO-1,  $r_{33}$  le coefficient électro-optique du PMMI/CPO-1,  $\Gamma$  le taux de recouvrement entre l'onde optique et le signal hyperfréquence et  $L$  la longueur d'interaction entre les deux signaux optique et hyperfréquence. Les tangentes de pertes et les permittivités des matériaux étant connues, on peut remonter aux pertes diélectriques hyperfréquences à l'aide des relations suivantes :

$$\begin{aligned} \epsilon_{eff} &= \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left(1 + 10 \frac{h}{w}\right)^{-0.555} \\ \epsilon_{eff}(f) &= \epsilon_r - \frac{\epsilon_r - \epsilon_{eff}}{1 + \left(\frac{h}{Z_0}\right)^{1.33} (0,43f^2 - 0,009f^3)} \\ \alpha_D &= 27,3 \frac{\epsilon_r (\epsilon_{eff} - 1) \tan \delta}{\sqrt{\epsilon_{eff}} (\epsilon_r - 1) \lambda_0} \text{ avec } \lambda_0 = \frac{c}{f} \end{aligned}$$

Où  $\epsilon_{eff}$  est la permittivité effective du matériau,  $\epsilon_r$  la permittivité relative,  $h$  l'épaisseur du diélectrique,  $w$  la largeur de la ligne microruban de commande,  $f$  la fréquence en GHz,  $\tan \delta$  la tangente de pertes et  $c$  la vitesse de la lumière dans le vide. Vu que les permittivités

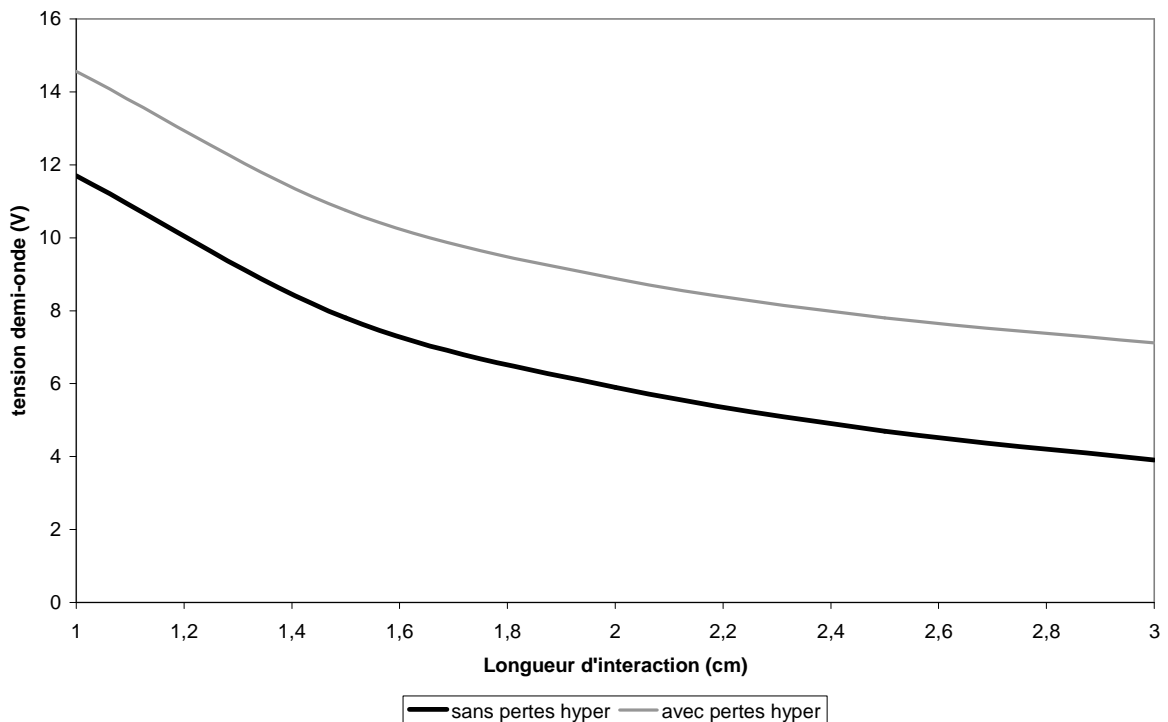
des deux matériaux sont proches et que la tangente de pertes de la NOA65 aura la contribution la plus importante sur les pertes, les valeurs utilisées pour remonter à  $\alpha$  sont les suivantes 3,2 (permittivité relative) et 0,022 (tangente de pertes). On obtient alors une valeur de 1,05 dB/cm à la fréquence 30 GHz. Pour le calcul des pertes métalliques, les relations suivantes sont utilisées [119]:

$$\alpha_M = 6,7 * 10^{-5} A \frac{R_s Z_m \epsilon_{eff}}{h} \left[ \frac{w_{eff}}{h} + \frac{0,667 \frac{w_{eff}}{h}}{\frac{w_{eff}}{h} + 1,444} \right]$$

$$A = 1 + \frac{w_{eff}}{h} \left[ 1 + \frac{1,25}{\pi} \ln \left( \frac{2h}{t} \right) \right] \quad \text{et} \quad R_s = \sqrt{\pi \mu \rho f}$$

$$w_{eff} = w + \frac{b}{\pi} \left( 1 + \ln \frac{2h}{t} \right)$$

Avec  $t$  étant l'épaisseur de métallisation,  $h$  l'épaisseur du diélectrique,  $w$  la largeur du ruban,  $w_{eff}$  la largeur effective du ruban,  $Z_m$  l'impédance de la ligne.



**Figure 72 - Influence des pertes linéiques hyper sur la valeur de la tension demi-onde (à 30 GHz) en fonction de la longueur d'interaction opto-hyperfréquence.**

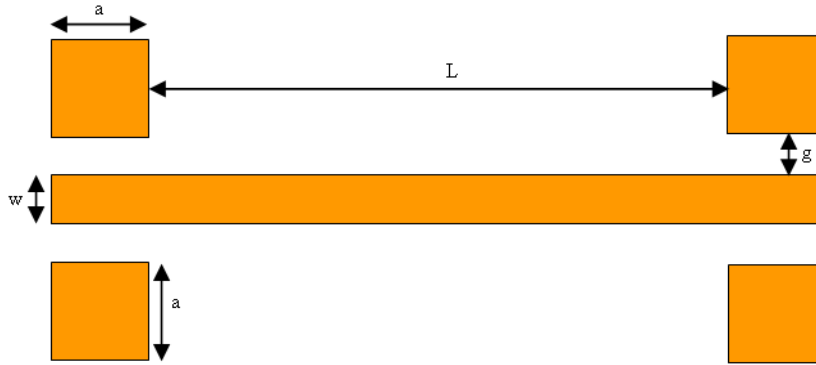
A la Figure 72, les valeurs de la tension demi-onde, en prenant en compte ou pas les pertes linéiques hyperfréquences, sont présentées pour la structure ayant une épaisseur de 7,9  $\mu\text{m}$ . Négliger ses pertes engendre une sous-estimation de la tension demi-onde de l'ordre de 3 V, à 30 GHz, quelle que soit la longueur de la zone d'interaction.

### ***IV. 3 - Etude de l'électrode de commande microruban et des transitions coplanaires en vue de la mise en boîtier du dispositif***

Dans cette section du document, on va s'intéresser particulièrement à l'électrode de commande du modulateur. L'électrode microruban est la structure la plus appropriée pour appliquer le signal de commande du modulateur, le champ généré par cette électrode étant dirigé dans le sens de l'alignement des chromophores après orientation dans la matrice polymérique. Etant donné la faible largeur de ruban en géométrie microruban (de l'ordre de la dizaine de micromètres), il est difficile de pouvoir amener un signal issu directement d'une géométrie cylindrique (câble coaxial avec conducteur central avec diamètre de l'ordre du mm) vers cette technologie planaire. Le différentiel entre les dimensions est trop important, cela entraînerait des pertes non négligeables. La ligne coplanaire permet d'obtenir des dimensions plus importantes tout en facilitant le passage de l'onde de la technologie cylindrique vers une configuration planaire. Il est alors nécessaire de trouver un moyen de passer de la ligne coplanaire vers la ligne microruban de commande. La technologie ultime devrait utiliser des liaisons de masses entre ces deux structures et donc l'utilisation de vias métalliques afin notamment de pouvoir appliquer une tension continue. Afin de simplifier la technologie, et en faisant abstraction de l'application d'une tension continue dans un premier temps, une alternative est alors de concevoir une connexion de masses par effet capacitif. Dans le cadre d'une thèse précédente, El Gibari a présenté des travaux sur la réalisation de transition GCPW-MS-GCPW (grounded coplanar waveguide – microstrip - grounded coplanar waveguide) [46]. Il a été ainsi démontré qu'il est possible d'obtenir de larges bandes passantes électriques [120] pour des transitions réalisées sur des couches de polymères de quelques micromètres d'épaisseur. Nous avons donc décidé de poursuivre dans cette voie pour la réalisation de la structure hyperfréquence de démonstrateur. Quelques simulations de cette structure ont donc été effectuées avec les polymères caractérisés dans le cadre du projet ModPol pour évaluer les performances et les limitations hyperfréquences attendues des démonstrateurs.

A la Figure 73, nous présentons la géométrie de la transition GCPW-MS-GCPW. La largeur du ruban central est désignée par la lettre  $w$ ,  $g$  est le gap entre le ruban central et les masses latérales,  $a$  est la taille des pads capacitifs et finalement  $L$  représente la longueur de la ligne.

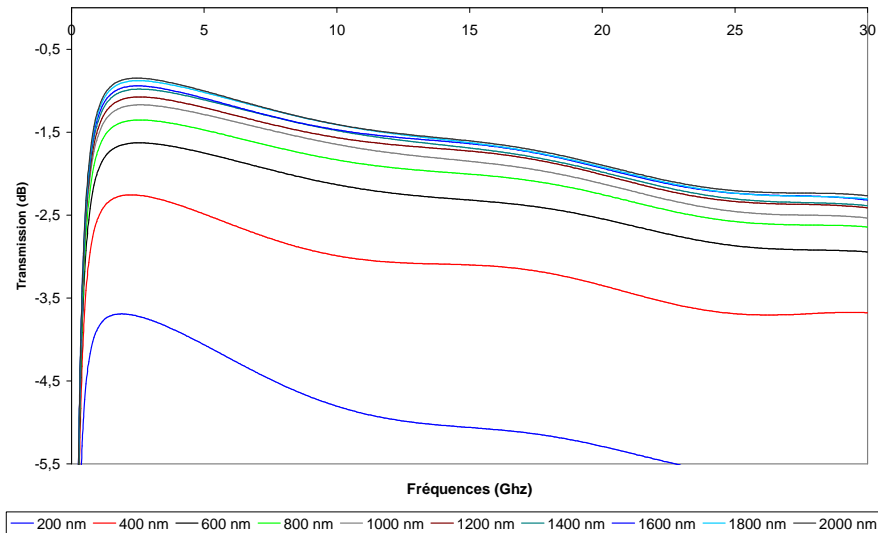




*Figure 73 - Dimensions géométriques de la transition GCPW-MS-GCPW.*

#### **IV. 3. 1 - Influence de l'épaisseur des métallisations sur les performances de la transition**

Dans un premier temps, l'influence de l'épaisseur de métallisation sur les propriétés en transmission de la transition a été étudiée. L'épaisseur de la couche de NOA65 est de  $7,9 \mu\text{m}$ . La largeur  $w$  de la ligne microruban est de  $20,3 \mu\text{m}$ . Pour la portion coplanaire avec masse inférieure (blindage), nous avons travaillé avec des pads latéraux carrés de  $1 \text{ mm}$  de côté et distants de  $20,9 \mu\text{m}$  du ruban central. La longueur de la ligne  $L$  est de  $5 \text{ mm}$ . La largeur de la ligne microruban ainsi que le gap de la coplanaire blindée sont déterminés à partir de l'épaisseur et de la permittivité de la NOA65 afin d'avoir une impédance de  $50 \Omega$ . On fait varier l'épaisseur de métallisation par pas de  $200 \text{ nm}$  en partant de  $200 \text{ nm}$  et pour arriver à une métallisation de  $2 \mu\text{m}$  (cette épaisseur étant assez réaliste pour une réalisation à moindre coût en laboratoire). Le métal utilisé pour cette étude préliminaire est l'or ( $4,1 \times 10^7 \text{ Siemens/cm}$ ).

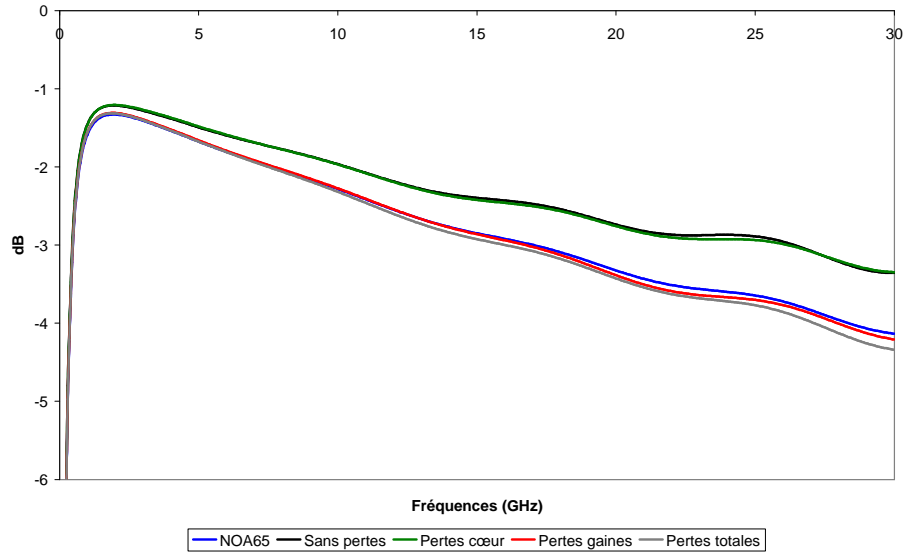


**Figure 74 - Influence de l'épaisseur de la couche d'or sur le paramètre de transmission  $S_{21}$  pour une transition avec une longueur  $L$  de 5 mm et des pads coplanaires carrés de 1 mm.**

Pour les très faibles épaisseurs de métallisation, les pertes dues à cette dernière sont très importantes à cause des pertes résistives. En augmentant l'épaisseur de métallisation, cela permet de diminuer de manière très significative, les pertes engendrées sur la transmission de la transition (Figure 74). On constate qu'à partir d'une certaine épaisseur de métallisation, l'effet de cette dernière sur la transmission est moins important. Pour les simulations qui suivent dans ce document, le choix d'une épaisseur de métallisation de 2  $\mu\text{m}$  est fait.

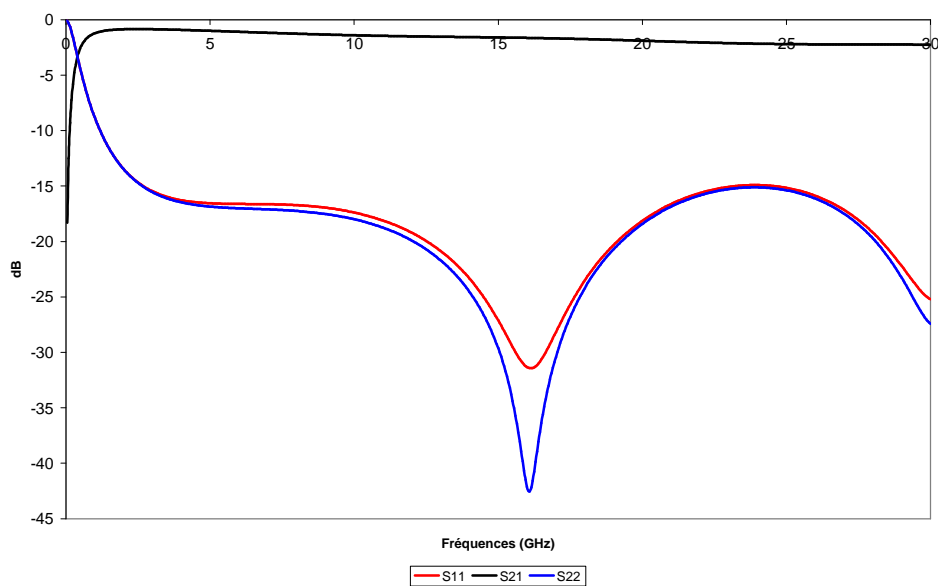
#### **IV. 3. 2 - Influences des pertes des matériaux sur les performances de la transition**

La connaissance des pertes diélectriques des matériaux est primordiale pour le dimensionnement de la transition et aussi pour avoir une bonne idée de ces performances vers les fréquences les plus élevées. Des simulations en prenant compte de la structure optique complète en guide ruban inversé sont réalisées. Les dimensions sont les suivantes pour les structures étudiées :  $w = 20,3 \mu\text{m}$ ,  $g = 20,9 \mu\text{m}$ ,  $a = 1 \text{ mm}$  et  $L = 10 \text{ mm}$ . La plage de fréquences de l'étude est de 250 MHz à 30 GHz. Pour le PMMI/CPO-1, la tangente de pertes utilisée est de l'ordre de 0,009. Les permittivités réelles relatives des matériaux (PMMI/CPO-1 et NOA65) étant très proches, les dimensions de la transition ne sont pas modifiées.



**Figure 75 - Transmission de la transition, avec  $L = 10$  mm, en fonction des pertes diélectriques des différents matériaux.**

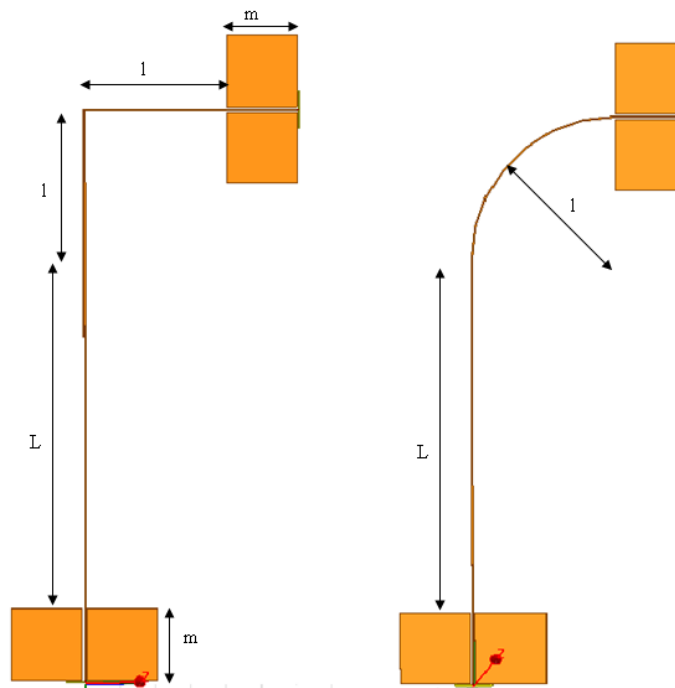
On peut constater que la contribution la plus importante aux performances de la transition est liée aux caractéristiques diélectriques du matériau de gaine (Figure 75), du fait que ce matériau représente une part importante de la géométrie du guide optique (et microonde) et aussi parce qu'il présente les pertes microondes les plus importantes. Comme les permittivités réelles relatives des deux matériaux sont très proches, l'optimisation de la structure peut se faire en ne considérant le diélectrique de la ligne que constituée du matériau de gaine. La Figure 76 présente ainsi les paramètres S de la transition avec une couche diélectrique matérialisée par une seule couche de NOA65 de  $7,9 \mu\text{m}$  d'épaisseur.



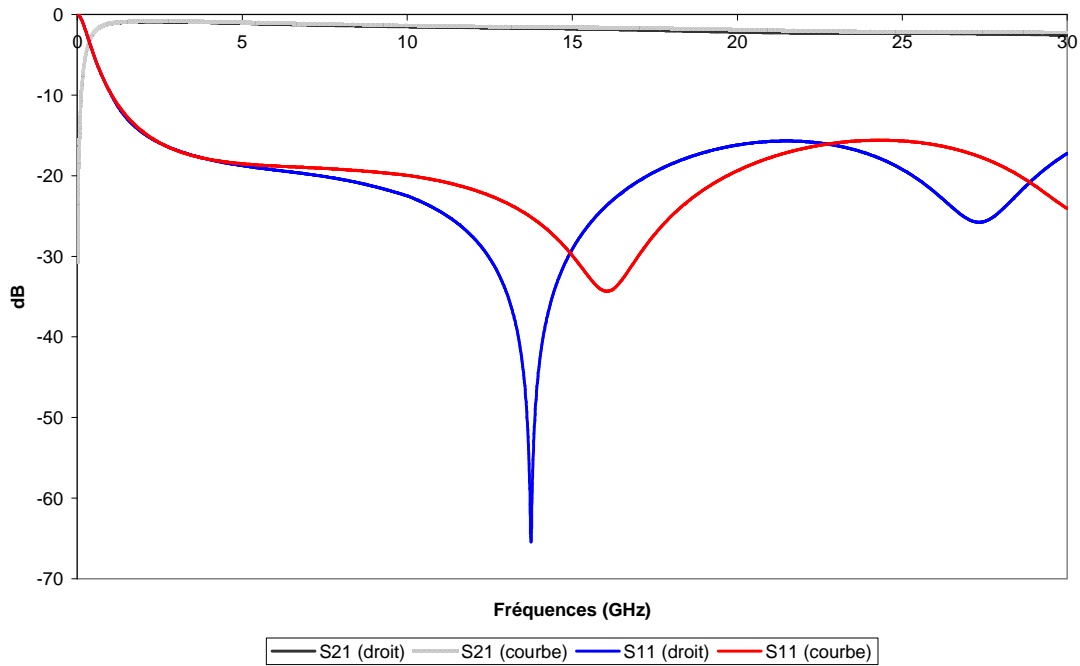
**Figure 76 - Paramètres S obtenus pour une transition avec une longueur d'interaction de 5 mm et une épaisseur de métallisation de  $2 \mu\text{m}$ .**

### IV. 3. 3 - Etude des coudes pour minimiser les pertes

En vue de la mise en boîtier du dispositif complet, il est nécessaire, pour des raisons d'encombrement, que l'accès à l'électrode hyperfréquence ne se fasse pas dans le même axe que celui utilisé pour l'injection du signal optique. Il faut donc amener le signal microonde suivant un axe perpendiculaire à l'axe optique, d'où la présence de coudes pour la ligne microonde. On a principalement étudié deux types de coudes : le coude droit et le coude courbe (Figure 77). La longueur d'interaction opto-hyperfréquence est  $L$ . Pour cette étude,  $L$  et  $l$  sont de 2 mm de long et les pads latéraux ont une longueur  $m$  de 1 mm.



*Figure 77 - Structures de bras coudés pour l'électrode de commande en vue de la mise en boîtier.*



**Figure 78 - Comparatif des paramètres de transmission et de réflexion pour des transitions avec coudes droits et courbes (pour  $l = 2 \text{ mm}$ ).**

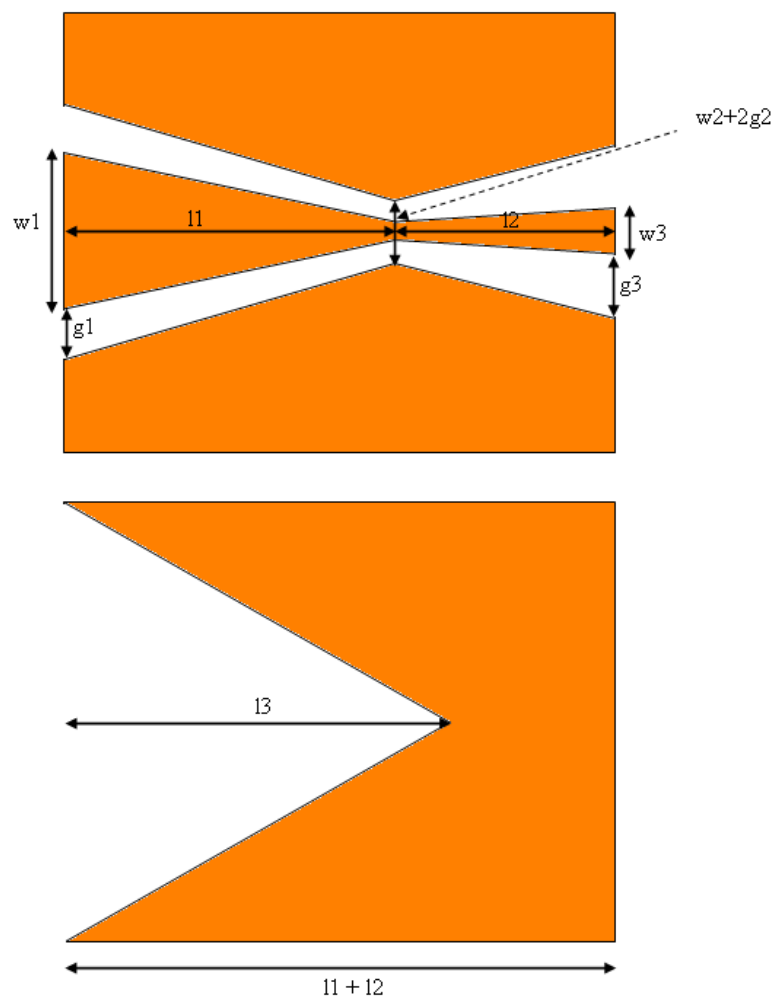
On s'intéresse aux paramètres de transmission et de réflexion de la transition. Le coude rectiligne engendre des pertes supplémentaires (Figure 78). Une partie de l'énergie est rayonnée au niveau du coude. Le fait de préférer un coude incurvé permet de limiter cette dissipation de l'énergie hyperfréquence. Pour une longueur d'interaction plus importante (cas fort probable à cause de la valeur du coefficient électro-optique mesuré), les performances du coude incurvé deviennent plus profitables à la structure générale de la partie hyper du composant.

#### **IV. 3. 4 - Etude du dimensionnement des tapers en vue de la connectivité de la transition avec des connecteurs disponibles dans le commerce**

La dimension du conducteur central des connecteurs est beaucoup plus importante que celle des lignes coplanaires/microruban telles qu'étudiées plus haut. Il est donc impératif d'aménager une zone intermédiaire permettant l'adaptation des géométries ; ceci est réalisé par l'utilisation d'un « taper ». Or, à cause des faibles épaisseurs du diélectrique et la largeur de ruban assez importante pour être compatible avec les connectiques externes, il est quasi impossible de trouver un écart  $g$  permettant d'avoir une ligne coplaire blindée adaptée à  $50 \Omega$ . Cette désadaptation d'impédance générant beaucoup de réflexion, cela pénalisera le comportement global de l'électrode de commande). Dans la région du taper, il faudra alors une masse inférieure structurée. De par le fait que la masse inférieure soit structurée, le

support mécanique de la transition n'est plus entièrement recouvert d'un plan de masse métallisé, sa permittivité doit être prise en compte pour déterminer les dimensions d'entrée du « taper ». Dans le cas présent ce support mécanique est en substrat en silicium de haute résistivité et d'une épaisseur de 375  $\mu\text{m}$  qui présente une permittivité de 11,9.

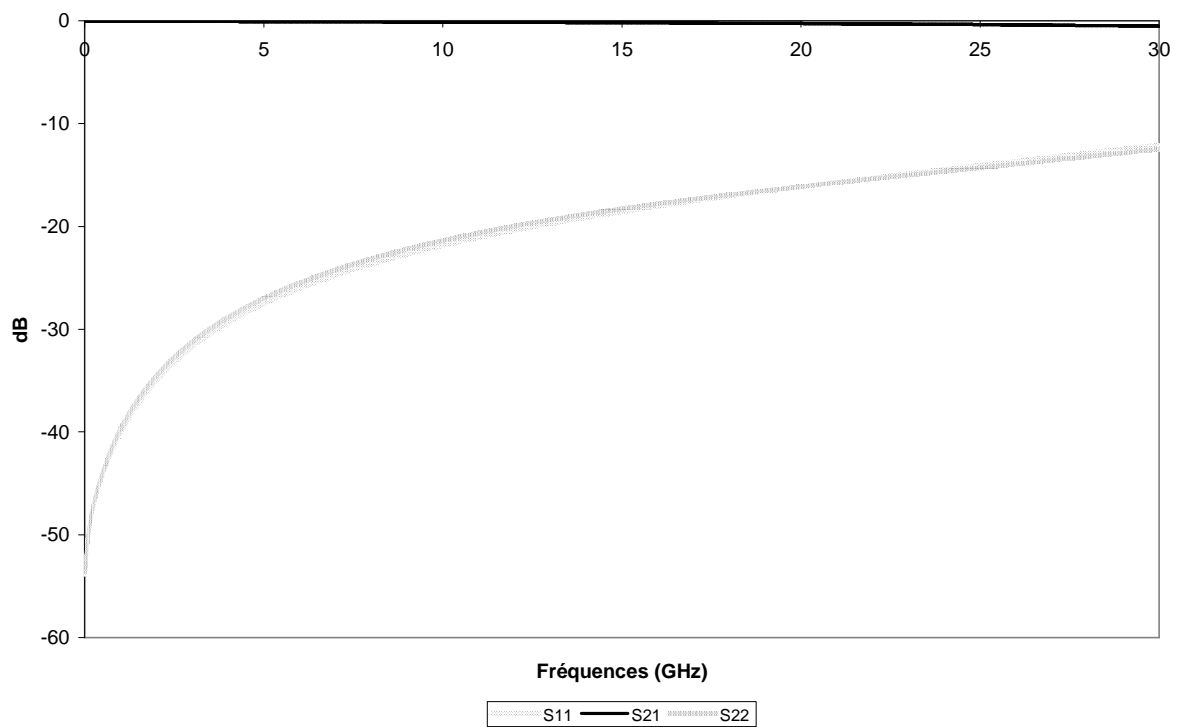
Les dimensions de la ligne coplanaire avec plan de masse inférieure de notre transition sont fixées (côté modulateur). Les dimensions de la région coplanaire (côté connecteurs) doivent être assez importantes pour que le contact avec ce dernier soit idéal. Et elles doivent être telles que cette zone présente une impédance de 50  $\Omega$  en entrée.



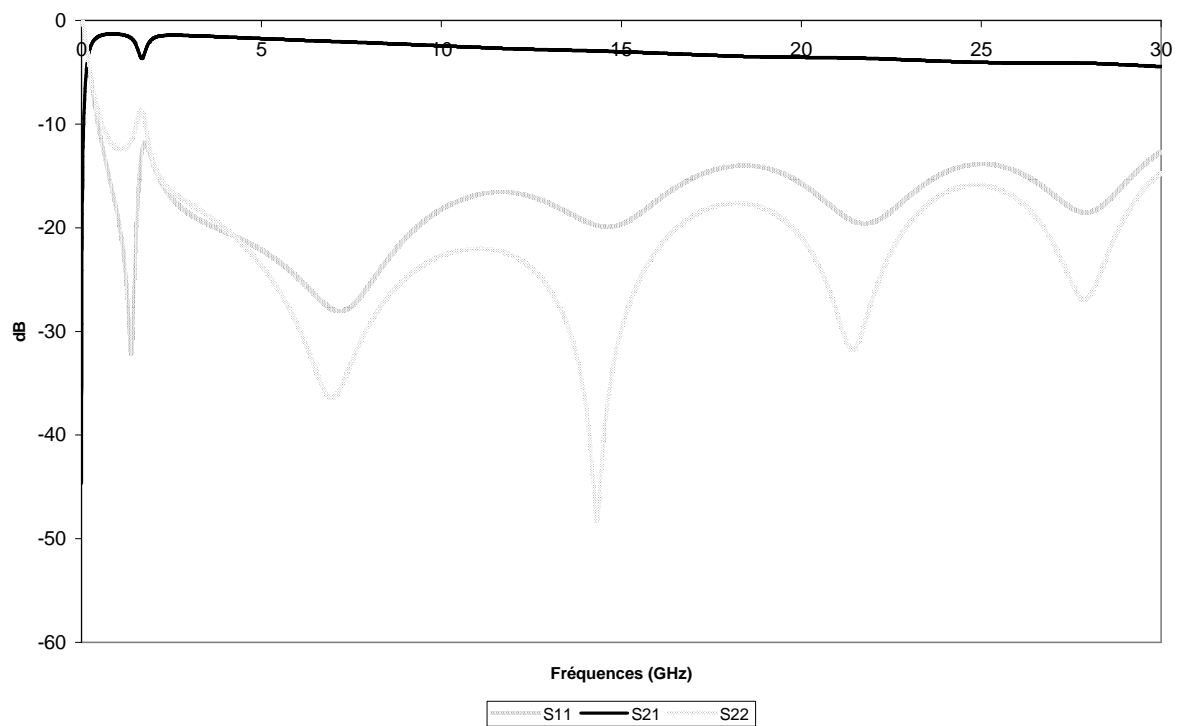
**Figure 79 - Taper avec masse structurée pour passer des dimensions pour un connecteur vers les dimensions de la coplanaire (avec masse) de la transition.**

Les dimensions de la structure présentée à la Figure 79 sont les suivantes :  $l_1 = 700 \mu\text{m}$ ,  $l_2 = 500 \mu\text{m}$ ,  $l_3 = 1 \text{ mm}$ ,  $w_1 = 200 \mu\text{m}$ ,  $w_2 = 100 \mu\text{m}$ ,  $w_3 = 20,3 \mu\text{m}$ ,  $g_1 = 100 \mu\text{m}$ ,  $g_2 = 50 \mu\text{m}$  et  $g_3 = 20,9 \mu\text{m}$ . La Figure 80 présente les paramètres S du taper

avec masse structurée présenté à la Figure 79. On constate que ces dimensions permettent d'avoir des performances qui seront peu pénalisantes pour une structure plus complexe.



*Figure 80 - Paramètre S du taper.*



*Figure 81 - Paramètres S d'une structure complète comprenant un taper, un bras courbe de 2 mm de rayon, et une longueur d'interaction de 7,5 mm.*

Le « taper » étant dimensionné, il est nécessaire de s'intéresser à son influence sur les paramètres de transmission d'une structure plus complexe (c'est-à-dire comprenant des transitions GCPW-MS avec « taper »). La structure comprend une ligne coplanaire d'entrée de 1 mm de long, suivi du taper puis du bras courbe et d'une longueur d'interaction de 7,5 mm de long. Elle se termine par une ligne coplanaire (avec masse inférieure). A la Figure 81, les paramètres S de toute cette structure sont présentés. Cette structure présente peu de pertes engendrée par la réflexion des ondes incidentes. Le redimensionnement des masses latérales permettra d'éviter des résonances parasites sur la plage de fréquences de travail.

La transition complète étant paramétrée, il convient alors de simuler un connecteur coplanaire disponible dans le commerce. Le choix s'est porté sur des connecteurs coplanaires pouvant monter jusqu'à 50 GHz. Ces connecteurs sont fabriqués par Southwest Microwave, Inc. (Figure 82) numéro de série est le 1492-04A-5. La connectique coaxiale peut être disponible soit mâle ou femelle. Pour les simulations, le diélectrique de ce connecteur est matérialisé par du téflon (propriétés diélectriques proches de celle du matériau utilisé) et les armatures métalliques ainsi que les vis de maintien par des conducteurs électriques parfaits.

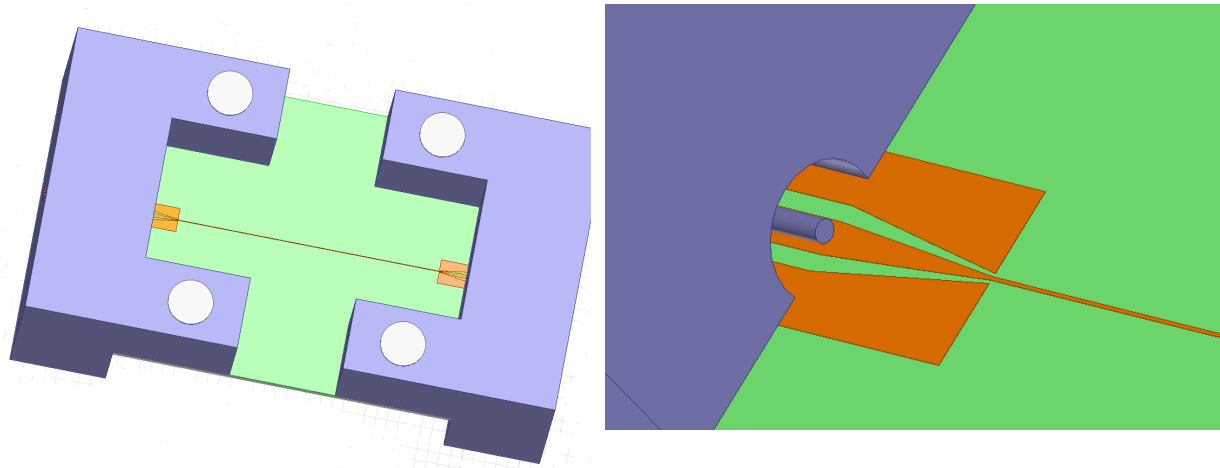


***Figure 82 - Connecteurs coplanaires Southwest Microwave, Inc.***

Pour tester l'intégration de la structure des connecteurs, une transition droite (sans aucun coude) est simulée. Des connecteurs sont placés à chaque extrémité de la transition. Les dimensions des connecteurs sont conformes à celles fournies par le fabricant dans la fiche technique du produit. La longueur totale de la structure simulée (hors connecteurs) est de

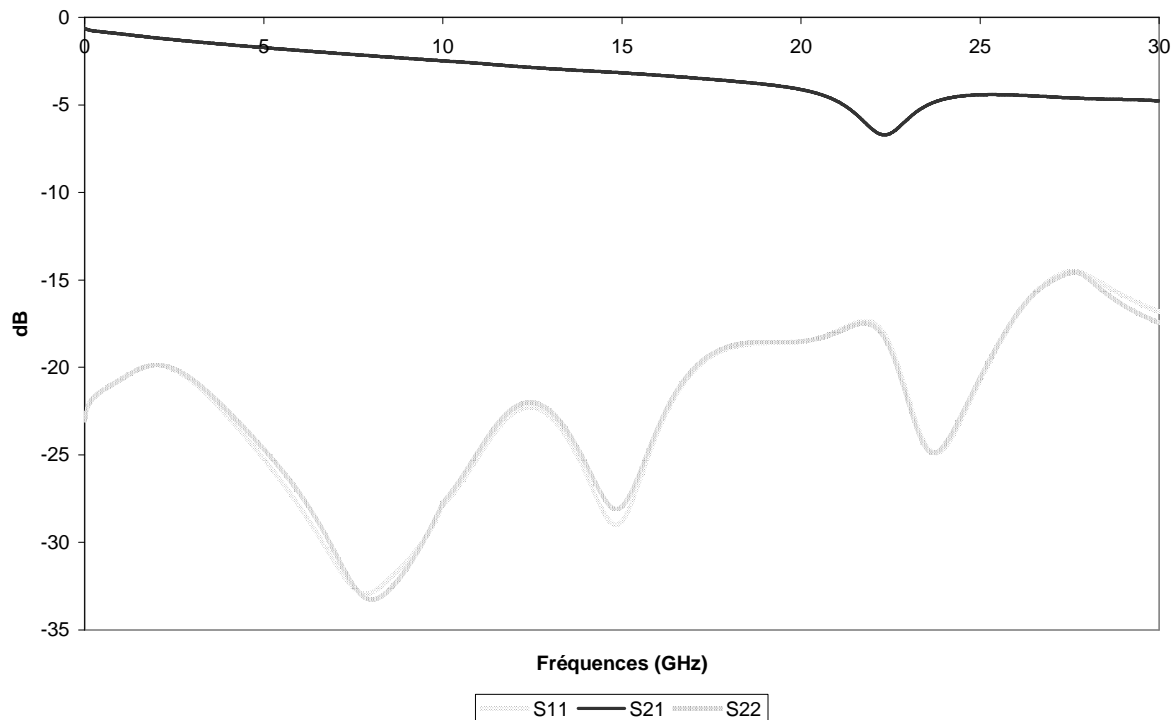


15 mm. Le substrat est en silicium et à une épaisseur de 375  $\mu\text{m}$ . Les pads latéraux de la zone coplanaire blindée sont dimensionnées afin d'essayer d'éviter des résonances (dus à la capacité comprise entre ces pads latéraux et la masse inférieure de la transition) sur la bande de fréquences allant jusqu'à 30 GHz.



**Figure 83 – A gauche : Structure complète de l'électrode de commande avec deux connecteurs en vis à vis. A droite : Détail du pin d'excitation d'un des connecteurs appliqué sur la transition.**

A la Figure 83, la structure complète de l'électrode de commande avec la transition ainsi que les connecteurs sont présentés. Les dimensions utilisées pour les connecteurs sont celles fournies par le fabricant. Les parties amovibles du connecteur (servant au maintien du substrat) n'ont pas été modélisées car elles n'ont pas d'influence sur la propagation de l'onde hyperfréquence. Cela permet de gagner en temps de simulation. Par contre, les vis de maintien sont modélisées. Le substrat, la masse inférieure ainsi que la couche de NOA65 sont découpés afin de laisser un passage pour les vis de maintien. Ces dernières sont modélisées par des cylindres de diamètre identiques aux dimensions des vis données par le fabricant. Comme pour le reste de l'armature des connecteurs, le matériau constitutif des vis est modélisé comme un conducteur électrique parfait. Un agrandissement est fait au niveau de l'âme centrale du connecteur qui doit amener le signal. Nous constatons que cette dernière est bien en contact avec le ruban signal de la ligne coplanaire d'entrée de la transition. Les masses latérales sont bien en contact avec la masse du connecteur. Des ajustements sur les dimensions des masses latérales ont permis de déplacer la résonance vers les fréquences élevées.

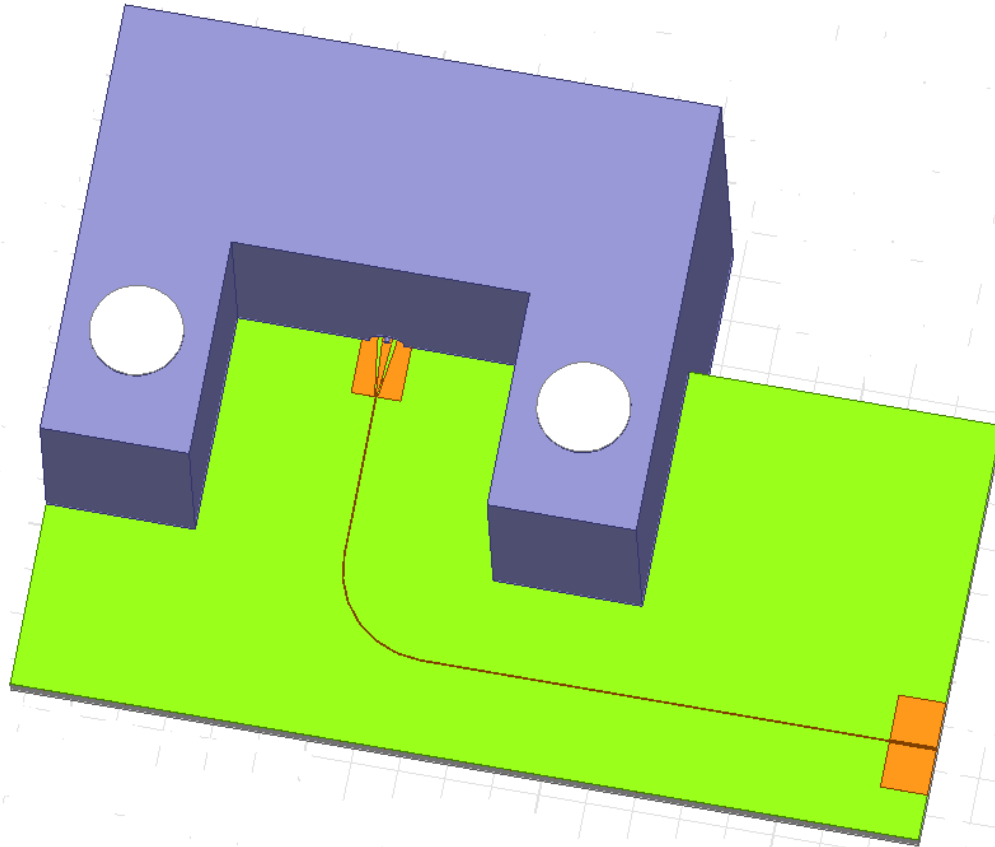


**Figure 84 - Paramètres S obtenus par simulation de la structure présentée à la Figure 83.**

La présence du connecteur permet de laisser passer le continu et les basses fréquences (Figure 84). Les pertes d'insertions de cette structure sont de 0,63 dB. La bande passante à 3 dB à pour fréquence haute 18 GHz. La structure à un pic de résonance autour des 22 GHz. C'est ce dernier qui aurait limité la bande passante si la tangente de pertes de la NOA65 était moins élevée. Une structure plus courte devrait permettre de déplacer la limite haute de la bande passante à 3 dB. On sera alors limitée dans cette réduction par l'encombrement des bras des connecteurs. En réduisant au maximum la longueur du wafer (au lieu de 15 mm, 13 mm), la fréquence haute de la bande passante à 3 dB est passée à 20 GHz. Avec une longueur totale de 13 mm, la longueur de l'électrode de commande microruban est d'environ 10 mm.

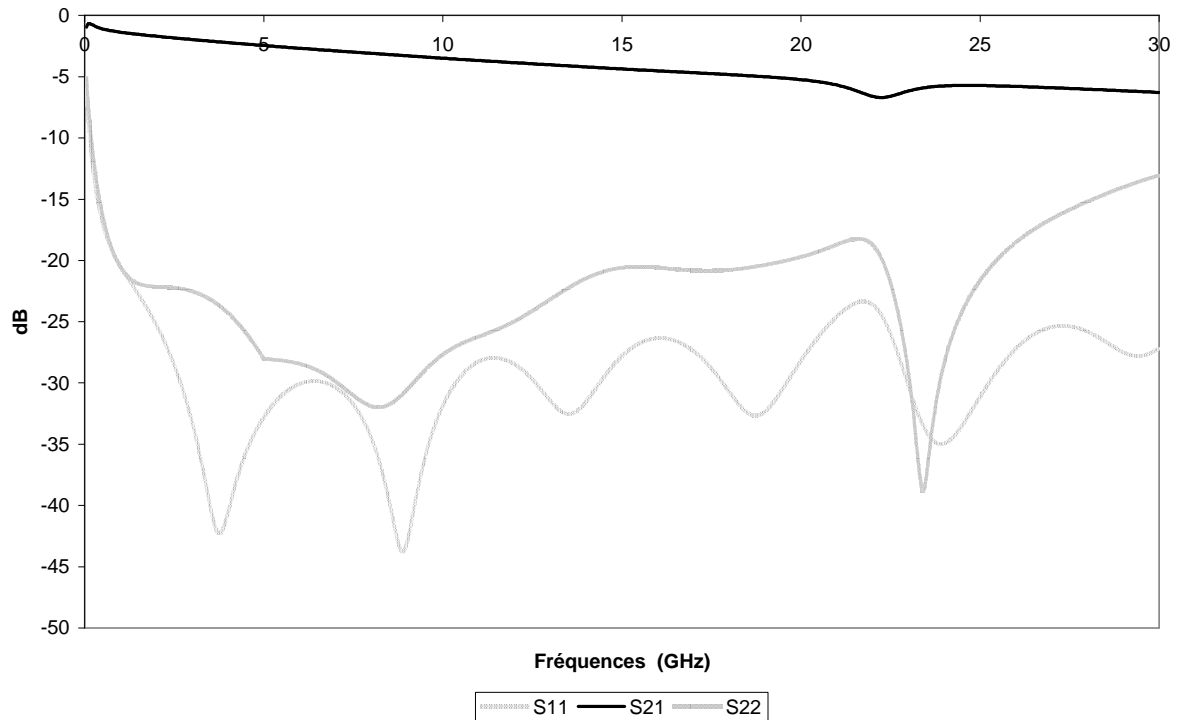
Cette configuration avec deux connecteurs en vis-à-vis n'est pas idéale pour une mise en boîtier du dispositif complet. Il est indispensable d'utiliser des coudes pour que le connecteur ne se trouve pas dans la direction de propagation de la structure optique. Pour éviter que l'un des bras du connecteur ne touche la ligne microruban, il est nécessaire de placer le début de la zone incurvée de cette dernière au-delà des bras. Cela aura pour principal inconvénient d'allonger la zone de propagation de l'onde hyperfréquence sans que l'on ne se trouve au-dessus du bras de la structure optique du Mach-Zehnder. Pour obtenir une bande passante à 3 dB la plus large possible, il est important de faire un compromis judicieux entre rayon de courbure  $n$  et longueur d'interaction  $L$ . On fait varier le rayon de courbure entre 0,5

et 2 mm. Pour la longueur d'interaction, la plus longue considérée est de 2 cm et la plus courte est de 5 mm.



**Figure 85 - Structure de l'électrode de commande comprenant le connecteur, un bras incurvé et une zone coplanaire en bout de zone d'interaction opto-hyperfréquence.**

La Figure 85 illustre la structure complète de l'électrode de commande, telle qu'envisagée pour une mise en boîtier d'un modulateur de type Mach-Zehnder. Sur cette figure, le rayon de courbure  $r$  est de 2 mm, la longueur d'interaction  $L$  est de 1 cm et les pads latéraux de la ligne coplanaire font 1 mm de côté. A la Figure 86, les paramètres  $S$  pour cette structure sont présentés.  $S_{11}$  est la réflexion au niveau de la ligne coplanaire blindée en fin de zone d'interaction.



**Figure 86 - Paramètre S de la structure présentée à la Figure 85.**

Dans le Tableau 9, les limites hautes de la bande passante à 3 dB pour différentes longueurs d'interaction et différents rayon de courbures sont présentées.

Rayon de courbure du coude	Longueur d'interaction	Limite haute de la bande passante à 3 dB
<b>0,5 mm</b>	1 cm	16,1 GHz
	1,5 cm	9,6 GHz
	2 cm	6,4 GHz
<b>1 mm</b>	1 cm	14,6 GHz
	1,5 cm	9 GHz
	2 cm	6,1 GHz
<b>1,5 mm</b>	0,5 cm	20,8 GHz
	1 cm	13,2 GHz
	1,5 cm	8,4 GHz
	2 cm	5,8 GHz
<b>2 mm</b>	0,5 cm	20,2 GHz
	1 cm	12,3 GHz
	1,5 cm	7,9 GHz
	2 cm	5,3 GHz

**Tableau 9 - Tableau comparatif de l'influence du rayon de courbure  $n$  et de la longueurs d'interaction  $L$  sur la limite supérieure de la bande passante à 3 dB de la structure complète de l'électrode de commande avec connecteur.**

Pour obtenir la bande passante la plus large, en tenant compte des pertes des matériaux constitutifs du guide optiques, nous devons nous limiter à une zone d'interaction opto-

hyperfréquence la plus courte que possible sans pour autant être pénalisé par une tension demi-onde trop élevée.

#### **IV. 4 - Conclusion du chapitre**

Au regard des résultats obtenus pour les simulations, il est impératif de faire un compromis entre la bande passante la plus large que possible et la tension demi-onde la plus faible que possible. Avec une structure d'électrode complète (intégrant le connecteur d'alimentation du signal microonde), la longueur d'interaction  $L$  la plus appropriée est de 1 cm et le rayon de courbure de coude est de 0,5 mm. Pour ces paramètres géométriques de l'électrode de commande, la bande passante à 3 dB couvre du continu jusqu'à 16 GHz. La tension de commande (en continu) pour cette longueur d'interaction est de 11,7 V (avec un coefficient électro-optique de 28 pm/V) et de 14,2 V en prenant en compte les pertes hyper des matériaux.

## Conclusion générale et perspectives

Les étapes d'orientation et de caractérisation des matériaux polymères, structurés quasiment à l'identique de ce qu'ils seraient dans un modulateur de Mach-Zehnder en optique intégrée, ont occupé une partie importante de ce travail de thèse et, par de même, assuré, au sein du projet ModPol, la liaison entre les études « matériau » et « composant ». Je me suis particulièrement investi sur la génération des effets électro-optiques au sein de divers polymères actifs de types hôte/invité (PMMA/DR1, APC/CPO-1, PMMI/CPO-1) par deux techniques d'orientation de chromophores différentes, par effet Corona et par électrodes de contact. Ces orientations ont été réalisées avec des structures d'échantillons de la plus simple (monocouche de matériau actif) à la plus complexe (structure tricouche comprenant le cœur actif ainsi que les gaines inférieure et supérieure). Nous avons démontré que dans le cas de l'orientation par effet Corona, la structure de l'échantillon influence de manière significative l'efficacité du processus d'orientation des chromophores dans la matrice polymère. Pour l'orientation par électrodes de contact, des tentatives ont été réalisées autant sur des échantillons structurés en bicouche qu'en tricouche. En configuration tricouche, le coefficient électro-optique mesuré est un peu plus important que celui mesuré en bicouche (conditions d'orientation des échantillons similaires). De manière générale, il est apparu que le processus d'orientation du polymère actif se déroulait mieux lorsque celui-ci était en structuration tricouche à la fois concernant la valeur du coefficient électro-optique obtenu que de l'innocuité du processus d'orientation vis-à-vis de ces échantillons. En particulier, le coefficient électro-optique du PMMI/CPO-1, matériau spécifiquement développé au sein du projet ModPol, a été mesuré à 28 pm/V une fois les conditions du processus d'orientation validées.

Les principaux polymères, tant les matériaux actifs de cœur que les matériaux passifs de gaines, ont été caractérisés du point de vue diélectrique (détermination de la permittivité relative et de la tangente de pertes pour une gamme de fréquences jusqu'à 60 GHz). La tangente de pertes du PMMI/CPO-1 est inférieure à  $1 \times 10^{-2}$  et sa permittivité est de 3,15 (à 30 GHz, fréquence retenue pour la modélisation de l'électrode de commande hyperfréquence). Pour le matériau de gaine NOA65, ces valeurs sont respectivement  $2,2 \times 10^{-2}$  et de 3,2 (à 30 GHz).

Les matériaux polymères utilisés pour les gaines de guides d'ondes optiques ont une grande importance dans les performances globales des modulateurs, ne serait que par leur

importance prépondérante dans la conception et sur les propriétés des lignes de commande hyperfréquence dont l'atténuation linéique limite la bande passante. Leur choix est donc capital mais il est aussi très difficile car il doit satisfaire de nombreux critères : optique (indice de réfraction en adéquation avec celui du cœur et transparence aux longueurs d'onde de travail), hyperfréquence (faibles pertes microondes et permittivité permettant un bon accord de phase entre onde optique et signal hyperfréquence) et électrique (conductivité plus grande pour favoriser l'opération d'orientation des chromophores), de bonnes propriétés mécaniques (clivage aisé et sans bavures) et de compatibilité technologique (bonne adhérence et solvant adéquat). Ces critères nombreux et contraignants réduisent considérablement le choix possible de matériau de gaines pour un matériau de cœur donné. Le choix s'est porté sur la NOA65 comme matériau de gaines inférieure et supérieure. Cette dernière ainsi que le PMMI utilisent le même solvant. D'où un vrai gageure de réaliser un échantillon tricouche avec ces matériaux (sans altérer la couche active de PMMI/CPO-1). Un procédé de réalisation, avec solvant unique, a pu être mis au point, il permet de réaliser des échantillons tricouche de bonne qualité et aptes à être orientés.

Les échantillons tricouches réalisés avec une contre-électrode métallique fine présentent l'avantage d'avoir un comportement a priori proche de celui des démonstrateurs, à la différence des échantillons monocouches spécialement préparés avec une électrode transparente en oxyde conducteur. Mais, lors de l'opération d'orientation, ils ont l'inconvénient de se comporter de manière complexe, en tout cas bien plus complexe que les échantillons dédiés aux seules mesures du coefficient électro-optique. Malgré la quantité importante d'essais réalisés, certains nécessitent une investigation supplémentaire, néanmoins cela nous a permis d'acquérir une expérience enrichissante sur la réalisation des modulateurs.

A partir des paramètres obtenus lors des caractérisations tant microonde (permittivité complexe) qu'électro-optique (coefficient  $r_{33}$ ), un ensemble de simulations a été réalisé afin de cadrer le dimensionnement d'un modulateur de Mach-Zehnder utilisant la NOA65 comme matériau de gaine et le PMMI/CPO-1 comme matériau actif. Se basant sur une longueur d'interaction microonde-optique de 1 cm (pour une longueur totale de 1,5 cm de la structure optique) et la bande passante de modulation électrique (à 3 dB) a été évaluée à 16 GHz. La tension demi-onde du dispositif est de 14,2 V. Dans le cas, où on déciderait de ne pas intégrer le connecteur microonde, la bande passante à 3 dB est potentiellement supérieure à 30 GHz.

Les perspectives à moyen terme seraient la réalisation d'un prototype afin de pouvoir comparer le comportement réel aux résultats attendus par simulation. Il serait aussi important,

si ce n'est crucial, de pouvoir mesurer les pertes de propagation linéiques d'un guide optique réalisé avec ce couple de matériaux et de déterminer dans quelle mesure celles-ci vont impacter les performances du prototype. Il faudra aussi s'intéresser à la tenue des effets électro-optiques du matériau actif tant dans la durée qu'en présence d'une température avoisinant les 80°C (température potentiellement atteinte en fonctionnement dans un système).





## Bibliographie

- [1] E. M. McKenna, A. S. Lin, A. R. Mickelson, R. Dinu, D. Jin, "Comparison of  $r_{33}$  values for AJ404 films prepared with parallel plates and corona poling", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 24, No. 11, pp. 2888-2892, 2007.
- [2] J. Luo, Y.-J. Cheng, T.-D. Kim, S. Hau, S.-H. Jang, Z. Shi, X.-H. Zhou, A. K.-Y. Jen, "Facile synthesis for highly efficient phenyltetraene-based nonlinear optical chromophores for electrooptics", *Organic Letters*, Vol. 8, No. 7, pp. 1387-1390, 2006.
- [3] W. H. Steier, A. Chen, S.-S. Lee, S. Garner, H. Zhang, V. Chuyanov, L. R. Dalton, F. Wang, A. S. Ren, C. Zhang, G. Todorova, A. Harper, H. R. Fetterman, D. Chen, A. Udupa, D. Bhattacharya, B. Tsap, "Polymer electro-optic devices for integrated optics", *Chemical Physics*, Vol. 245, pp. 487-506, 1999.
- [4] D. Chen, H. R. Fetterman, A. Chen, W. H. Steier, L. R. Dalton, W. Wang, Y. Shi, "Demonstration of 110 GHz electro-optic polymer modulators", *Applied Physics Letters*, Vol. 70, No. 25, pp. 3335-3337, 1997.
- [5] D. H. Chang, H. Erlig, M. C. Oh, C. Zhang, W. H. Steier, L. R. Dalton, H. R. Fetterman, "Time stretching of 102-GHz millimeter waves using novel 1.55- $\mu$ m polymer electro-optic modulator", *IEEE Photonics Technology Letters*, Vol. 12, No. 5, pp. 537-539, 2000.
- [6] B. Bortnik, Y.-C. Hung, H. Tazawa, B.-J. Seo, J. Luo, A. K.-Y. Jen, W. H. Steier, H. R. Fetterman, "Electrooptic polymer ring resonator modulation up to 165 GHz", *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, Vol. 13, No. 1, pp. 104-110, 2007.
- [7] H. Tazawa, Y.-H. Kuo, I. Dunayevskiy, J. Luo, A. K.-Y. Jen, H. R. Fetterman, W. H. Steier, "Ring resonator-based electrooptic polymer travelling-wave modulator", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 24, No. 9, pp. 3514-3519, 2006.
- [8] S.-J. Hwang, H. H. Yu, "Analysis of E-O polymer mode converter with bottom transverse poling electrodes", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 21, No. 10, pp. 2297-2304, 2003.
- [9] W.-Y. Hwang, J.-J. Kim, T. Zyung, M.-C. Oh, S.-Y. Shin, "TE-TM mode converter in a poled-polymer waveguide", *IEEE Journal of Quantum Electronics*, Vol. 32, No. 6, pp. 1054-1062, 1996.
- [10] A. Gardelein, S. Le Tacon, E. Tanguy, N. Breuil, T. Razban, "Electro-optic microwave antenna using organic poled polymer", *Proceedings of Organic Optoelectronics and Photonics*, SPIE 6192, Avril 2006, 619213.
- [11] A. Gardelein, S. Le Tacon, E. Tanguy, N. Breuil, T. Razban-Haghighi, "Passive electro-optic antenna using polymer material", *IEEE Electronics Letters*, Vol. 43, No. 9, pp. 489-491, 2011.
- [12] A. Gardelein, S. Le Tacon, E. Tanguy, N. Breuil, T. Razban, "Characterization of electrooptic polymer applied to microwave sensing", *IEEE International Topical Meeting on Microwave Photonics 2006*, MWP '06, 2006.
- [13] H. Sun, A. Pyajt, J. Luo, Z. Shi, S. Hau, A. K.-Y. Jen, L. R. Dalton, H. Chen, "All-dielectric electrooptic sensor based on a polymer microresonator coupled side-polished optical fiber", *IEEE Sensors Journal*, Vol. 7, No. 4, pp. 515-524, 2007.
- [14] H. Zhang, M.-C. Oh, A. Szep, W. H. Steier, C. Zhang, L. R. Dalton, H. Erlig, Y. Chang, D. H. Chang, H. R. Fetterman, "Push-pull electro-optic polymer modulators with low half-wave voltage and low loss at both 1310 and 1550 nm", *Applied Physics Letters*, Vol. 78, No. 20, pp. 3136-3138, 2001.

- [15] D. M. Gill, A. Chowdhury, "Electro-optic polymer-based modulator design and performance for 40 Gb/s system applications", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 20, No. 12, pp. 2145-2153, 2002.
- [16] R. G. Hunsberger, "Integrated Optics: Theory and Technology sixth Edition", Springer.
- [17] E. Menard, M. A. Meitl, Y. Sun, J.-U. Park, D. J.-L. Shir, Y.-S. Nam, S. Jeon, J. A. Rogers, "Micro- and nanopatterning techniques for organic electronic and optoelectronic systems", *Chemical Reviews*, Vol. 107, No. 4, 2007.
- [18] G. Fischbeck, R. Moosburger, M. Töpfer, K. Petermann, "Design concept for singlemode polymer waveguides", *IEEE Electronics Letters*, Vol. 32, No. 3, pp. 212-213, 1996.
- [19] R. A. Soref, J. Schmidtchen, K. Petermann, "Large single-mode rib waveguides in GeSi-Si and Si-on-SiO<sub>2</sub>", *IEEE Journal of Quantum Electronics*, Vol. 27, No. 8, pp. 1971-1974, 1991.
- [20] K. Noguchi, O. Mitomi, H. Miyazawa, "Millimeter-wave Ti:LiNbO<sub>3</sub> Optical modulators", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 16, No. 4, pp. 615-619, 1998.
- [21] D. D. Grieg, H. F. Engelmann, "Microstrip-A new transmission technique for the kilomegacycle range", *Proceedings of the Institute of Radio Engineers*, Vol. 40, No. 12, pp. 1644-1650, 1952.
- [22] I. J. Bahl, R. Garg, "Simple and accurate formulas for a microstrip with finite strip thickness", *Proceedings of the IEEE*, Vol. 65, No. 11, pp. 1611-1612, 1977.
- [23] C. P. Wen, "Coplanar waveguide : A surface strip transmission line suitable for nonreciprocal gyromagnetic device applications, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 17, No. 12, pp. 1087-1090, 1969.
- [24] W. Hilberg, "From approximations to exact relations for characteristic impedances", *IEEE Transactions on Microwave Technology and Techniques*, Vol. 17, No. 5, pp. 259-265, 1969.
- [25] B. A. Saleh, M. C. Teich, "Fundamentals of photonics", John Wiley and Sons Inc., 1991.
- [26] L. Arizmendi, "Photonics applications of Lithium Niobate crystals", *Physica Status Solidi (a)*, Vol. 201, No. 2, pp. 253-283, 2004.
- [27] S. Adachi, "Dispersion of the linear electro-optic coefficient in GaAs", *Journal of Applied Physics*, Vol. 72, No. 8, pp. 3702-3704, 1992.
- [28] M.-C. Oh, H. Zhang, A. Szep, V. Chuyanov, W. H. Steier, C. Zhang, L. R. Dalton, H. Erlig, B. Tsap, H. R. Fetterman "Electro-optic polymer modulator fro 1.55  $\mu\text{m}$  wavelength using phenyltetraene bridged chromophore in polycarbonate", *Applied Physics Letters*, Vol. 76, No. 24, pp. 3525-3527, 2000.
- [29] P. A. Franken, A. E. Hill, C. W. Peters, G. Weinreich, "Generation of optical harmonics", *Physical Review Letters*, Vol. 7, No. 4, pp. 118-120, 1961.
- [30] P. D. Maker, W. R. Terhune, M; Nisenoff, C. M. Savage, "Effects of dispersion and focusing on the production of optical harmonics", *Physical Review Letters*, Vol. 8, No. 1, pp. 21-23, 1962.
- [31] M. Lesecq, "Fonctionnalités actives en optique intégrée à base de fils optiques en filière InP : application à la commutation optique", *Thèse de doctorat*, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2008.
- [32] J.-F. Larchanché, "Etudes pour la réalisation d'un modulateur électro-optique à ondes progressives sur polymères", *Thèse de doctorat*, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2001.
- [33] C. Xu, "CAD for photonics devices and circuits", *Optical Fiber Communication and Optoelectronics Exposition and Conferences*, 2006.
- [34] S. Y. Wang, S. H. Li, Y. M. Houg, "GaAs travelling-wave polarization electro-optic waveguide modulator with bandwidth in excess of 20 GHz at 1,3  $\mu\text{m}$ ", *Applied Physics Letters*, Vol. 51, No. 2, pp. 83-85, 1987.

- [35] R. Spickermann, N. Dagli, M. G. Peters, "GaAs/AlGaAs electro-optic modulator with bandwidth > 40 GHz", *IEEE Electronics Letters*, Vol. 31, No. 11, pp. 915-916, 1995.
- [36] R. Spickermann, S. R. Sakamoto, M. G. Peters, N. Dagli, "GaAs/AlGaAs travelling wave electro-optic modulator with an electrical bandwidth >40 GHz", *IEEE Electronics Letters*, Vol. 32, No. 12, pp. 1095-1096, 1996.
- [37] E. L. Wooten, K. M. Kissa, A. Yi-Yan, E. J. Murphy, D. A. Lafaw, P. F. Hallemeier, D. Maack, D. V. Attanasio, D. J. Fritz, G. J. McBrien, D. E. Bossi, "A review of lithium niobate modulators for fiber-optic communications systems", *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, Vol. 6, No. 1, pp. 69-82, 2000.
- [38] W. K. Burns, M. M. Howerton, R. P. Moeller, R. Krähenbühl, R. W. McElhanon, A. S. Greenblatt, "Low drive voltage, broad band LiNbO<sub>3</sub> modulators with or without etched ridges", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 17, No. 12, pp. 2551-2555, 1999.
- [39] H. Chen, B. Chen, D. Huang, D. Jin, J. D. Luo, A. K.-Y. Jen, R. Dinu, "Broadband electro-optic polymer modulators with high electro-optic activity and low poling induced optical loss", *Applied Physics Letters*, Vol. 93, pp. 043507-1-36, 2008.
- [40] T. Gorman, S. Haxha, J. J. Ju, "Ultra-high-speed deeply etched electrooptic polymer modulator with profiled cross section", *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 27, No. 1, pp. 68-76, 2009.
- [41] S.-W. Ahn, W. H. Steier, Y.-H. Kuo, M.-C. Oh, H.-J. Lee, C. Zhang, H. R. Fetterman, "Integration of electro-optic polymer modulators with low-loss fluorinated polymer waveguides", *Optics Letters*, Vol. 27, No. 23, pp. 2109-2111, 2002.
- [42] S.-K. Kim, H. Zhang, D. H. Chang, C. Zhang, C. Wang, W. H. Steier, H. R. Fetterman, "Electrooptic polymer modulators with an inverted-rib waveguide structure", *IEEE Photonics Technology Letters*, Vol. 15, No. 2, pp. 218-220, 2003.
- [43] J. Mallari, C. Wei, D. Jin, G. Yu, A. Barklund, E. Miller, P. O'Mathuna, R. Dinu, A. Motafakker-Fard, B. Jalali, "100Gbps EO polymer modulator products and its characterization using a real-time digitizer", *2010 Conference on Optical Fiber Communication (OFC), collocated National Fiber Optics Engineers Conference (OFC/NFOEC)*, San Diego, California, 2010.
- [44] Fiche technique du modulateur LX8900 de GigOptix.
- [45] C. Algani, N. E. Belhadj-Tahar, F. Deshours, J. L. Montmagon, R. Roduit, G. Alquié, C. Fortin, C. Kamiersky, "Optimization of the electrodes dimensions of an electro-optic organic modulator based on polymers Microwave dielectric characterization and electromagnetic simulations", *IEEE European Microwave Conference*, Paris, 3-7 Octobre 2005.
- [46] M. El Gibari, "Conception optique et hyperfréquence d'un modulateur électro-optique sur polymère : optimisation de transition ultra-large bande pour électrode de commande", *Thèse de doctorat*, Université de Nantes, 2009.
- [47] W. M. Robertson, G. Arjavalingham, G. V. Kopcsay, "Broadband microwave dielectric properties of lithium niobate", *IEEE Electronics Letters*, Vol. 27, No. 2, pp. 175-176, 1991.
- [48] B. Riddle, J. Baker-Jarvis, M. Janezic, "Microwave characterization of semiconductors with a split-cylinder cavity", *Measurement Science and Technology*, Vol. 19, pp. 115701-1-6, 2008.
- [49] M. Lee, O. Mitrofanov, C. Erben, "Millimeter-wave dielectric properties of electro-optic polymer materials", *Applied Physics Letters*, Vol. 81, No. 8, pp. 1474-1746, 2002.
- [50] P. C. Ray, P. K. Das, "Influence of the poling methods on the rotational dynamics of 2-methyl-4-nitro-aniline in poly(methyl methacrylate) studied by second harmonic generation", *European Polymer Journal*, Vol. 32, No. 1, pp. 51-55, 1996.

- [51] M. Hissler, P. W. Dyer, R. Réau, "Linear organic  $\pi$ -conjugated systems featuring heavy Group 14 and 15 elements", *Coordination Chemistry Reviews*, Vol. 244, pp. 1-44, 2003.
- [52] J. L. Oudar, D. S. Chemla, "Hyperpolarizabilities of the nitroanilines and their relation to the excited state dipole moment", *The Journal of Chemical Physics*, Vol. 66, No. 6, pp. 2664-2668, 1977.
- [53] A. M. R. Beaudin, N. Song, Y. Bai, L. Men, J. P. Gao, Z. Y. Wang, M. Szablewski, G. Cross, W. Wensellers, J. Campo, E. Goovaerts, "Synthesis and properties of Zwitterionic nonlinear optical chromophores with large hyperpolarizability for poled polymer applications", *Chemistry of Materials*, Vol. 18, pp. 1079-1084, 2006.
- [54] M. He, T. M. Leslie, J. A. Sinicropi, S. M. Garner, L. D. Reed, "Synthesis of chromophores with extremely high electro-optic activities. 2. isophorone- and combined isophorone-thiophene-based chromophores", *Chemistry of Materials*, Vol. 14, pp. 4669-4675, 2002.
- [55] C.-C. Tsai, T.-Y. Chao, H.-L. Lin, Y.-H. Liu, H.-L. Chang, Y.-L. Liu, R.-J. Jeng, "The facile synthesis and optical nonlinearities of hyperbranched polyaspartimides with azobenzene dyes", *Dyes and Pigments*, Vol. 82, pp. 31-39, 2002.
- [56] J.-Y. Lee, W.-T. Jung, W.-J. Lee, "Molecular design, synthesis, and electro-optics properties of novel Y-type polyesters with high thermal stability of second harmonic generation", *Polymer International*, Vol. 55, pp. 248-256, 2006.
- [57] C.-C. Chang, C.-P. Chen, C.-C. Chou, W.-J. Kuo, R.-J. Jeng, "Polymers for electro-optical modulation", *Journal of Macromolecular Science*, Vol. 45, pp. 125-170, 2005.
- [58] A. W. Harper, S. Sun, L. R. Dalton, S. M. Garner, A. Chen, S. Kalluri, W. H. Steier, B. H. Robinson, "Translating microscopic optical nonlinearity into macroscopic optical nonlinearity : the role of chromophore-chromophore electrostatic interactions", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 15, No. 1, pp. 329-337, 1998.
- [59] H. Zhang, Z. Xia, S. Zhou, H. Ding, Y. Cao, H. Lin, J. Zhu, "The electrical and optical properties of the nonlinear optical polymer DR1/PMMA films", *IEEE 9<sup>th</sup> International Symposium on Electrets (ISE 9)*, Shanghai, China, 1996.
- [60] A. Priimagi, S. Cattaneo, R. H. A. Ras, S. Valkama, O. Ikkala, M. Kauranen, "Polymer-dye complexes: a facile method for high doping level and aggregation control of dye molecules", *Chemistry of Materials*, Vol. 17, pp. 5798-5802, 2005.
- [61] G. Vitrant, A. Rodriguez, X. Grégoire, N. Bodin, "Photochromic properties of PMMA-DR1 functionalized polymer films: Evidence of reversible trapped molecular states", *Nonlinear Guided Waves and Their Application Conference*, Dijon, France, 1999.
- [62] E. Toussaere, P. Labbé, "Linear and nonlinear gratings in DR1 side-chain polymers", *Optical Materials*, Vol. 12, pp. 357-362, 1999.
- [63] A. Nahata, J. Shan, J. T. Yardley, C. Wu, "Electro-optic determination of nonlinear-optical of a covalently functionalized dispersed red 1 copolymer", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 10, No. 9, pp. 1553-1564, 1993.
- [64] J. Liang, R. Levenson, C. Rossier, E. Toussaere, J. Zyss, A. Rousseau, B. Boutevin, F. Foll, D. Bosc, "Thermally stable cross-linked polymers for electro-optic applications", *Journal de Physique III*, No. 4, pp. 2441-2450, 1994.
- [65] H. Ibn El Arhach, A. Barsella, J. Vola, L. Mager, A. F. Fort, W. Bentouni, Y. Bretonniere, C. Andraud, "polarization/depolarization process in NLO side-chain doped with push-pull chromophores", *2010 SPIE Organic Photonic Materials and Devices XII*, conference #7599, San Francisco, CA, 2010.
- [66] B. Gopalan, H. E. Katz, D. J. McGee, C. Erben, T. Zielinski, D. Bousquet, D. Muller, J. Grazul, Y. Olsson, "Star-shaped azo-based dipolar chromophores : Design, synthesis, matrix compatibility and electro-optic activity", *Journal of American Chemical Society*, Vol. 126, pp. 1741-1747, 2004.

- [67] G. A. Reynolds, K. H. Drexhage, "Stable hemptamethine dyes that absorb the infrared", *Journal of Organic Chemistry*, Vol. 42, No. 5, pp. 885-888, 1977.
- [68] K. Aljoumaa, Y. Qi, J. Ding, J. A. Delaire, "Synthesis and characterizations of highly fluorinated poly(arylene)s for quadratic nonlinear optics", *Macromolecules*, Vol. 42, pp. 9275-9288, 2009.
- [69] L. R. Dalton, P. A. Sullivan, D. H. Bale, "Electric field poled organic electro-optic materials: State of the art and future prospects", *Chemical Reviews*, Vol. 110, No. 1, pp. 25-55, 2010.
- [70] I. Ledoux, J. Zyss, E. Barni, C. Barolo, N. Diulgheroff, P. Quagliotto, G. Viscardi, "Properties of novel azodyes containing powerful acceptor groups and thiophene moiety", *Synthetic Metals*, Vol. 15, pp. 213-217, 2000.
- [71] M. J. Banach, M. D. Alexander Jr., S. Caracci, R. A. Vaia, "Enhancement of electrooptic coefficient of doped films through organization of chromophore environment", *Chemistry of Materials*, Vol. 11, pp. 2554-2561, 1999.
- [72] A. K. Adiyodi, X. Joseph, P. V. Jyothy, G. Jose, N. V. Unnikrishnan, "Dielectric and microhardness studies of methylene blue doped PMMA matrix", *Materials Science-Poland*, Vol. 27, No. 1, pp. 297-305, 2009.
- [73] P. M. Blanchard, G. R. Mitchell, "A comparison of photoinduced poling and thermal poling of azo-dye-doped polymer films for second order nonlinear optical applications", *Applied Physics Letters*, Vol. 63, No. 15, pp. 2038-2040, 1993.
- [74] P. A. Ribeiro, D. T. Balogh, J. A. Giacometti, "Corona poling and electroactivity in a side-chain methacrylate copolymer", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 7, No. 4, pp. 572-577, 2000.
- [75] J. Luo, S. Liu, M. Haller, L. Liu, H. Ma, A. J.-K. Jen, "Design, synthesis and properties of highly efficient side-chain dendronized nonlinear optical polymers for electro-optics", *Advanced Materials*, Vol. 14, No. 23, pp. 1763-1768, 2002.
- [76] I. Rau, P. Armatys, P.-A. Chollet, F. Kajzar, Y. Bretonnière, C. Andraud, "Aggregation : A new mechanism of relaxation of polar order in electro-optic polymers", *Chemical Physics Letters*, Vol. 442, No. 4-6, pp. 329-333, 2007.
- [77] L. M. Hayden, G. F. Sauter, F. R. Ore, P. L. Pasillas, J. M. Hoover, G. A. Lindsay, R. A. Henry, "Second-order nonlinear optical measurements, in guest-host and side-chain polymers", *Journal of Applied Physics*, Vol. 68, No. 2, pp. 456-465, 1990.
- [78] W. M. P. K. Wijekoon, S. K. Wijaya, J. D. Bhawalkar, P. N. Prasad, T. L. Penner, N. J. Armstrong, M. C. Ezenyilimba, D. J. Williams, "Second harmonic generation in multilayer Langmuir-Blodgett films of blue transparent organic polymers", *Journal of American Chemical Society*, Vol. 118, pp. 4480-4483, 1996.
- [79] Z. Sekkat, M. Dumont, "Photoassisted poling of azo dye doped polymeric films at room temperature", *Applied Physics B*, Vol. 54, pp. 486-489, 1992.
- [80] A. Apostoluk, J.-M. Nunzi, V. Boucher, A. Essahlaoui, R. Seveno, H. W. Gundel, C. Monnereau, E. Blart, F. Odobel, "Permanent light-induced polar orientation via all-optical poling and photothermal cross-linking in a polymer thin film", *Optics Communication*, Vol. 260, pp. 708-711, 2006.
- [81] M. Eich, A. Sen, H. Looser, G. C. Bjorklund, J. D. Swaien, R. Twieg, D. Y. Yoon, "Corona poling and real-time second-harmonic generation study of a novel covalently functionalized amorphous nonlinear optical polymer", *Journal of Applied Physics*, Vol. 66, No. 6, pp. 2559-2567, 1989.
- [82] G. Chen, Z. Xia, Y. Zhang, "Electrochromic mechanism study of corona poled electro-optic polymer films", *Proceedings of the 6<sup>th</sup> International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials*, Xi'an, China, 2000.

- [83] J. P. Drummond, S. J. Clarson, "Enhanced electro-optic poling in guest-host using conductive polymer-based cladding layers", *Applied Physics Letters*, Vol. 74, No. 3, pp. 368-370, 1999.
- [84] T.-D. Kim, J. Luo, A. K.-Y. Jen, "Quantitative determination of the chromophore alignment induced by electrode contact poling in self-assembled NLO materials", *Bulletin of Korean Chemical Society*, Vol. 30, No. 4, pp. 882-886, 2009.
- [85] A. Apostoluk, J.-M. Nunzi, K.-S. Lee, "Second-order nonlinear optical properties and polar order relaxation dynamics in a cyano-chromophore grafted polyurethane polymer", *Optics Communications*, Vol. 263, pp. 337-341, 2006.
- [86] R. Inaba, M. Sagawa, M. Isogai, A. Kakuta, "In situ observation of the orientational motion of chromophores during corona poling of electro-optic polyimides", *Macromolecules*, Vol. 29, pp. 2954-2955, 1996.
- [87] S. Kalluri, S. Garner, M. Ziari, W. H. Steier, Y. Shi, L. R. Dalton, "Single two-slit interference electro-optic coefficient measurement technique and efficient coplanar electrode poling of polymer thin films", *Applied Physics Letters*, Vol. 69, No. 2, pp. 275-277, 1996.
- [88] Y. Jiang, Z. Cao, Q. Shen, X. Dou, I. Chen, "Improved attenuated-total-reflection technique for measuring the electro-optics coefficient of nonlinear optical polymers", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 17, No. 5, pp. 805-808, 2000.
- [89] N. Aillerie, N. Théofanous, M. D. Fontana, "Measurement of the electro-optic coefficients: description and comparison of the experimental techniques", *Applied Physics B*, Vol. 70, pp. 317-334, 2000.
- [90] C. A. Eldering, A. Knoesen, S. T. Kowel, "Use of Fabry-Pérot devices for the characterization of polymeric electro-optic films", *Journal of Applied Physics*, Vol. 69, No. 6, pp. 3676-3686, 1990.
- [91] J. S. Schildkraut, "Determination of the electrooptic coefficient of a poled polymer film", *Applied Optics*, Vol. 29, No. 19, pp. 2841, 1990.
- [92] C. C. Teng, H. T. Man, "Simple reflection technique for measuring the electro-optic coefficient of poled polymers", *Applied Physics Letters*, Vol. 56, No. 18, pp. 1734-1736, 1990.
- [93] D. H. Park, "Characterization of linear electro-optic effect of poled organic thin films", *Thèse de doctorat*, Université de Maryland, 2008.
- [94] Q. Vuhuu, R. P. Comsa, "Influence of gap length on wire-plane corona", *IEEE Transactions on Apparatus and Systems*, Vol. PSA-88, No. 10, pp. 1462-1471, 1969.
- [95] P. Molinié, "Charge injection in corona-charged polymeric films: potential decay and current measurements", *Journal of Electrostatics*, Vol. 45, pp. 265-273, 1999.
- [96] M. A. Mortazavi, A. Knoesen, S. T. Kowel, B. G. Higgins, A. Dienes, "Second-harmonic generation and absorption studies of polymer-dye films oriented by corona on-set poling at elevated temperatures", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 6, No. 4, pp. 733-741, 1989.
- [97] A. Gardelein, "Conception d'un capteur électrooptique de rayonnement électromagnétique à base de matériaux polymères", *Thèse de doctorat*, Université de Nantes, 2006.
- [98] Y. Shuto, M. Amano, "Reflection measurement technique of electro-optic coefficients in lithium niobate crystals and poled polymer films", *Journal of Applied Physics*, Vol. 77, No. 9, pp. 4632-4638, 1995.
- [99] F. Ponchel, J. Midy, J.-F. Légiér, C. Soyer, D. Remiens, T. Lasri, G. Guegnan, "Dielectric microwave characterizations of (Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> film deposited on high resistivity silicon substrate : analysis by two-dimensional tangential finite element method", *Journal of Applied Physics*, Vol. 107, No. 5, pp. 05412-1-5, 2010.

- [100] F. Ponchel, J.-F. L gier, C. Soyer, D. Remiens, J. Midy, T. Lasri, G. Guegnan, "Rigorous extraction tenability of Si-Integrated Ba<sub>0,3</sub>Sr<sub>0,7</sub>TiO<sub>3</sub> thin film up to 60 GHz", *Applied Physics Letters*, Vol. 96, No. 25, pp. 252906-1-3, 2010.
- [101] P. A. Tipler, *Physics for Scientist and Engineers*, 5<sup>th</sup> Edition, WH Freeman and Company.
- [102] T. Pliska, Cho W.R., J. Meyer, A.-C. Le Duff, V. Ricci, A. Otomo, M. Canve, G. I. Stegeman, "Comparative study of nonlinear-optical polymers for guided-wave second-harmonic generation at telecommunication wavelength", *Journal of Optical Society of America B*, vol. 17, No. 9, pp. 1554-1564, 2000.
- [103] R. A. Hill, A. Knoesen, M. A. Mortazavi, "Corona poling of nonlinear polymers thin films for electro-optic modulators", *Applied Physics Letters*, Vol. 65, No. 14, pp. 1733-1735, 1994.
- [104] M. E. Leovich, P. P. Yaney, C. Zhang, W. H. Steier, M.-C. Oh, H. R. Fetterman, A. K.-Y. Jen, L. R. Dalton, J. G. Grote, R. L. Nelson, J. S. Zetts, F. K. Hopkins, "Optimized cladding materials for nonlinear optic polymer based devices", *Optoelectronic interconnects, integrated circuits, and packaging, San Jose CA, January 22-25, 2002, Proceedings of SPIE*, Vol. 4652, pp. 97-103, 2002.
- [105] J. G. Grote, J. S. Zetts, R. L. Nelson, F. K. Hopkins, J. B. Huddleston, P. P. Yaney, C. Zhang, W. H. Steier, M.-C. Oh, H. R. Fetterman, Alex K.-Y. Jen, L. R. Dalton, "Advancements in cladding materials for nonlinear optic polymer based optoelectronic devices", *Photonic devices and algorithms for computing III, San Diego CA, July 29-30, 2001, Proceedings of SPIE*, Vol. 4470, pp. 10-18, 2001.
- [106] K. R. Philippe Auguste, H. Mah , A. K. Ferchichi, H. W. Li, J.-P. Vilcot, "Influence of the samples structure on the corona type poling efficiency of guest-host electro-optic polymers", *18<sup>th</sup> Telecommunications Forum TELFOR 2010, Serbia, Belgrade, November 23-25, 2010, Proceedings*, pp. 775-778, 2010.
- [107] W. Shi, J. Ding, C. Fang, Q. Pan, Q. Gu, "Investigations of charges effects on poling and stability on corona-poled polymer films", *Applied Physics A*, Vol. 77, pp. 567-570, 2003.
- [108] I. Zudans, J. R. Paddock, H. Kuramitz, A. T. Maghasi, C. M. Wansapura, S. D. Conklin, N. Kaval, T. Shtoyko, D. J. Monk, S. A. Bryan, T. L. Hubler, J. N. Richardson, C. J. Seliskar, W. R. Heineman, "Electrochemical and optical evaluation of noble metal- and carbon-ITO hybrid optically transparent electrodes", *Journal of Electroanalytical Chemistry*, Vol. 565, No. 2, pp. 311-320, 2004.
- [109] P. Nagtegaele, E. Brasselet, J. Zyss, "Anisotropy and dispersion of a Pockels tensor: A benchmark for electro-optic organic thin-film assessment", *Journal of Optical Society of America B*, Vol. 20, No. 9, pp. 1932-1936, 2003.
- [110] S. Michel, J. Zyss, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, "High-performance electro-optic modulators realized with a commercial side-chain DR1-PMMA electro-optic copolymer", *Organic Photonic Materials and Devices XII*, proceedings of SPIE, Vol. 7599, pp. 759901-1-14, 2010.
- [111] M. K. Aljoumaa, "Synth se et caract risations d'une nouvelle famille de copolym res fluor s pour optique non lin aire quadratique", *Th se de doctorat*, Ecole Normale Sup rieure de Cachan, 2008.
- [112] K. R. Philippe Auguste, H. Mah , S. Pavy, M. Halbwx, D. Bosc, H. W. Gundel, J.-P. Vilcot, H.W. Li, "Simplified process flow for electro-optic polymer-based integrated optic devices using a unique solvent", article soumis   Microelectronic Engineering.
- [113] J. Krupka, D. Mouneyrac, J. G. Hartnett, M. E. Tobar, "Use of whispering-gallery modes and quasi-TE<sub>0np</sub> modes for Broadband characterization of bulk gallium arsenide



- and gallium phosphide samples”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 56, No. 5, pp. 1201-1206, 2008.
- [114] W. E. Courtney, “Complex permittivity of GaAs and CdTe at Microwave frequencies”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. MTT-25, No. 8, pp. 697-701, 1977.
- [115] K. R. Philippe Auguste, J.-F. Légier, E. Paleczny, M. Halbwx, H. Mahé, L. Fontanieu, J.-P. Vilcot, “Measurement of the microwave permittivity of polymer materials for high-speed optical modulator design”, *18<sup>th</sup> Telecommunications Forum TELFOR 2010, Serbia, Belgrade, November 23-25, 2010, Proceedings*, pp. 772-774, 2010.
- [116] A. Donval, E. Toussaere, R. Hierle, J. Zyss, “Polymer based polarization insensitive amplitude modulator: conception, technology and demonstration”, *Synthetic Metals*, Vol. 115, Issues 1-3, pp. 21-27, 2000.
- [117] L. B. Soldano, E. C. M. Pennings, “Optical multi-mode interference devices based on self-imaging: principles and applications”, *IEEE Journal of Lightwave Technology*, Vol. 13, No. 4, pp. 615-327, 1995.
- [118] T. C. Edwards, M. B. Steer, “Foundations of interconnect and microstrip design”, Third Edition, John Wiley and Sons, 2000.
- [119] Paul François Combes, “Micro-ondes – Lignes, guides et cavités”, Edition Dunod, 1996.
- [120] M. El-Gibari, D. Averty, C. Lupi, H. W. Li, S. Toutain, “Ultra-wideband GPCW-MS-GPCW driven electrode for low-cost and wide application electro-optic modulators”, *Microwave and Optical Technology Letters*, Vol. 52, No. 5, pp. 1078-1082, 2010.
- [121] B. Bianco, M. Parodi, “Determination of the propagation constant of uniform microstrip lines”, *Alta Frequenza (English edition)*, Vol. 45, pp. 107-110, 1976.

# Annexe A - Les principales autres techniques de mesure du coefficient électro-optique des polymères actifs

## Mesure par interférométrie double fente

Lorsqu'un faisceau lumineux traverse un écran percé de deux fentes, on peut recueillir sur un écran placé au-delà de ce premier, un ensemble de zones avec des gradients de luminosité différents (elles sont dues aux interférences de Young). La Figure 87 illustre le montage de base pour la mesure du coefficient électro-optique par interférométrie double fente.

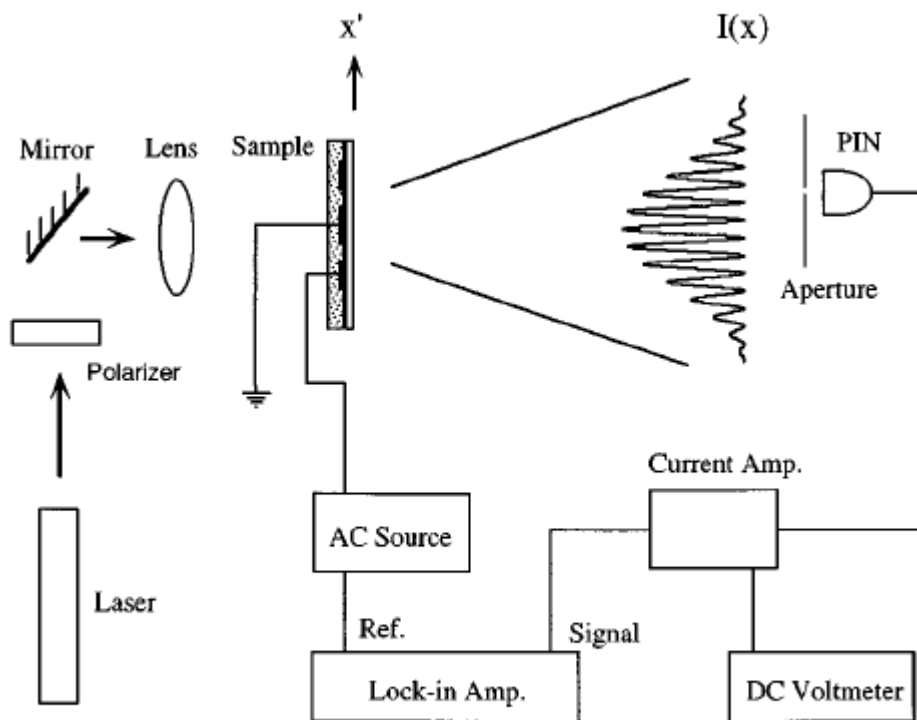


Figure 87 - Schéma de principe de la mesure du coefficient électro-optique par double fente (illustration tirée de la référence [87]).

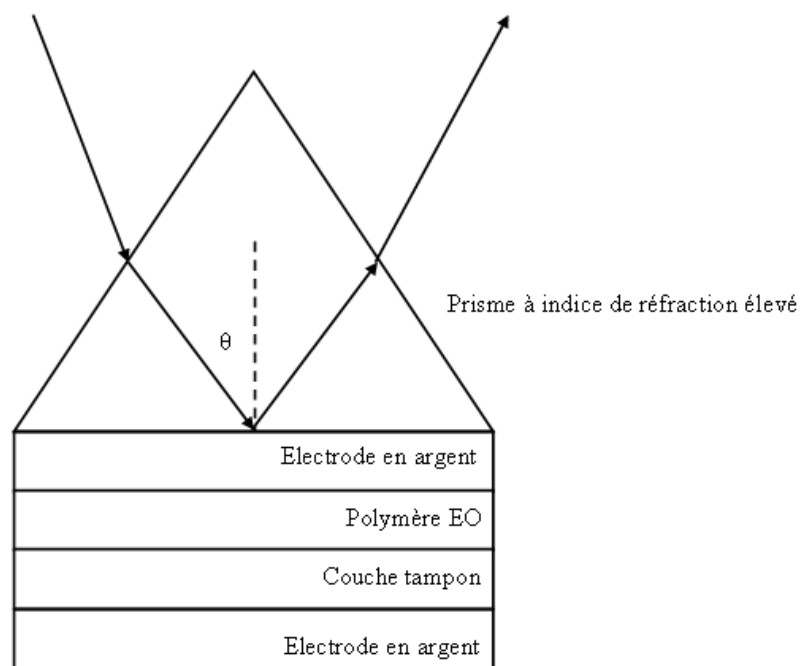
Le principe de cette technique est la mesure des interférences d'un faisceau lumineux lors d'une traversée de 2 fentes placées au-dessus du matériau à caractériser. Les fentes sont matérialisées par les interstices entre 3 plaques métalliques situées sur le polymère à caractériser. Ces 3 plaques métalliques serviront à la fois d'électrode d'orientation et de modulation. L'application d'une tension de modulation entraîne un décalage dans les franges

d'interférences. Cette variation est directement liée aux propriétés électro-optiques du matériau. Il est possible de remonter au  $r_{33}$  du matériau à l'aide la relation suivante :

$$r_{33} = \frac{I_m}{I_{DC}} \frac{\lambda}{V_0 \pi n^3} \frac{a}{d}$$

$\lambda$  est la longueur d'onde,  $a$  la largeur des fentes,  $d$  l'épaisseur du polymère,  $I_m$  l'intensité modulée,  $I_{DC}$  la demi-intensité modulée et  $n$  l'indice de réfraction du polymère. La mesure se fait avec un faisceau incident polarisé perpendiculairement aux fentes. Cette technique permet de mesure  $r_{13}$  de façon indépendante en faisant varier la polarisation du faisceau incident (faisceau polarisé parallèlement aux fentes).

### **Mesure par ATR (Attenuated Total Reflection)**



**Figure 88 - Mesure par ATR du coefficient électro-optique : schéma de principe.**

Pour cette méthode, l'étude de l'influence de la variation d'indice sur la réflectivité permet de remonter aux coefficients électro-optiques du matériau. Le matériau à caractériser est pris en sandwich entre deux électrodes d'argent. Un prisme, à indice de réfraction élevé est plaqué sur cet échantillon. Un faisceau entre dans le prisme, avec un angle d'incidence particulier (angle pour lequel les ondes évanescentes sont couplées dans un mode guidé de l'échantillon). L'application d'un champ électrique aux bornes de l'échantillon va entraîner une modification de l'indice de réfraction. Cette variation va entraîner une variation de

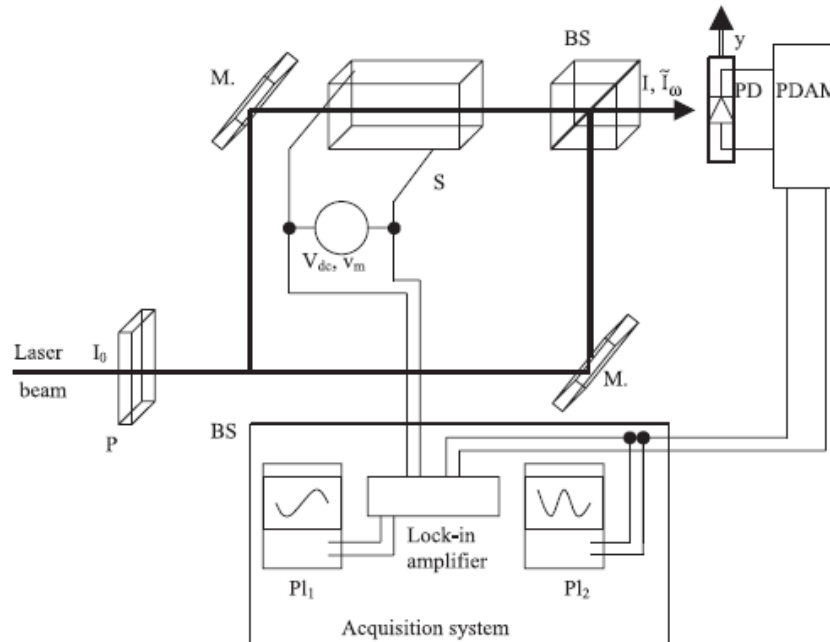
l'intensité réfléchie mesurée. La mesure de cette variation de l'intensité va permettre de remonter au coefficient électro-optique. Les deux coefficients peuvent être déterminés de manière indépendante en faisant varier la polarisation du faisceau incident. Un faisceau de polarisation TE permet de mesurer  $r_{13}$  et la polarisation TM permet de mesurer  $r_{33}$ . La relation pour déterminer  $r_{33}$  est la suivante :

$$r_{33} = -\frac{2n_1 \cos \theta}{kn_3^3 E} \Delta I$$

$n_1$  est l'indice de réfraction du prisme,  $n_3$  l'indice de réfraction du polymère orienté,  $\theta$  angle pour lequel il y a chute de l'intensité réfléchie mesurée,  $E$  est le champ électrique appliqué,  $\Delta I$  est la variation d'intensité induite et  $k$  la pente de la chute d'intensité.

### Mesure par interférométrie double faisceau

La Figure 89 montre le schéma du montage pour la mesure du coefficient électro-optique par interférométrie à double faisceau. PD est une photodiode, PDAM l'amplificateur pour photodiode, P un polariseur, M un miroir, S l'échantillon à caractériser, BS un beam splitter. La détection se fait sur des oscilloscopes (P11 et P12) et via la détection synchrone.



**Figure 89 - Montage pour mesure de coefficient électro-optique à l'aide d'un interféromètre de type Mach-Zehnder (illustration tirée de la référence [89]).**

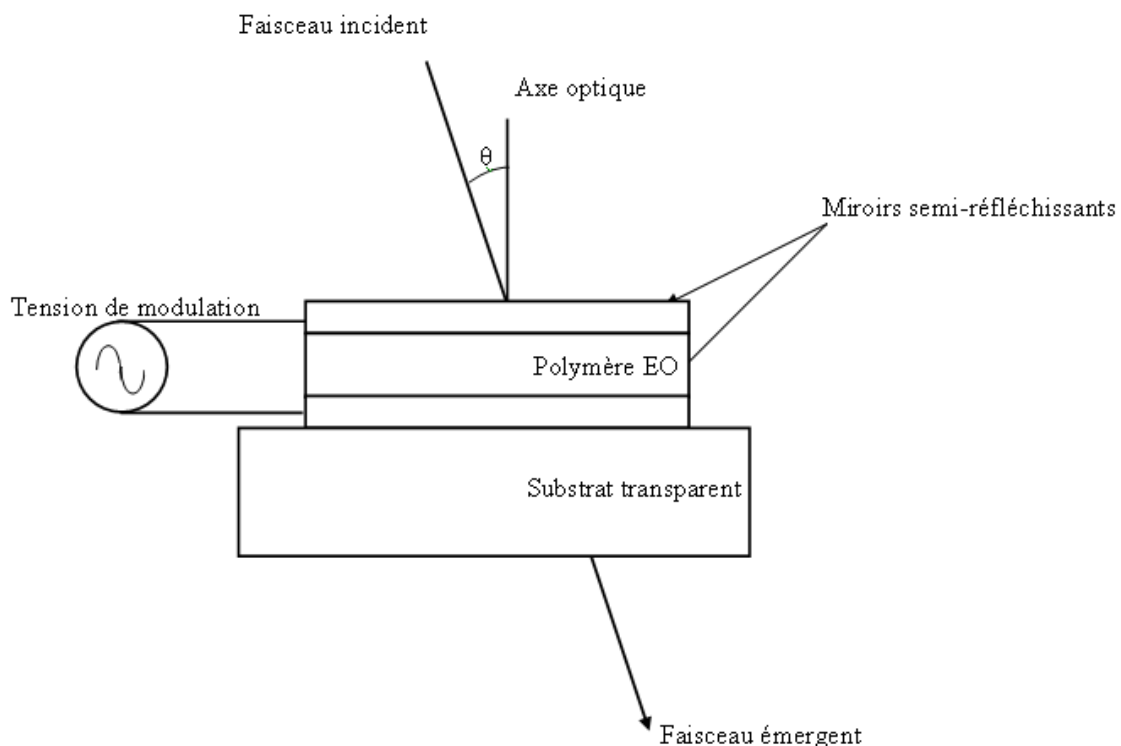
Cette méthode est basée sur la mesure de la variation d'intensité d'un faisceau lumineux. Ce faisceau lumineux est le résultat de la recombinaison de deux faisceaux. Un des

faisceaux servant de référence et l'autre faisceau traversant le matériau à caractériser. L'application d'un champ électrique aux bornes du matériau électro-optique entraîne une variation de phase. Lors de la recombinaison des deux faisceaux, cette variation de phase entraîne une modulation d'intensité. C'est le principe utilisé dans l'interférométrie de type Mach-Zehnder.

$$r_{33} = \frac{\lambda d}{U_m \pi n^3 L} \sin^{-1} \left( \frac{\tilde{I}_\omega}{T_0 I_0} \right)$$

Avec  $\lambda$  la longueur d'onde de travail,  $d$  l'épaisseur de l'échantillon,  $L$  la longueur de l'échantillon,  $T_0$  et  $I_0$  facteurs de transmission et intensité continue sont obtenues expérimentalement et  $\tilde{I}_\omega$  l'intensité modulée obtenue expérimentalement.

### Mesure par cavité Fabry-Pérot



**Figure 90 - Schéma de principe de la mesure du coefficient électro-optique à l'aide des interférences de type Fabry-Pérot.**

La mesure des coefficients électro-optiques se fait par l'étude de la modulation de la transmittance d'une cavité Fabry-Pérot dont l'espaceur est le polymère électro-optique à caractériser. La modulation de phase, due à l'application d'une tension aux bornes des miroirs

semis-réfléchissants, est transformée en une modulation de l'intensité transmise par les réflexions multiples au sein de la cavité. Cette méthode nécessite de déterminer la contribution piézoélectrique et les contraintes mécaniques de la cavité pour un échantillon de référence (c'est-à-dire avec un polymère sans chromophores). Et ensuite de prendre en compte ces contributions dans le cas du polymère dopé et orienté, pour le calcul des coefficients électro-optiques. Il est nécessaire de connaître les indices de réfraction ordinaire et extraordinaire du polymère à caractériser ainsi que son épaisseur pour remonter aux coefficients électro-optiques.



## **Annexe B - Protocole de dépôt des couches minces polymériques utilisées pour la réalisation des échantillons servant pour la caractérisation des effets non linéaires du second ordre**

Dans cette annexe, les protocoles de réalisations des différents films polymériques utilisés durant ce travail de thèse sont explicités. La structuration des échantillons est aussi explicitée dans cette section du document. Pour les dépôts de film réalisés directement sur le wafer métallisé, ce dernier est systématiquement déshydraté 5 mn sur plaque chauffante à 150°C. Les épaisseurs indiquées dans les différents protocoles sont mesurées par microscopie à balayage électronique.

### ***Protocole de réalisation de films de NOA65***

La NOA65, quand elle est déposée sans dilution, permet d'obtenir des couches d'épaisseur de l'ordre des 15  $\mu\text{m}$ . Dans l'optique de la réalisation d'un composant, il est nécessaire de réduire cette épaisseur. Pour ce faire, la solution de NOA65 est diluée dans du trichloroéthane (TCE). La solution utilisée pour obtenir des films moins épais est constituée de 60% massique de NOA65 et de 40% massique de TCE. Pour homogénéiser le mélange, il est passé sous agitation magnétique pour au minimum une heure.

Le dépôt de film est réalisé par centrifugation (spin-coating). Trois vitesses de rotations successives sont nécessaires. L'accélération entre chaque plateau est de 1 s. Une première rotation à 1000 tr/mn pendant 2 s, la suivante à 2000 tr/mn pour une durée de 2 s et la dernière à 4000 tr/mn durant 14 s sont utilisées. Pour faciliter l'évaporation du TCE et améliorer les propriétés mécaniques de la couche, un recuit de 15 mn à 50°C sur plaque chauffante est réalisé. La Tg de la NOA65 étant de 55°C, il est nécessaire de traiter le film pour augmenter sa tenue mécanique aux températures plus élevées. Une insolation aux ultraviolets (365 nm) est utilisée pour y arriver. La puissance d'insolation de 4,5 J/cm<sup>2</sup> pendant une quinzaine de minutes lui permet de résister à des températures supérieures à 200°C. En suivant ce protocole, on obtient des films d'épaisseur moyenne de 4,7  $\mu\text{m}$ .

Pour la réalisation de la gaine supérieure de NOA65, ce protocole a été légèrement modifié. Le dépôt par centrifugation est réalisé avec deux vitesses de rotation différentes réparties sur trois paliers. Une accélération de 1 s est comprise entre chacun des plateaux. La première rampe est de 2000 tr/mn durant 1 s, la seconde de 4000 tr/mn durant 1s et la dernière de 4000 tr/mn pendant 5 s. L'étape de recuit, pour évaporation du solvant n'est plus réalisée.



Cela permet de réduire les contraintes qui causent l'apparition de vagues dans le film supérieure. Il est ensuite soumis à une insolation aux UV (365 nm) pour le durcissement de la résine. La puissance d'insolation de 4,5 J/cm<sup>2</sup>, pour une durée, permettant le cumul énergétique nécessaire à la réticulation. Les épaisseurs de films obtenus sont de l'ordre de 4,3 µm.

### ***Protocole de réalisation de films de PMMA/DR1***

Dans le cas du PMMA/DR1, le solvant utilisé est du trichloroéthane. La concentration de la solution est de 140 g/l. On ajoute 4,81 g de PMMA à 40 ml de TCE. Cette solution est préparée sous agitation magnétique. Le PMMA met environ 1 h pour ce dissoudre intégralement dans le solvant. Puis le chromophore est graduellement incorporé au mélange (toujours soumis à l'agitation magnétique). La solution est filtré au travers d'une membrane de porosité 0,45 µm.

Le dépôt de film est réalisé par centrifugation (spin-coating). Trois vitesses de rotations successives sont nécessaires. L'accélération entre chaque plateau est de 1 s. Une première rotation à 400 tr/mn pendant 1 s, la suivante à 800 tr/mn pour une durée de 1 s et la dernière à 1000 tr/mn durant 28 s sont utilisées. Pour faciliter l'évaporation du solvant, un recuit de 30 mn à 80°C sur plaque chauffante est réalisé. L'épaisseur des films réalisée est comprise entre 1,9 et 2 µm. Les films obtenus sont de coloration rouge vif.

### ***Protocole de réalisation des films de PMMA-co-DR1***

Dans le cas du PMMA-co-DR1, le solvant utilisé est du trichloroéthane. Pour obtenir une solution de concentration de 120 g/l, on mélange 10 ml de solvant avec 1,2 g de copolymère. Le mélange se fait sous agitation magnétique pour une durée d'environ 12 h (une nuit). Une fois la solution obtenue, on doit la protéger de l'exposition aux UV. Afin d'éliminer de possibles agrégats pouvant nuire à l'homogénéité des films, la solution est filtrée à l'aide d'une membrane en cellulose régénérée de porosité 0,2 µm. Le dépôt est réalisé dans la foulée de la filtration de la solution.

Le dépôt de film est réalisé par centrifugation (spin-coating). Trois vitesses de rotations successives sont nécessaires. L'accélération entre chaque plateau est de 1 s. Une première rotation à 400 tr/mn pendant 1 s, la suivante à 800 tr/mn pour une durée de 1 s et la dernière à 1000 tr/mn durant 28 s sont utilisées. Pour faciliter l'évaporation du solvant, un recuit de 16 h à 120°C en étuve est réalisé. L'épaisseur des films réalisée est comprise entre 1,2 et 1,3 µm. Les films obtenus sont de coloration rouge vif.

### **Protocole de réalisation des films de PMMI/CPO-1**

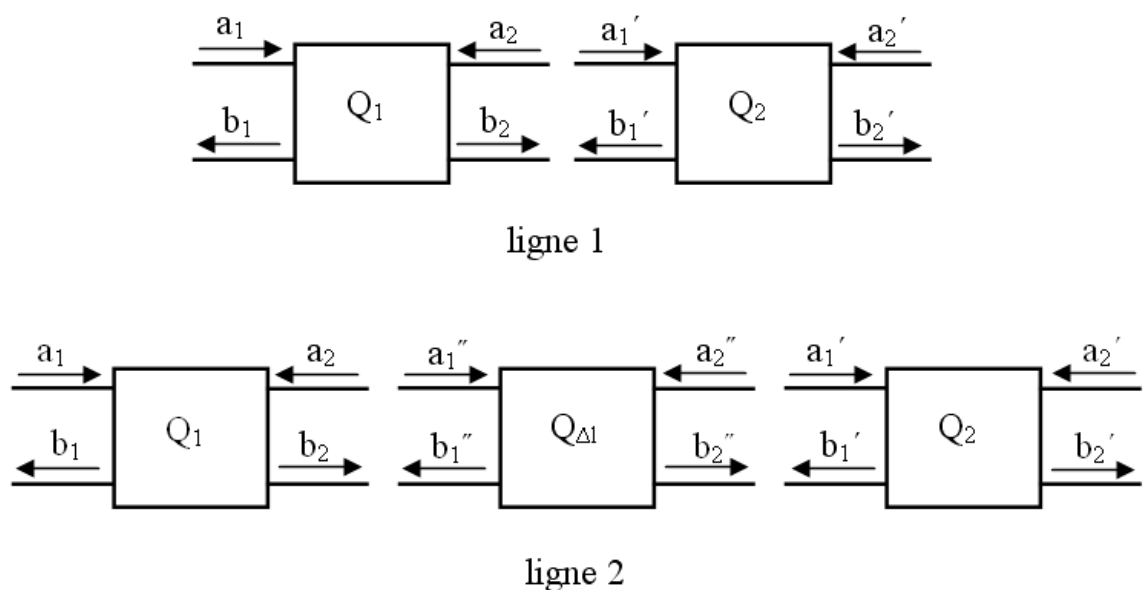
Le PMMI est dissous dans le trichloroéthane pour obtenir une concentration de 200 g/l (2 g de PMMI pour 10 ml de TCE). Le chromophore est incorporé à 20% massique dans le polymère (pour 2 g de PMMI, 0,5 g de CPO-1 est incorporé). Le polymère et le chromophore sont incorporés progressivement sous agitation magnétique. La solution ainsi obtenue est agitée sous ultrasons pendant toute une nuit (12 h). L'agitation se fait à température ambiante.

Le dépôt de film est réalisé par centrifugation (spin-coating). Trois vitesses de rotations successives sont nécessaires pour obtenir une épaisseur de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ . L'accélération entre chaque plateau est de 1 s. Une première rotation à 2000 tr/mn pendant 1 s, la suivante à 3000 tr/mn pour une durée de 1 s et la dernière à 5000 tr/mn durant 28 s sont utilisées. Pour faciliter l'évaporation du solvant et homogénéiser le mélange, un recuit de 30 mn à 160°C, en étuve, est réalisé. L'épaisseur des films réalisée est d'environ 3,7  $\mu\text{m}$ . Les films obtenus sont de coloration verte.



## Annexe C - Extraction de la constante de propagation de lignes coplanaires par la méthode de Bianco-Parodi [121]

Le principe de détermination est fondé sur une mesure comparative. Il faut alors au minimum un couple de lignes de longueurs différentes ( $l_1$  et  $l_2$ ). La plus courte sera caractérisée par deux quadripôles, un d'entrée et un de sortie. La plus longue aura les deux mêmes quadripôles d'entrée et de sortie et un troisième quadripôle représentera le tronçon  $\Delta l$  de ligne supplémentaire (voir Figure 91). La détermination précise des quadripôles d'entrée ( $Q_1$ ) et de sortie ( $Q_2$ ) est nécessaire car, en fonction des caractéristiques géométriques respectives de la ligne et de la pointe de mesure, des tronçons de lignes d'adaptation peuvent être requis et constituer ces quadripôles qui sont alors très différents d'une simple ligne micro-onde.



**Figure 91 - Quadripôles représentant le couple de lignes de la méthode Bianco-Parodi.**

Chaque quadripôle est caractérisé à l'aide de ses paramètres S. La matrice S de chaque quadripôle est donc connue par la mesure. La seule hypothèse qui est faite est de considérer le quadripôle d'entrée équivalent au quadripôle de sortie, ce qui, de par construction technologique, est implicitement réalisé.

Pour faciliter la mise en cascade théorique des différents tronçons de lignes, on passera de la matrice des paramètres S à la matrice de transmission de chaque quadripôle. La matrice de transmission totale de la ligne ne revient alors qu'à un produit des matrices de transmission des divers quadripôles qui la constituent. Par exemple, pour la ligne 1 (Figure

91), sa matrice de transmission est donnée par  $T_{l1} = T_1 \times T_2$ ,  $T_1$  et  $T_2$  étant respectivement la matrice de transmission du quadripôle 1 et du quadripôle 2.

La première étape est donc d'obtenir la matrice de transmission de chaque quadripôle en fonction de la matrice S mesurée. Les relations suivantes ont été utilisées pour la définition des paramètres de transmission d'un quadripôle :

$$\begin{bmatrix} a1 \\ b1 \end{bmatrix} = [T] \begin{bmatrix} b2 \\ a2 \end{bmatrix} \Rightarrow \begin{cases} a_1 = T_{11}b_2 + T_{12}a_2 \\ b_1 = T_{21}b_2 + T_{22}a_2 \end{cases} \quad (\text{II - 19})$$

Il faut alors déterminer les paramètres de la matrice de transmission de chaque quadripôle. On utilisera pour cela les équations de définitions des paramètres S du quadripôle.

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (\text{II - 20})$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (\text{II - 21})$$

A l'aide des équations (II - 20) et (II - 21), on peut déterminer les éléments de la matrice de transmission d'un quadripôle en fonction des éléments de la matrice des paramètres S (ces éléments proviennent de la mesure) de ce dernier :

$$T = \frac{1}{S_{21}} \begin{bmatrix} 1 & -S_{22} \\ S_{11} & -\Delta S \end{bmatrix} \quad (\text{II - 22})$$

La détermination de la matrice de transmission du tronçon de ligne supplémentaire ( $T$ ) peut alors être facilement effectuée à partir de la matrice de transmission de chaque ligne.

$$\frac{T_{l2}}{T_{l1}} = \frac{T_1 T T_2}{T_1 T_2} \Rightarrow T_{l2} T_{l1}^{-1} = T \quad (\text{II - 23})$$

Les deux matrices étant semblables, elles ont la même trace. La trace d'une matrice carrée est égale à la somme de ses éléments diagonaux. Nous allons déterminer la trace de chacune des deux matrices.

On définit les deux matrices  $T_{l2}$  et  $T_{l1}$  sous la même forme que dans l'équation (II - 22). On obtient alors :

$$T_{l1} = \frac{1}{S_{22}^{(1)}} \begin{bmatrix} 1 & -S_{21}^{(1)} \\ S_{11}^{(1)} & -\Delta S^{(1)} \end{bmatrix} \quad (\text{II - 24})$$

$$T_{l2} = \frac{1}{S_{22}^{(2)}} \begin{bmatrix} 1 & -S_{21}^{(2)} \\ S_{11}^{(2)} & -\Delta S^{(2)} \end{bmatrix} \quad (\text{II - 25})$$

Après calcul de la matrice inverse de  $T_{ll}$ , on peut obtenir alors le membre de gauche de l'équation (II - 23) :

$$T_{l2}T_{l1}^{-1} = \frac{1}{S_{21}^{(2)}S_{12}^{(1)}} \begin{bmatrix} -\Delta S^{(1)} + S_{22}^{(2)}S_{11}^{(1)} & S_{22}^{(1)} - S_{22}^{(2)} \\ -\Delta S^{(1)}S_{11}^{(2)} + \Delta S^{(2)}S_{11}^{(1)} & S_{11}^{(2)}S_{22}^{(1)} - \Delta S^{(2)} \end{bmatrix} \quad (\text{II - 26})$$

La trace de la matrice précédente est donnée par l'expression suivante :

$$\text{trace}T_{l2}T_{l1}^{-1} = \frac{S_{12}^{(1)}S_{21}^{(1)} - S_{11}^{(1)}S_{22}^{(1)} + S_{22}^{(2)}S_{11}^{(1)} + S_{11}^{(2)}S_{22}^{(1)} + S_{12}^{(2)}S_{21}^{(2)} - S_{11}^{(2)}S_{22}^{(2)}}{S_{21}^{(2)}S_{12}^{(1)}} \quad (\text{II - 27})$$

La matrice de chaîne d'un tronçon de ligne l d'impédance égale à l'impédance caractéristique  $Z_o$  est de la forme suivante  $\begin{bmatrix} ch(\gamma) & Z_o sh(\gamma) \\ sh(\gamma)/Z_o & ch(\gamma) \end{bmatrix}$ . Exprimons les paramètres

S du tronçon de ligne en fonction de ses paramètres de la matrice de chaîne.

$$S_{11} = \frac{Z_o^2 - R_o^2}{Z_o^2 + R_o^2 + 2R_oZ_o cth(\gamma)} \quad (\text{II - 28})$$

$$S_{22} = \frac{Z_o^2 - R_o^2}{Z_o^2 + R_o^2 + 2R_oZ_o cth(\gamma)} \quad (\text{II - 29})$$

$$S_{12} = \frac{2R_oZ_o / sh(\gamma)}{Z_o^2 + R_o^2 + 2R_oZ_o cth(\gamma)} \quad (\text{II - 30})$$

$$S_{21} = \frac{2R_oZ_o / sh(\gamma)}{Z_o^2 + R_o^2 + 2R_oZ_o cth(\gamma)} \quad (\text{II - 31})$$

A l'aide des équations (II - 22), (II - 28), (II - 29), (II - 30) et (II - 31), on peut écrire la trace de la matrice T.

$$\text{trace}T = \frac{sh(\gamma)^2 (4R_o^2Z_o^2 + 4R_oZ_o^3 cth(\gamma) + 4R_o^3Z_o cth(\gamma) + 4R_o^2Z_o^2 (cth(\gamma))^2) + 4R_o^2Z_o^2}{2R_oZ_o sh(\gamma) (Z_o^2 + R_o^2 + 2R_oZ_o cth(\gamma))} \quad (\text{II - 32})$$

En simplifiant au dénominateur et au numérateur par  $2R_oZ_o$ , puis n utilisant la relation suivante  $ch(2\gamma) = (sh(\gamma))^2 + (ch(\gamma))^2$ , on peut récrire l'équation (II - 32) de la manière suivante :

$$\text{trace}T = 2ch(\gamma) \quad (\text{II - 33})$$

Les lignes étant uniformes, les quadripôles d'entrée et de sortie sont identiques. On peut alors égaliser les équations (II - 27) et (II - 33). On obtient alors :

$$2ch(\gamma l) = \frac{(S_{12}^{(1)})^2 + (S_{12}^{(2)})^2 + S_{11}^{(1)} S_{22}^{(2)} + S_{11}^{(2)} S_{22}^{(1)} - S_{11}^{(1)} S_{22}^{(1)} - S_{11}^{(2)} S_{22}^{(2)}}{S_{21}^{(2)} S_{12}^{(1)}} \quad (\text{II - 34})$$

Cette équation (II - 34) permet alors d'obtenir la constante de propagation en fonction des paramètres S mesurés du couple de lignes. La constante de propagation est de la forme suivante :  $\gamma = \alpha + i\beta$  avec  $\alpha$  l'atténuation de la ligne et  $\beta$  la permittivité effective.

## Annexe D - Photos des bancs utilisés pour l'orientation et pour la mesure du coefficient électro-optique

Dans cette annexe, nous présentons des photos des différents bancs utilisés pour le processus d'orientation des matériaux polymères électro-optiques ainsi que pour la mesure du coefficient électro-optique de ces derniers. En premier plan de la Figure 92, il est possible de voir le polariseur Glan, un filtre optique, un polariseur et une lentille servant à contrôler le taux de puissance transmise du laser ainsi que pour focaliser le faisceau au niveau de l'échantillon. Il est possible d'observer, la partie détection avec son polariseur, le filtre optique centré autour de 532 nm et un photomultiplicateur branché à un oscilloscope numérique pour l'acquisition du signal de second harmonique. En arrière-plan, les ordinateurs utilisés pour le contrôle de la montée en température ainsi que l'acquisition des niveaux de signal sont visibles.

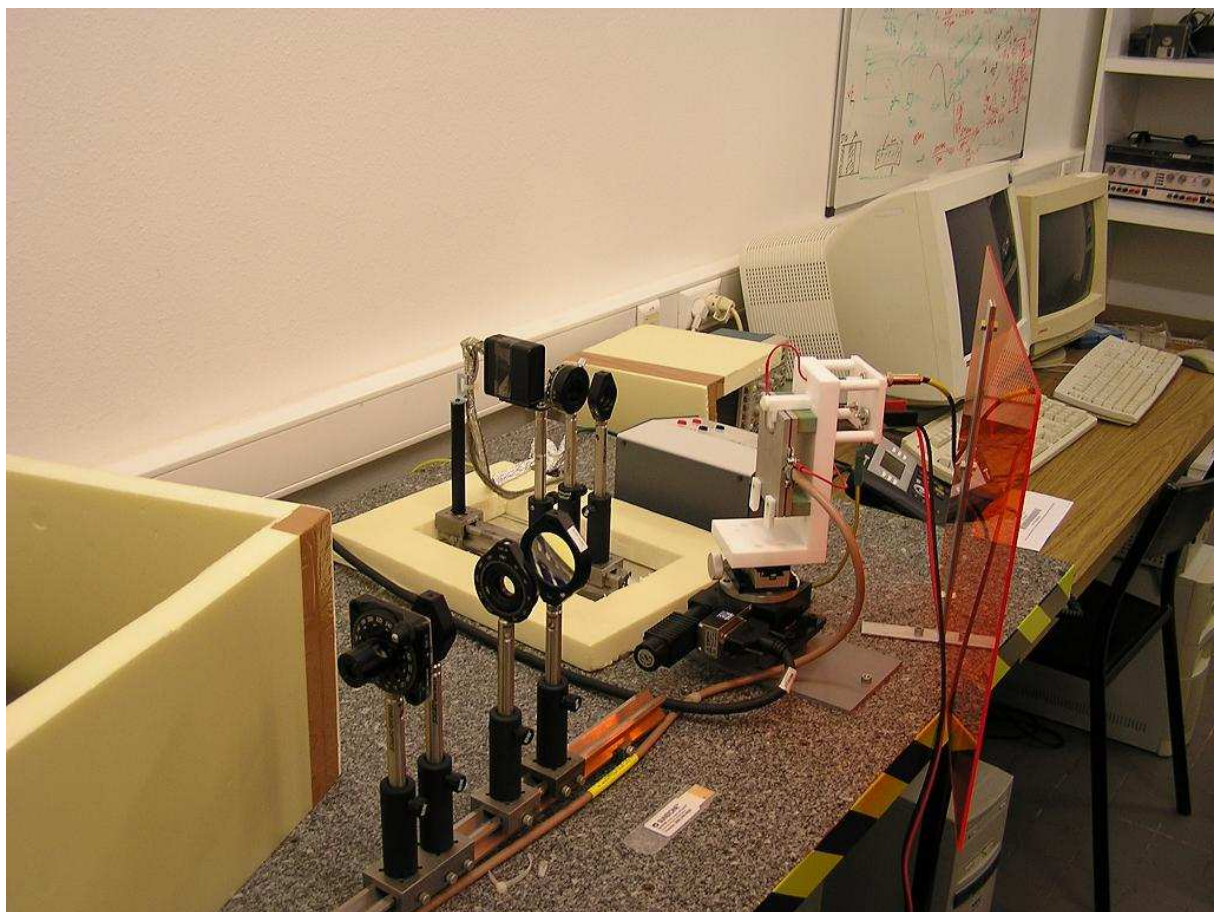
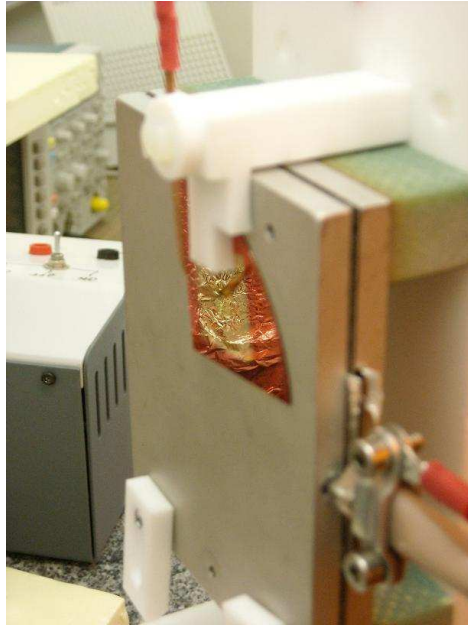


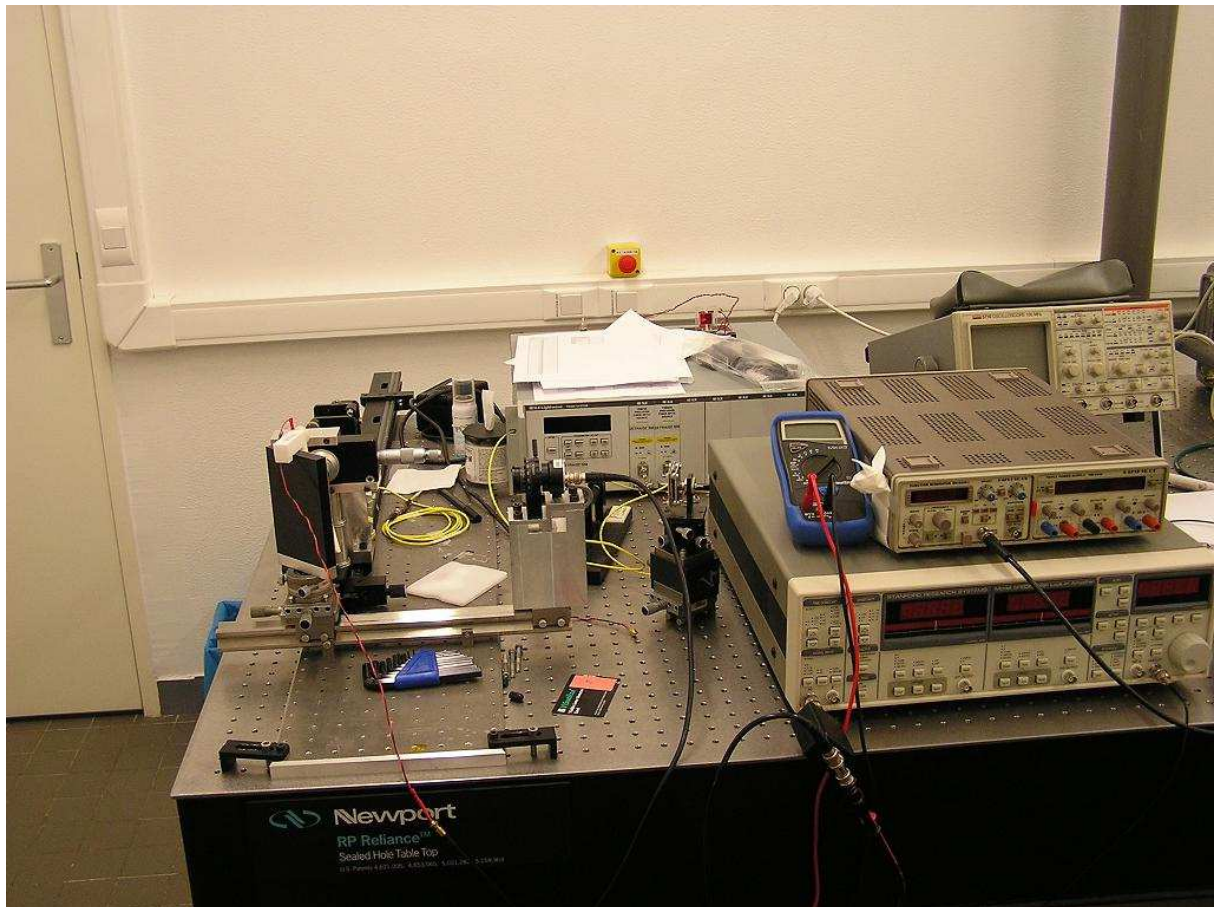
Figure 92 - Photo du montage pour la réalisation de l'orientation des films de polymères électro-optiques dans sa configuration par électrodes de contact.





**Figure 93 - Porte-échantillon avec quart de wafer positionné pour "poling".**

La Figure 93 est agrandissement sur la platine chauffante. Un échantillon de PMMA-co-DR1 est en place avant l'opération d'orientation. On peut y voir les palets de maintien en téflon ainsi que la languette d'alimentation en tension.



**Figure 94 - Banc de mesure par simple réflexion pour la détermination du coefficient électro-optique des films de matériaux actifs orientés.**

Sur la Figure 94, en arrière plan, la source laser pouvant générer des faisceaux lasers aux longueurs d'ondes suivantes : 1320 et 1550 nm. En premier plan à droite, le lock-in amplifieur avec source de tension sinusoïdale intégrée. L'amplitude maximale pouvant être délivrée est de 5 V. La fréquence de ce signal peut s'élever jusqu'à 120 kHz. Le multimètre sert à la lecture de l'intensité continue délivrée par la source laser, cette lecture se fait au niveau de la photodiode.

## Remerciements

Je tiens à remercier M. Hongwu LI ainsi que M. Jean-Pierre VILCOT pour m'avoir accueilli au sein de leurs équipes respectives (DISCO de l'IETR de Nantes et Optoélectronique de l'IEMN) durant les quatre ans qu'a duré ce travail de thèse. Je tiens aussi à les remercier pour les discussions qui ont permis de faire avancer ce travail et aussi pour les conseils rédactionnels et vis-à-vis de la présentation de soutenance.

Je tiens aussi à remercier tous les membres des deux laboratoires pour leur accueil et la facilité avec laquelle ils m'ont permis de m'intégrer dans les deux équipes. Je remercie donc Sabrina, Patrick D., Cyril, Mohammed, Karim, Hartmut, Dominique A., Dominique L., Jean-François, Mathieu, Anisha. Je tiens aussi à remercier les autres membres des deux laboratoires avec les quels j'ai partagé un café ou des discussions scientifiques ou pas : Emilio, Marc, Benoît, Didier, Patrick, Chantal, Sylvie, Annie, Yann, Raynald, Caroline, Raphaël, Francesca. Je tiens aussi à remercier tous les doctorants de ces deux équipes que j'ai rencontrés durant ces quatre ans : Mohammed, Virginie, Mostapha, Elsy, Olivier, Toan, Thung, Viet, Dinh, Pierre-Antoine, Christophe, Arnaud, Stéphane, Nhung, Chang, Damien, Florian, Edy, Thomas, Michèle, Naïma, Djamila, Floriane, Francis. Je remercie aussi toutes les autres personnes rencontrées dans les différentes équipes de ces deux laboratoires : Gilberto, Michel, Emna, Saïd, Philippe.

Je tiens aussi à remercier Hongyuan, Anthony, Philippe, David, François, Aurélia, Olivia et Jonathan pour les soirées sympathiques durant ces 4 ans. Je tiens aussi à remercier les membres des soirées Jeux de Société où la bonne humeur était toujours au rendez-vous : Tigrane, Jean-Daniel, Laurent, Delphine, Cédric, Daniella, Laura, France, Cécile, Ân, Camille, Nicolas, Pascale, Amaury, Marie-Paule, Lucie, Marine. Je tiens aussi à remercier d'autres personnes qui ont permis que ces 4 années se passent agréablement : Lan, Jacqueline, Laurent, Charbel, Yifan, Yinan, Aiping, Francesca, Hugo, Karina, Cyrille, Manitou, Chinh, Vinh, Juliette, Linh, Xue, Mengchan, Siyu, Ming, Abel, Adrien, Laura, Aurélie, Cheng, Cherine, Clément, Csaba, David, Di, Thierry, Elif, Elodie, Francesca, Melike, François, Lili, Ngoc, Haliuna, Tuong, Hugo G., Jérémie, Jingyuan, Julie, Julien, Léa, Lian, Guillaume, Marie, Maxime, Pauline G., Pauline, Julian, Meriam, Natasha, Maya, Renée, Sagyne, Théodule, Anne-Laurence, Samira, Shinye, Boram, Stephan, Sullivan, Weiting, Ying, Zac, Zhi, Zhongli, Massimo, Sirle, Kentaro, Antoine, Sidiki, Abel, Cyriaque, Chao, Chao Wei, Arnaud, Mehdi, Yoko, Ayasa, Ngo, Doyub, Audrey, Melina. Merci à tous. Et un grand merci à Guichard pour les longues discussions et la lecture très intéressante de ses livres.

Je tiens aussi à remercier mes parents pour leur soutien indéfectible durant ces 4 ans et ainsi que tout le reste de la famille. Je leur dédie ce travail de thèse. Je dédie aussi ce travail à ma tante et marraine Clothide ainsi qu'à mon oncle Boris.

## Résumé

---

Les polymères électro-optiques (EO) présentent un très grand potentiel pour la réalisation de modulateurs optiques de large bande passante et à faible signal de commande, grâce notamment à une meilleure adaptation de vitesse de phase entre ondes hyperfréquence et optique d'une part et à un coefficient EO élevé d'autre part. Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans le cadre du projet ANR "ModPol" visant à réaliser des modulateurs optiques à large bande passante à base de polymères EO stables dans le temps.

L'étude a porté sur deux volets du projet, la caractérisation des propriétés hyperfréquences des polymères pouvant être utilisés comme matériaux de gaine et de cœur de guides optiques d'une part et l'orientation des chromophores dans les matériaux polymères actifs d'autre part. Ces études ont été respectivement menées à l'IEMN et à l'IETR. Quelques structures optiques et hyperfréquences ont aussi été simulées à l'aide des logiciels HFSS et OptiBPM afin d'apporter des éléments de conception concrets de modulateurs EO de type Mach-Zehnder.

En ce qui concerne le premier volet, à partir de la mesure des paramètres S de lignes coplanaires réalisées sur des substrats recouverts de polymères, un logiciel d'extraction spécifiquement développé permet de déterminer la permittivité et la tangente de pertes de ces derniers, ce jusqu'à 60 GHz.

Les échantillons test sont alors préparés dans des conditions de fabrication très proches de celles de modulateurs, et l'orientation des chromophores est effectuée soit par effet Corona soit par électrodes de contact. Pour s'affranchir des multiples contraintes sur le choix des matériaux de gaine, un procédé de réalisation de guides plans avec un solvant unique a été mis au point. Un coefficient EO jusqu'à 28 pm/V a pu être mesuré sur un guide plan optique tri-couche.

**Mots clés :** Polymère électro-optique, caractérisation hyperfréquence, orientation des chromophores, échantillon tricouche, coefficient électro-optique, modulateur électro-optique, électrode de commande.

## Summary

---

Great interest is devoted to electro-optic (EO) polymers since they allow the fabrication of optical modulators exhibiting high modulation bandwidth and low drive signal. These characteristics are mainly related to a better velocity match between microwave and optical signals as well as a high EO coefficient. The work hereby reported is part of the national funded project "ModPol" aiming to fabricate high modulation bandwidth integrated optics modulators based on long-lasting EO polymers.

The work mainly covered two subjects, on one hand the characterization of the microwave properties of polymers, both cladding and core dedicated ones, and on the other hand the chromophore orientation in the active polymers. These studies have been made in IEMN and IETR, respectively. Some modelling of optical and microwave guiding structures have also been completed using HFSS and OptiBPM softwares in order to give an insight into the design of Mach-Zehnder optical modulators.

Concerning the first topic, specifically developed software is used in order to determine the microwave characteristics (permittivity and loss tangent) from the S-parameter measurement of microwave coplanar lines fabricated on polymers under investigation. These characteristics have been so obtained for about ten of different polymers up to 60 GHz.

Test samples are then fabricated in almost real modulator fabrication conditions and polymer poling is made using either Corona or contact electrode method. A simplified fabrication process has been developed in order a unique solvent to be used for all the different films composing the optical waveguide. An EO coefficient of 28 pm/V has been measured in an optical plan waveguide configuration.

**Keywords:** Electro-optic polymer, microwave characterization, chromophore poling, triple layer sample, electro-optic coefficient, electro-optic modulator, driving electrode.