



HAL
open science

Développement de capteurs en optique guidée

Paul Azuelos

► **To cite this version:**

Paul Azuelos. Développement de capteurs en optique guidée. Optique / photonique. Université de Rennes 1, France, 2018. Français. NNT: . tel-02021161

HAL Id: tel-02021161

<https://hal.science/tel-02021161v1>

Submitted on 15 Feb 2019

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.

THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE DE RENNES 1

COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 596

Matière Molécules et Matériaux

Spécialité : Photonique

Par

Paul AZUELOS

Développement de capteurs en optique guidée

Soutenance de thèse prévue le 17 Octobre 2018 à Lannion

Unité de recherche : Unité Mixte de Recherche n°6082 Institut FOTON (Groupe Optique Guidée et capteurs)

Rapporteurs avant soutenance :

Anne Talneau

Directeur de Recherche / *Rapporteur*

UMR CNRS 9001-Laboratoire C2N, Université Paris Saclay

Laurent Bechou

Professeur d'Université / *Rapporteur*

UMR CNRS 5218-Laboratoire IMS, Université de Bordeaux

Composition du Jury :

Maria-Pilar Bernal

Directeur de Recherche / *Examineur*

UMR CNRS 6174-Institut FEMTO-ST, Université de Franche-Comté

Olivier Gauthier-Lafaye

Directeur de Recherche / *Examineur*

UPR 8001-LAAS-CNRS, Université de Toulouse

Mohammed Guendouz

Maître de conférence HDR / *Directeur de thèse*

UMR 6082-Institut Foton, Université de Rennes 1

Monique Thual

Professeur d'Université / *Co-directeur de thèse*

UMR 6082-Institut Foton, Université de Rennes 1

Nathalie Lorrain

Maître de conférence / *Co-directeur de thèse*

UMR 6082-Institut Foton, Université de Rennes 1

REMERCIEMENTS

Je suis heureux de clore ce projet de thèse en remerciant ici l'ensemble des personnes avec lesquelles j'ai pu travailler ou simplement échanger au cours de ces trois années de thèse à l'Institut Foton.

Je remercie les organismes qui ont financé cette thèse : la région Bretagne et Lannion Trégor Communauté. Je remercie L'ENSSAT et l'IUT de Lannion ainsi que l'école doctorale 3M et l'Université Bretagne Loire.

Je remercie Monsieur Pascal Besnard pour m'avoir accueilli au sein de l'Institut Foton UMR 6082 et pour m'avoir orienté vers mon sujet de thèse.

Je tiens à remercier les chercheurs qui ont accepté de relire et de corriger mon travail de thèse. Madame Anne Talneau et Monsieur Laurent Bechou pour avoir rapporté ma thèse. Madame Maria-Pilar Bernal examinatrice et présidente de mon jury de thèse ainsi que Monsieur Olivier Gauthier-Lafaye examinateur. Nos échanges et l'intérêt que vous avez porté à mon travail m'encouragent pour la suite.

Je remercie mes co-directrices de thèse Madame Nathalie Lorrain et Madame Monique Thual ainsi que mon directeur de thèse Monsieur Mohammed Guendouz. J'ai pris un grand plaisir à partager ce temps de vie avec vous. Je vous remercie pour la confiance et la liberté que vous m'avez accordées, pour vos conseils et le temps passé pour mener ce travail à terme. J'ai été très heureux de m'investir dans vos travaux de recherche et je continuerai à suivre vos réalisations futures.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres du groupe Optique Guidée et Capteurs. Je remercie particulièrement Monsieur Joël Charrier pour ses conseils scientifiques et ses recommandations sur l'avancement du projet de thèse. Monsieur Loïc Bodiou pour son aide et son expertise en optique intégrée et procédés en salle blanche. Madame Isabelle Hardy pour son investissement, son expertise et sa patience dans la réalisation des masques de photolithographie. Monsieur Jonathan Lemaître pour m'avoir formé à la fabrication des circuits optiques intégrés et son grand travail en salle blanche. Je remercie Madame Parastesh Pirasteh pour sa bonne humeur communicative et nos échanges intéressants sur les procédés de fabrication ainsi que Monsieur Luiz Poffo pour ses conseils de fabrication

sur les matériaux polymères.

J'adresse un clin d'oeil à l'ensemble de mes collègues de l'équipe Systèmes Photoniques de l'Institut Foton. Je pense particulièrement à Monsieur Yannick Dumeige, Monsieur Michel Joindot, Monsieur Jean-Claude Simon, Monsieur Frédéric Ginovart, Monsieur Yann Boucher, Madame Christelle Pareige, Monsieur Jean-Marc Goujon, Monsieur Ronan Le Page, Madame Dominique Mammez, Madame Irina Balakireva, Monsieur Frédéric Audo, Monsieur Patrice Féron, Monsieur Lazhar Haji, Monsieur Laurent Bramerie et Madame Mathilde Gay.

J'ai été heureux d'avoir eu l'opportunité d'enseigner à l'ENSSAT et l'IUT de Lannion. Je remercie Monsieur Thierry Chartier pour la confiance qu'il m'a accordée. Je remercie Madame Margaux Barbier, Monsieur Stéphane Trebaol et Monsieur Christophe Peucheret pour l'enseignement que nous avons partagé.

Je souhaite remercier Monsieur Vincent Barreau, Monsieur Christian Sauquet, Madame Carole Perrot, Madame Angélique Le Pennec, Madame Marie-Claire Rennelle, Madame Isabelle Poulard, Madame Chloé Deschamps et Monsieur Sylvain Fève pour avoir facilité le déroulement de ma thèse. Je remercie Monsieur Sébastien Lobo et Monsieur Robert Madec pour leur aide en informatique et mécanique.

Je tiens à remercier particulièrement Madame Pauline Girault dont j'ai pris la suite des travaux et avec qui j'ai eu l'occasion de travailler plus d'un an. Ta bonne humeur et la transmission de tes savoirs ont permis de lancer ma thèse de la meilleure des manières. Je te souhaite tout le meilleur pour la suite.

Je remercie les jeunes docteurs avec qui j'ai débuté ma thèse : Aldo Gutierrez, Maxime Baillot, Enguerran Delcourt, Jean-Baptiste Ceppe et Omar Sahni, je pense aussi à Rodolphe Collin qui arrive au bout de son travail de thèse. Je vous remercie pour les bons moments partagés. Je souhaite bon courage à Xavier Insou, Chaimae El Fakir, Maxime Duris, Walid El Ayed, Antoine Congar, Joseph Slim, Fabien Cassio et Nessim Jebali.

Je remercie ma famille qui me soutient et respecte mes choix.

Chaque foulée est un combat contre l'inertie, peu importe votre force ou votre volonté, à la fin, vous êtes toujours vaincu.

La beauté de la course se trouve dans le mouvement et le chemin. Le mouvement est généré par l'apprentissage du geste répété chaque jour. Il évolue au gré des essais et des aléas pour faire du corps un outil de création. Le chemin engendré du mouvement est sinueux et imprévisible. Il se trace à chacun des pas accordé par la volonté et l'énergie. Il est le reflet du coureur au regard des autres.

Je suis un coureur, je suis vaincu alors j'avance sur mon chemin. Ainsi je crée et j'offre.

*Je dédie ce travail à Nicole, Jean, Camille et Juliette.
Mon passé, mon présent et mon avenir.*

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
Bibliographie	4
1 Contexte et état de l'art	5
1.1 Mesurandes et mesures dans le secteur de la santé	6
1.1.1 Définitions générales liées au processus de mesure	6
1.1.1.1 Définition du mesurande pour les biocapteurs : les biomar-	
queurs	7
1.1.1.2 Définition des biorécepteurs	7
1.1.1.3 Définition de la fonctionnalisation	8
1.1.2 Grandeurs associées aux biocapteurs	8
1.1.2.1 Courbe de calibration	9
1.1.2.2 Répétition des mesures	11
1.1.2.3 Stabilité des mesures	12
1.2 Utilisation des biocapteurs dans le secteur de la santé	12
1.2.1 Les secteurs de marché des biocapteurs	12
1.2.2 Techniques de mesures dans le secteur de la santé	13
1.2.2.1 Imagerie médicale	13
1.2.2.2 Biologie médicale	14
1.2.2.2.1 Examens automatisés	14
1.2.2.2.2 Examens anatomo-pathologiques	14
1.2.2.3 Mesures in situ	15
1.2.3 Utilisation des biocapteurs en médecine	15
1.3 Les biomarqueurs à détecter	16
1.3.1 Différents types de biomarqueur	16
1.3.2 Identification d'un biomarqueur d'intérêt	16
1.3.3 Extraction des biomarqueurs à détecter	18
1.3.4 Caractéristiques physico-chimiques des protéines	19
1.3.5 Principales techniques d'identification des biomarqueurs	20
1.4 Les transducteurs optiques fonctionnalisables pour la santé	23
1.4.1 Interactions des biomarqueurs dans les transducteurs	23
1.4.1.1 Les biorécepteurs	23
1.4.1.2 Interactions biorécepteurs-biomarqueurs	25

1.4.1.3	Détection surfacique avec marquage	27
1.4.1.4	Détection surfacique sans marquage	27
1.4.1.5	Détection homogène sans fonctionnalisation	27
1.4.2	Performances des transducteurs optiques	28
1.5	Etat de l'art des transducteurs optiques	29
1.5.1	Comparaison des transducteurs optiques	29
1.5.2	Les techniques historiques de mesure avec marquage	31
1.5.3	Transducteurs optiques non intégrés pour la bio-détection	32
1.5.3.1	Résonance plasmonique de surface (SPR)	32
1.5.3.2	Interférométrie de couche biologique	34
1.5.4	Techniques de mesures optiques intégrées	35
1.5.4.1	Principaux types de guide d'onde utilisés pour la biodé- tection	36
1.5.4.2	Matériaux utilisés pour la fabrication des guides intégrés pour les biocapteurs	37
1.5.4.3	Transducteurs interférométriques	38
1.5.4.3.1	Interféromètres de Young	38
1.5.4.3.2	Interféromètres de Mach-Zehnder	40
1.5.4.4	Les transducteurs résonants	43
1.5.4.4.1	Le cas particulier des transducteurs à base de cristaux photoniques	44
1.5.4.4.2	Structures résonantes à modes de galerie	46
1.5.4.4.3	Les microdisques	47
1.5.4.4.4	Les microsphères	48
1.5.4.4.5	Les micro-résonateurs intégrés à modes guidés	50
1.5.4.4.6	Capteurs intégrés à plusieurs interféromètres	53
1.5.5	Résumé de l'état de l'art des performances des transducteurs op- tique pour la biodétection	56
1.6	Conclusion et objectifs de la thèse	58
1.6.1	Conclusion	58
1.6.2	Objectifs de la thèse	59
	Bibliographie	60

2 Capteurs optiques à microrésonateur simple 69

2.1	Généralités sur la lumière	70
2.1.1	Propagation de la lumière dans un matériau diélectrique	70
2.1.1.1	Les équations de Maxwell	70
2.1.1.2	L'équation d'onde	71
2.1.1.3	Solutions de l'équation d'onde	71
2.1.2	Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces	72
2.1.3	La réflexion totale interne	74
2.2	Notion de propagation en optique guidée	75
2.2.1	Confinement 1D : propagation guidée dans un guide plan	75
2.2.2	Propagation guidée à confinement 2D	78
2.2.3	Principales techniques de calcul des modes	80
2.2.3.1	Modèles analytiques	80
2.2.3.2	Modèles numériques	81

2.2.4	Couplage entre guides	82
2.2.4.1	Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés par l'approche perturbative	82
2.2.4.2	Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés différents ou modes différents	84
2.2.4.3	Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés identiques	86
2.2.5	Pertes dans les guides intégrés	88
2.2.5.1	Pertes par absorption des matériaux	89
2.2.5.2	Pertes par diffusion aux interfaces	90
2.2.5.3	Pertes par diffusion de volume	90
2.2.5.4	Pertes par transition	90
2.2.5.5	Pertes par courbures	91
2.2.5.6	Pertes non-linéaires	91
2.3	Théorie sur les micro-résonateurs	91
2.3.1	Principe d'un micro-résonateur	91
2.3.2	Fonction de transfert d'un micro-résonateur	91
2.3.3	Détail de la fonction de transfert	94
2.3.4	Outils pour l'étude expérimentale de la fonction de transfert d'un MR	99
2.3.4.1	Nécessité du contrôle de polarisation	99
2.3.4.2	Effets thermo-optiques	100
2.3.4.3	Modification du matériau à proximité du guide	101
2.4	Les MRs pour la bio-détection	102
2.4.1	Techniques de détection avec un MR	102
2.4.2	Limite de détection du transducteur	104
2.4.2.1	Optimisation de la sensibilité du transducteur	105
2.4.2.2	Diminution du bruit du capteur	107
2.4.2.3	Compromis entre sensibilité et pertes de propagation	107
2.5	Caractérisations optiques du MR	108
2.5.1	Mesures par source accordable	108
2.5.2	Couplage bout à bout entre fibre optique et guide intégré	109
2.5.3	Étalonnage du banc	113
2.5.3.1	Bruit d'intensité à basses fréquences du banc de caractérisation sur la plage d'accordabilité	113
2.5.3.2	Incertitude en longueur d'onde et finesse spectrale de la source	116
2.5.3.3	Maintien en polarisation du banc de mesure	117
2.5.3.4	Réduction du bruit et traitement du signal pour la détection	118
2.5.3.4.1	Mesure expérimentale du bruit du montage	118
2.5.3.4.2	Gestion des dérives thermiques du montage	120
2.5.3.4.3	Estimation de l'incertitude totale par la méthode de Monte-Carlo	121
2.5.3.4.4	Limite de détection théorique d'un MR seul avec la source accordable	124
2.5.4	Pistes d'améliorations du banc optique et perspectives sur les MRs simples pour la biodétection	125

2.5.4.1	Système micro-fluidique	125
2.5.4.2	Ajout de MR de référence et systèmes de MRs	125
2.5.4.3	Optimisation du système source-détecteur et du banc de mesure	126
2.5.4.4	Bio-détection en optique intégrée dans d'autres gammes de longueur d'onde	126
2.6	Conclusion	127
	Bibliographie	127

3 Capteurs à effet Vernier en polymères 131

3.1	Théorie sur l'effet Vernier	132
3.1.1	Origine de l'effet Vernier	132
3.1.2	Principe de l'effet Vernier avec des MRs	133
3.1.3	Effet Vernier pour l'application capteur	133
3.1.4	Transducteur à effet Vernier en polymères pour la détection homogène du glucose	136
3.2	Fabrication de guides en polymères	136
3.2.1	Polymères courants en optique intégrée	136
3.2.2	Techniques de fabrication en salle blanche	137
3.2.2.1	Spin coating	137
3.2.2.2	Dépôt par pulvérisation cathodique	138
3.2.2.3	Photolithographie	139
3.2.2.4	La gravure sèche par RIE	140
3.2.3	Réalisation technologique des guides SU8/PMATRIFE	141
3.2.3.1	Etapes de fabrication	142
3.3	Caractéristiques des guides en polymères	144
3.3.1	Pertes de propagation des guides SU8/PMATRIFE	144
3.3.1.1	Techniques de mesure de pertes	145
3.3.1.2	Mesure des pertes de propagation des guides SU8/PMATRIFE par la méthode du cut-back	149
3.3.1.3	Pertes de courbure des guides SU8/PMATRIFE	153
3.3.2	Indice effectif des guides SU8/PMATRIFE	154
3.3.2.1	Indice effectif des guides SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde	154
3.3.2.2	Evolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec une solution : Sensibilité homogène	157
3.3.2.3	Variation de l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE avec la température : Sensibilité thermique	159
3.3.3	Incertitudes sur l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE	160
3.3.3.1	Effet des parties courbées sur l'indice effectif	160
3.3.3.2	Effet de la taille des guides sur l'indice effectif	161
3.3.3.3	Effet du process de fabrication sur l'indice des matériaux	162
3.3.3.4	Effet des résidus de couches de protection sur l'indice effectif	162
3.3.3.5	Calcul de l'incertitude totale sur l'indice effectif	163
3.4	Conception et fabrication d'un transducteur à effet Vernier en polymères	163
3.4.1	Modèle numérique de la structure "MZ-pass"	164
3.4.2	Paramètres d'optimisation du design de l'interféromètre	164

3.4.3	Effet de la longueur sur le contraste et la puissance en sortie du transducteur	168
3.4.4	Contrôle de la période et optimisation de la sensibilité	169
3.4.4.1	Évolution de la période de l'enveloppe	169
3.4.5	Design final du masque	171
3.4.6	Caractérisation des capteurs à effet Vernier	172
3.4.6.1	Validation du process	172
3.4.6.2	Résultats expérimentaux	173
3.4.6.3	Dépendance en température du transducteur à effet Vernier	175
3.4.6.4	Limite de détection du transducteur à effet Vernier	176
3.4.6.5	Estimation et optimisation de la limite de détection par le traitement du signal et la méthode de Monte Carlo	176
3.5	Perspectives pour les transducteurs à effet Vernier en polymères	179
3.6	Conclusion	181
	Bibliographie	181
4	Vers les capteurs hybrides à effet Vernier	185
4.1	Le silicium poreux	186
4.1.1	Introduction sur le silicium poreux	186
4.1.2	Fabrication du silicium poreux par attaque électrochimique	187
4.1.3	Oxydation thermique du silicium poreux	189
4.1.4	Indice de réfraction du silicium poreux	189
4.1.4.1	Le modèle de Bruggeman pour l'approximation des milieux effectifs désordonnés	189
4.1.4.2	Paramétrisation de l'indice de réfraction du silicium poreux	190
4.1.4.3	Biréfringence du silicium poreux	195
4.2	Amélioration des performances des MRs en silicium poreux	195
4.2.1	Sélection de couples d'indices coeur/couche de confinement pour la détection	196
4.2.1.1	Zones monomodes des couples d'indices coeur/confinement sélectionnés	198
4.2.2	Sensibilité théorique des MRs en SiP	199
4.2.2.1	Sensibilité en détection homogène	199
4.2.2.2	Sensibilité en détection surfacique	201
4.2.2.2.1	Fonctionnalisation du SiP avec de l'APTES et greffage des molécules de BSA	202
4.2.2.2.2	Calcul de la sensibilité surfacique du MR en silicium poreux avec la BSA	205
4.2.3	Détermination des pertes de propagation optiques des guides ridges en SiP	206
4.2.3.1	Modèle théorique des pertes optiques	206
4.2.3.2	Pertes par rugosité de surface	207
4.2.3.3	Pertes par diffusion de volume	208
4.2.3.4	Pertes par absorption des matériaux	209
4.2.3.4.1	Absorption dans le silicium poreux	209
4.2.3.5	Pertes par courbure	212
4.2.3.6	Pertes totales	212

4.2.3.7	Synthèse de l'estimation des pertes de propagation optique dans le SiP	214
4.2.4	Estimation de la limite de détection d'un MR simple en SiP	215
4.2.4.1	LD en détection homogène	215
4.2.4.2	LD en détection surfacique	216
4.2.4.3	Conclusion sur l'évaluation des performances des MRs à base de guides en SiP	216
4.3	Guides ridges hybrides polymères-silicium poreux	217
4.3.1	Design des guides hybrides polymères/SiP	217
4.3.1.1	Couplage évanescent entre les guides en polymères et en SiP	218
4.3.1.1.1	Désaccord de phase entre les guides	218
4.3.1.1.2	Reproductibilité du gap : Résolution d'alignement des photolithographies successives	220
4.3.1.2	Couplage bout à bout entre les guides polymères et SiP	221
4.3.2	Transducteur à effet Vernier hybride pour la détection surfacique	223
4.4	Fabrication des guides hybrides	225
4.4.1	Étapes de fabrication	226
4.4.2	Vers l'obtention de la condition de guidage dans les guides en polymères	231
4.5	Perspectives sur les transducteurs hybrides polymères-SiP	232
4.5.1	Autres méthodes de fabrication des guides hybrides polymères / SiP	232
4.6	Conclusion sur les transducteurs hybrides polymères-SiP	232
	Bibliographie	233

Conclusion générale et perspectives **237**

Annexes **241**

Bibliographie	314
-------------------------	-----

TABLE DES FIGURES

1.1	Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur.	7
1.2	Schéma du principe de fonctionnement d'un biocapteur, avec un biomarqueur d'intérêt dans une matrice biologique comme mesurande.	8
1.3	a) Illustration de la courbe de calibration d'un capteur. b) Estimation des erreurs de mesures	9
1.4	Nombre de publications liées à la détection de protéines à l'aide d'anticorps ou d'aptamères depuis une vingtaine d'années.	25
1.5	Illustration de la cinétique de greffage typique entre biomarqueurs de concentration $[M]$ et biorécepteurs de concentration $[R]$ formant le complexe biomarqueur - biorécepteur $[MR]$	26
1.6	Phénomène de transport de masse à la surface du transducteur : a) Apparition d'une zone de déplétion en biomarqueur ; b) Présence d'une zone de rétention lors du rinçage [42].	27
1.7	a) Détection surfacique avec marquage, b) Détection surfacique sans marquage, c) Détection homogène.	28
1.8	Schéma du principe de fonctionnement d'un transducteur SPR [51].	32
1.9	Évaluation des critères de performance de la SPR.	34
1.10	Schéma du principe de fonctionnement de l'interférométrie de couches biologiques [63]	35
1.11	a) Guide ridge à coeur massif fonctionnalisé ; b) Guide à coeur slot fonctionnalisé ; c) Guide à coeur suspendu fonctionnalisé ; d) Guide à coeur poreux fonctionnalisé.	37
1.12	Schéma du principe de fonctionnement d'un IY.	39
1.13	Évaluation des critères de performance des IYs	40
1.14	a) Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur Mach-Zehnder ;b) Réponse d'un capteur Mach-Zehnder.	41
1.15	Évaluation des critères de performance des MZs.	42
1.16	Décalage en longueur d'onde de la résonance d'un résonateur en présence d'analytes.	43
1.17	a) Résonateur à cristal photonique. b) Greffage des biomarqueurs dans les motifs d'air du cristal dans le résonateur.	44
1.18	Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de CPs.	46
1.19	b) Illustration d'un Microdisque ; a) Illustration d'une Microsphère	47

1.20	Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MDs.	48
1.21	Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MSs.	50
1.22	Illustration d'un micro-résonateur.	50
1.23	Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MRs.	53
1.24	a) MRs cascades ; b) MRs dans un Mach-Zehnder en configuration "pass" ; c) MRs dans un MZ en configuration "drop" ; d) MR cascade avec un MZ.	54
1.25	Évaluation des critères de performance des transducteurs à effet Vernier (EV).	55
1.26	Résumé des critères de performance pour l'ensemble des transducteurs op- tiques étudiés.	56
1.27	Résumé de la limite de détection des transducteurs optiques.	57
2.1	a) Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces pour une onde TE b) Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces pour une onde TM.	74
2.2	a) $\theta_i < \theta_c$ b) Angle critique $\theta_i = \theta_c$ c) $\theta_i > \theta_c$ réflexion totale interne	74
2.3	Polarisations TE et TM dans un guide plan	75
2.4	a) Résolution graphique de l'équation aux valeurs propres (eq.2.25) pour le mode TE pour $n_{sup} = 1.31$, $n_c = 1.57$, $n_{sub} = 1.41$ et $h = 5 \mu m$ pour la polarisation TE b) Tracé de l'amplitude des modes TE pour les valeurs propres correspondantes	78
2.5	a) Guide rectangulaire enterré b) Guide affleurant avec un champ quasi-TE orienté suivant x c) Guide ridge avec un champ quasi-TM orienté suivant y d) Guide ruban	79
2.6	Méthode des indices effectifs : étape 1 résolution de 3 guides plans horizon- taux, étape 2 résolution d'un guide plan vertical	81
2.7	Indice effectif de la zone monomode pour un guide ridge en fonction des dimensions du guide pour un indice de coeur $n_c = 1, 7$, un substrat d'indice $n_{sub} = 1, 57$ et un superstrat d'eau ($n_{sup} = 1, 31$) @1.55 μm , a) Pour le mode TE_{00} , b) Pour le mode TM_{00}	82
2.8	Echange d'énergie entre deux guides par couplage évanescent	83
2.9	Evolution de la puissance dans deux guides droits couplés par couplage évanescent en fonction de la distance de propagation z pour $\Delta = 0.0405$ μm^{-1} et $\kappa = \frac{2\pi}{100} \mu m^{-1}$	86
2.10	Illustration du couplage entre deux guides	87
2.11	Illustration des différentes contributions des pertes	89
2.12	a) Pertes de l'eau entre 700 nm et 2500 nm b) Zoom sur les pertes de l'eau entre 1500 nm et 1650 nm	90
2.13	a) Micro-résonateur de forme racetrack avec un seul guide d'accès (confi- guration "pass") b) Micro-résonateur avec un guide d'accès et un guide de sortie (configuration "add-drop")	92
2.14	a) Transmission en configuration pass b) Transmission en configuration add-drop (MR circulaire de rayon 100 μm , guide ridge polymères SU8/PMATRIFE voir Chapitre 3	93
2.15	Fonction de transfert d'un MR en configuration pass en fonction de la phase ϕ 94	
2.16	Evolution du contraste calculé analytiquement en fonction des pertes par tour et du coefficient de transmission $ t $ a) pour un MR en configuration pass b) pour un MR en configuration add-drop	96

2.17	Évolution de la Finesse calculée analytiquement en fonction des pertes par tour a et du coefficient de transmission $ t $: a) pour un MR en configuration pass b) pour un MR en configuration add-drop	98
2.18	Effet de la présence des modes TE et TM (MR circulaire de rayon $100 \mu m$, guide ridge polymères SU8/PMATRIFE voir Chap.3)	100
2.19	a) Détection homogène b) Détection surfacique	101
2.20	Évolution de la fonction de transfert avec la présence d'un analyte	102
2.21	a) Détection homogène b) Détection surfacique	106
2.22	Banc optique utilisé pour la caractérisation des capteurs optiques intégrés	109
2.23	Couplage entre une microlentille et un guide	110
2.24	a) Tailles de modes différentes b) Défocalisation suivant l'axe z c) Désalignement suivant l'axe x ou y d) Défaut angulaire autour des axes x ou y	112
2.25	a) Effet de la défocalisation suivant l'axe x sur $\eta_{guide-mode}$ pour $\omega_f = 2.5 \mu m$.b) Effet d'un décalage suivant l'axe z sur $\eta_{guide-mode}$ pour $\omega_f = 2.5 \mu m$.c) Effet d'un défaut angulaire entre les deux modes.	113
2.26	a) Mesure de puissance en fonction de la longueur d'onde pour différents écartements de microlentille. b) Extraction du rapport signal sur bruit par intégration de la DSP présentée en Figure 2.27.	114
2.27	Densité spectrale de bruit du montage expérimental pour différentes puissances reçues. a) En fonction de la fréquence. b) En fonction de la plage spectrale de balayage. c) En fonction du facteur de qualité ($\bar{\lambda} = 1550 \text{ nm}$) .	116
2.28	Gestion de la polarisation du montage : a) Avec fibre micro-lentillée SMF et boucle de Lefèvre .b) Avec fibre micro-lentillée à maintien de polarisation et rotation de la fibre.	118
2.29	Détection de la résonance d'un MR et dérive thermique	119
2.30	a) Variation de la longueur d'onde de résonance. b) Optimisation de la détection de la longueur d'onde de résonance par ajustement local.	120
2.31	a) Fonction de transmission bruitée pour différents coefficients de couplage. b) Evolution de σ_{essai} pour $a = 0,5$ et $ t = 0,6$ en fonction des différents essais et effet du traitement du signal.	123
2.32	a) Écart type moyen en fonction du contraste de la résonance. b) Écart type moyen en fonction de la finesse de la résonance.	123
2.33	Effet de l'évolution du rapport signal sur bruit (SNR) et de l'écart type de l'incertitude relative sur la longueur d'onde (σ_λ : a) En fonction du contraste .b) En fonction de la finesse.	124
2.34	a) Intégration du système micro-fluidique sur le banc. b) Mesure de la longueur d'onde de résonance d'un MR avec un superstrat pour des solutions de glucose de différentes concentrations.	125
2.35	Multiplication du nombre de MRs sensibles et de MRs de référence dans un système DWDM	126
3.1	Principe de l'effet Vernier	133
3.2	Schéma d'un capteur optique intégré à effet Vernier avec des MRs cascades.	134

3.3	Principe de l'effet Vernier avec des MRs cascades.a) Génération de l'enveloppe de transmission Vernier par le produit des fonctions de transmission d'un MR de référence et d'un MR sensible b) Effet du décalage de la fonction de transmission du MR sensible sur la transmission Vernier	135
3.4	Transducteur à effet Vernier en polymères dans la configuration " <i>MZ-pass</i> ".	136
3.5	Obtention d'une couche mince par spin coating : a) Dépôt de la solution (polymère dilué dans un solvant), b) Etalement de la solution, c) Evaporation du solvant.	138
3.6	Principe de la technique de dépôt PECVD.	139
3.7	Technique de la photolithographie avec une résine positive.	139
3.8	a) Croix d'alignement utilisée pour l'alignement des motifs b) Observation du développement d'un gap de MR de $0,5 \mu m$ au MEB (Microscope Électronique à Balayage).	140
3.9	Gravure RIE : a) Gravure sélective coeur/résine photosensible .b) Gravure faiblement sélective coeur/résine photosensible. c) Sélectivité assurée par une couche barrière déposée en surface.	141
3.10	Etapes de fabrication d'un transducteur en polymères.	141
3.11	a) Craquelures dans la résine SU8. b) Craquelures dans le polymère PMATRIFE. c) Rugosités du superstrat PMATRIFE. d) Bulle dans la résine SU8 liée à une sur-insolation. e) Projections après PECVD.	143
3.12	a) Champ proche de la fibre microlentillée d'entrée. Champ proche d'un guide intégré en polymères SU8/PMATRIFE avec superstrat PMATRIFE de hauteur $1,5 \mu m$: b) Largeur de $1,5 \mu m$ c) Largeur de $2,0 \mu m$ d) Largeur de $2,5 \mu m$	145
3.13	Principe de détection de la méthode par <i>cut-back</i> a) Schéma du principe de la mesure, b) Évolution de la différence de puissance en entrée et sortie du banc de caractérisation en fonction de la longueur du guide intégré . . .	146
3.14	Principe de détection de la méthode par <i>cut-back</i> avec guides en S	146
3.15	Principe de détection par diffusion de surface : a) Schéma du montage expérimental. b) Observation en vue de dessus de la lumière diffusée du guide d'onde et mesure de la décroissance de l'intensité transmise dans le guide	147
3.16	a) Principe de la réflectométrie optique faiblement cohérente (OLCR). b) Mesure de rétrodiffusion dans un guide S en polymères et estimation des pertes qui correspondent à la pente de la régression linéaire.	148
3.17	a) Illustration du masque de guides en S utilisé pour la mesure de pertes. b) Mesure de pertes à l'eau avec des guides en S et une cuvette en PMATRIFE. c) Mesure des pertes avec superstrat de PMATRIFE.	150
3.18	Mesure de pertes par <i>cut-back</i> d'un guide de largeur $1,5 \mu m$ SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE : a) Mesure de la différence de puissance entre la sortie du laser et le détecteur en fonction de la longueur d'onde pour différentes longueurs de guides. b) Calcul des pertes de propagation et des pertes d'injection pour la longueur d'onde $\lambda = 1553 \text{ nm}$ par régression linéaire d'ordre 1.	150
3.19	a) Pertes dans les guides SU8/PMATRIFE pour un superstrat d'eau ou un superstrat de PMATRIFE pour deux différentes largeurs de guide. b) Pertes totales d'injection dans les guides.	152

3.20	Ajustement polynomial d'ordre 6 des pertes de propagation optiques expérimentales pour les guides ridge carrés de côté $1,5 \mu m$ avec superstrat d'air ou d'eau	153
3.21	Evolution des pertes de propagation optiques calculée avec le logiciel FIMM-WAVE (méthode FMM (<i>Film Mode Matching</i>) vectorielle) en fonction de la courbure des guides en polymères SU8/PMATRIFE pour le mode TE pour un superstrat d'eau ou de PMATRIFE.	154
3.22	a) Indice effectif calculé des guides SU8/PMATRIFE ridge carré de côté $1,5 \mu m$ avec une superstrat d'eau ou de PMATRIFE. b) Indice de groupe déduit de l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE	155
3.23	a) Fonction de transfert expérimentale ($\lambda = 1500 - 1620 \text{ nm}$) pour le MR sensible (superstrat d'eau) de longueur $2000 \mu m$ et le MR de référence (superstrat de PMATRIFE) de longueur $2009 \mu m$, b) plage de longueur d'onde ($\lambda = 1570 - 1580 \text{ nm}$), c) plage de longueur d'onde ($\lambda = 1573.8 - 1574.8 \text{ nm}$).	156
3.24	a) Indices de groupe mesurés et calculés en fonction de la longueur d'onde pour les MRs de référence et sensible. b) Comparaison des ajustements. . .	157
3.25	Évolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec un superstrat aqueux suivant la variation d'indice du superstrat.	158
3.26	a) Sensibilité théorique du guide $S_{w,h}$ b) Sensibilité théorique du MR S_{hom} en nm/UIR.	159
3.27	Évolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau suivant la température.	160
3.28	a) Profil du mode TE fondamental dans un guide droit. b) Profil du mode TE fondamental dans un guide courbé de rayon $20 \mu m$	161
3.29	a) Évolution de l'indice effectif pour un guide carré de côté $1,5 \mu m$, pour le mode TE, en fonction du rayon de courbure du guide. b) Différence d'indice effectif avec un guide droit carré de côté $1,5 \mu m$ ($R = \infty$).	161
3.30	a) Évolution de l'indice effectif pour le mode TE en fonction de la taille du guide. b) Différence d'indice effectif avec un guide carré de $1,5 \mu m$ pour le mode TE.	162
3.31	a) Indice effectif pour un guide en polymères SU8/PMATRIFE sans superstrat carré de côté $1,5 \mu m$. b) Évolution de l'indice effectif en présence d'une couche de SiNx de 25 nm d'épaisseur.	163
3.32	Algorithme d'optimisation du transducteur à effet Vernier : a) Étape 1 : évaluation de la longueur maximale $L_{MR,max}$ des MRs. b) Étape 2 : choix de la différence de longueur ΔL entre les MRs. c) Étape 3 : tracé de la dépendance en longueur d'onde de la puissance en sortie du transducteur. d) Étape 4 : calcul des longueurs de couplage. e) Étape 5 : intégration des paramètres géométriques dans le masque.	166
3.33	a) Contraste de 2 enveloppes de transducteur à effet Vernier de longueur de MR de référence $L_{ref} = 1500 \mu m$ et $L_{ref} = 5500 \mu m$. b) Pertes par tour a correspondantes pour les deux longueurs de MR de références ($L_{ref} = 1500 \mu m$ et $L_{ref} = 5500 \mu m$) et taux de transmission $ t $ sélectionnés pour le tracé des fonctions de transfert.	167

3.34	Transmission d'un transducteur à effet Vernier de longueur de MR de référence $L_{ref} = 5500 \mu m$ pour une puissance incidente dans le transducteur de 1 mW (0 dBm) et de 10^{-2} mW (-20 dBm).	167
3.35	a) Évolution du contraste de l'enveloppe Vernier en fonction du taux de transmission et de la longueur des bras $L_{MR} = L_{ref} = L_{sens}$. b) Position du minimum de l'enveloppe.	169
3.36	Effet de la longueur L_{ref} et de la différence de longueur $L_{sens} - L_{ref}$ des MRs : a) Sur la période de l'enveloppe Vernier $ISL_{Vernier}$. b) Sur la sensibilité (eq.3.7 et 3.8).	171
3.37	Design optimisé du transducteur en configuration "MZ-pass".	172
3.38	a) Vue de dessus d'un transducteur à effet Vernier en configuration "MZ-Pass" au microscope optique. b) Vue de la zone de couplage dans le réservoir du MR sensible au microscope optique. c) Vue transversale au MEB d'un guide SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE.	172
3.39	a) Spectre de transmission théorique du transducteur à effet Vernier. b) Spectre de transmission expérimental du transducteur à effet Vernier. c) Pertes par tour et coefficients de transmission utilisés pour calculer le spectre de transmission théorique.	173
3.40	Fonction de transfert expérimentale du transducteur à effet Vernier pour différentes concentrations d'eau glucosée. Les fonctions de transfert sont décalées en ordonnée de 25 dB pour faciliter la lecture.	174
3.41	a) Extraction des enveloppes supérieure et inférieure. b) Ajustement lorentzien de la différence des enveloppes.	174
3.42	Position du maxima de l'enveloppe du transducteur à effet Vernier en fonction de la concentration de la solution de glucose, la sensibilité du transducteur correspond à la pente de cette courbe.	175
3.43	Evolution de la position du maximum de l'enveloppe Vernier avec la variation de température ΔT	176
3.44	Effet du traitement du signal sur la réponse du transducteur à effet Vernier en fonction de la concentration en glucose avec 2 méthodes de traitement (Détection d'extrema et filtre passe bas).	177
3.45	Effet de l'évolution du SNR et du bruit de fréquence sur l'incertitude de la position de l'enveloppe.	178
3.46	Augmentation de la sensibilité du transducteur à effet Vernier.	180
3.47	Contrôle thermique à l'aide du MR de référence.	180
4.1	Les différentes étapes de réaction chimique de fabrication du SiP : a) Remplacement des ions hydrogènes par les ions fluorures .b) Émission du gaz dihydrogène .c) Arrachement d'un atome de Si et émission de fluorosilicate	188
4.2	Schéma de la cellule de l'attaque électrochimique pour la fabrication du SiP a) cellule électrochimique, b) couche poreuse se formant, c) formation de plusieurs couches de porosités différentes pour la fabrication de guides d'onde en SiP	188
4.3	Paliers de température d'oxydation pour l'oxydation partielle du SiP.	189
4.4	Vitesse d'anodisation du SiP en fonction de la densité de courant.	191
4.5	Indice de réfraction du SiP pour différentes températures en fonction de la densité de courant : a) Mesuré à l'air. b) Extrapolé à l'eau.	192

4.6	Effet des conditions de fabrication du SiP sur les fractions volumiques finales de silicium, de silice et d'air.	194
4.7	Indice de réfraction du SiP @1550 nm en fonction des fractions volumiques de silicium, d'air et de silice.	195
4.8	Schéma d'un guide ridge en SiP et distribution du champ EM dans le guide.	196
4.9	Indice de réfraction du SiP oxydé à 500 °C avec superstrat d'eau ou d'air en fonction de la porosité et des densités de courant correspondantes (les zones grisées correspondent à des densités de courant hors de l'étude) . . .	197
4.10	Zone monomode TE_{00} pour les guides SiP dans l'eau a) pour la configuration 1 ,b) pour la configuration 2.	198
4.11	Zone monomode TE_{00} pour les guides SiP dans l'air a) pour la configuration 1 ,b) pour la configuration 2.	199
4.12	Sensibilité en détection homogène TE_{00} @1550 nm : a) Pour la configuration 1, b) Pour la configuration 2.	200
4.13	Taux de champ évanescent des guides SiP ridges dans l'eau a) Pour la configuration, 1 b) Pour la configuration 2.	200
4.14	Taux de champ dans la couche de confinement des guides ridges SiP dans l'eau a) Configuration 1, b) Configuration 2.	201
4.15	Fonctionnalisation du SiP : a) Silicium poreux oxydé en surface, b) Greffage de l'APTES, c) Greffage du glutaraldéhyde (GL), d) Greffage des molécules de BSA.	202
4.16	Illustration de la fonctionnalisation de la BSA dans les pores d'un guide ridge SiP : a) SiP partiellement oxydé avant greffage b) SiP partiellement oxydé après greffage.	203
4.17	Variation de l'indice effectif du mode TE_{00} pour un guide ridge carré de côté $1,5 \mu m$ pour la configuration 2 en fonction de la masse de BSA M_{BSA} greffée par unité de surface, (régression linéaire d'incertitude $\sigma = 3, 1.10^{-5}$ UIR/($pg.mm^{-2}$)).	205
4.18	Sensibilité en détection surfacique TE_{00} en fonction de la géométrie pour deux couples de porosités coeur/confinement : a) configuration 1, b) configuration 2.	206
4.19	a) Pertes par rugosité de surface en fonction de la rugosité @1550nm et pour le mode TE_{00} , pour la configuration 2 : dépendance des pertes par rugosité de surface à la valeur de la rugosité pour différentes tailles de guides, b) Répartition du champ EM dans un guide en fonction de la largeur du guide.	208
4.20	Pertes par diffusion de volume en fonction du diamètre des pores @1550nm TE_{00}	209
4.21	a) Coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des photons dans le SiP fabriqué avec un substrat de silicium p+ massif [18]. b) Pertes extraites de [18] dans le SiP à 1550 nm (0.8 eV) en fonction de la porosité (f_{air}). . .	212
4.22	Pertes dans les guides carrés (Hauteur = Largeur) ridges en SiP a) Pour des guides dans l'eau (détection homogène) b) Pour des guides à l'air (détection surfacique).	213
4.23	Pertes dans les guides carrés ridges SiP dans l'eau : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.	214
4.24	Pertes dans les guides carrés ridges SiP dans l'air : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.	214

4.25	Limite de détection calculée d'un MR en SiP en détection homogène : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.	216
4.26	Limite de détection calculée d'un MR en SiP en détection surfacique : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.	216
4.27	Illustration du couplage évanescent entre les guides en polymères et les guides en SiP : a) Vue de dessus ; b) Vue en coupe.	218
4.28	Evolution de l'efficacité couplée entre les guides en fonction de la différence d'indice effectif pour deux gaps différents (guide initial ridge SU8/PMATRIFE dans l'eau largeur de 2 μm).	219
4.29	Illustration de la position du guide en polymères par rapport au MR en SiP en fonction de la qualité de l'alignement lors de la deuxième étape de photolithographie.	221
4.30	Illustration de couplage par tapers linéaires bout à bout : a) Alignement idéal. b) Effet d'un désalignement suivant les axes x et z.	222
4.31	Simulation de l'efficacité du couplage entre les <i>tapers</i> pour un <i>taper</i> de 10 μm de large : a) En fonction de la longueur du <i>taper</i> ; b) En fonction du désalignement suivant l'axe x.	223
4.32	Transducteurs à effet Vernier hybride : a) MRs cascades. b) MR cascade avec un MZ.	224
4.33	a) Évolution du contraste en fonction du coefficient de couplage et de la longueur des interféromètres pour la configuration MRs cascades ; b) Comparaison des contrastes maximaux pour les configurations MRs cascades et MR+MZ.	225
4.34	Etapes de fabrication des guides hybrides SiP/SU8.	225
4.35	a) Suivi de gravure des guides en SiP ; b) Inhomogénéités visibles (gravure partielle de la barrière).	228
4.36	Optimisation de l'épaisseur de la SU8 par dilution SU8 2050/2000 pour différents rapports : a) 10/90 ; b) 25/75 ; c) 35/65.	229
4.37	Alignement des Tapers SU8/SiP à l'issue de l'étape 7	229
4.38	Gravure oxygène des guides en SU8 : a) Après la gravure SF6 ; b) Après 10 minutes de gravure oxygène ; c) 15 minutes ; d) 20 minutes. Observation du guide en SiP pendant la gravure : e) Après la gravure SF6 ; f) 5 minutes de gravure oxygène ; g) 15 minutes ; h) 20 minutes.	230
4.39	Etape 5 de fabrication : a) Couche intermédiaire de SiP imperméable (condition de guidage) ; b) Pénétration de la SU8 dans la couche de confinement optique (couche intermédiaire de SiP non imperméable ; pas de condition de guidage).	231
4.40	Substrats initiaux utilisés pour la fabrication des guides hybrides intégrés a) Substrat de silicium b) Substrat de SOI. Configuration des guides après fabrication c) Guides hybrides réalisés dans ce travail avec couche de confinement en SiP d) Guides hybrides avec couche de confinement en silice.	232
4.41	Zones prises en compte dans le calcul du couplage à l'aide de la méthode de Marcatili [1].	242
4.42	Couplage entre guides par l'interférence de modes symétriques et antisymétriques se propageant à des vitesses de propagation différentes.	242

4.43	Variation du taux de couplage entre guides rectangulaires par la méthode de Marcatili $n_{coeur} = 1.57914$, $n_{substrat} = 1.4113$ et $n_{superstrat} = 1.3101$, rayon fixé à $100 \mu m$ et gap fixé à $0.5 \mu m$ a) Suivant la largeur du gap pour un guide carré de $1.5 \mu m$ b) Suivant la largeur du guide pour une hauteur de guide de $1,5 \mu m$ c) Suivant la longueur de couplage pour un guide rectangulaire de largeur $1,3 \mu m$ et de hauteur $1,5 \mu m$ d) Suivant la longueur d'onde pour un guide carré de $1,5 \mu m$	243
4.44	Transmission d'un MR simulée avec SNR=20dB et $\sigma_\lambda=0.1$ pm, extraction des extrema par lissage a) sur la plage 1500-1620 nm b) zoom sur la plage 1540-1550 nm, c) zoom sur la plage 1544-1547.5nm.	246
4.45	Indice de groupe extrait de la transmission simulée bruitée d'un MR (présentée en Figure 4.44)	247
4.46	a) Transmission simulée bruitée et ajustement b) zoom sur la plage 1540-1550 nm c) Résidus.	248
4.47	a) Pertes par tour et coefficient de couplage simulées et extraites du MR b) Facteur de qualité simulé et extrait.	248
4.48	a) Evolution de la position de la longueur d'onde de résonance d'un MR SU8/PMATRIFE pour différentes solutions de glucose b) Évolution de la sensibilité d'un MR SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde.	256
4.49	Sensibilités expérimentale et théorique d'un MR SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde	257
4.50	Vue schématisée du système microfluidique mis en place	259
4.51	a) Données brutes : puissance détectée en fonction de la longueur d'onde et du temps b) Extraction de la longueur d'onde de résonance pour chaque pas de temps c) Tracé de l'évolution de la longueur d'onde de résonance en fonction du temps et de la concentration des solutions de glucose.	260

LISTE DES TABLEAUX

1.1	État de l'art des performances de la SPR	33
1.2	État de l'art des performances de la BLI	35
1.3	État de l'art des performances des IY	40
1.4	État de l'art des performances des MZs	42
1.5	État de l'art des performances des transducteurs à base de CPs	45
1.6	État de l'art des performances des transducteurs à base de MDs	48
1.7	État de l'art des performances des transducteurs à base de MS	49
1.8	État de l'art des performances des transducteurs à base de MR	52
1.9	État de l'art des performances des transducteurs à EV	55
3.1	Polymères pour l'optique intégrée autour de 1550 nm	137
3.2	Avantages et limites des différentes méthodes de mesures de pertes	149
3.3	Pertes dans les guides en polymères développés sur la bande 1500 - 1625 nm	152
3.4	Coefficients thermo-optiques des matériaux utilisés	159
3.5	Résumé des performances des transducteurs en polymères	178
3.6	Comparaison des performances du transducteur à l'état de l'art	179
4.1	Coefficients de la régression polynomiale d'ordre 2 pour la détermination de n_{SiP} avec des pores remplis d'air pour différentes T_{ox}	192
4.2	Coefficients de la régression polynomiale d'ordre 2 pour la détermination de n_{SiP} avec des pores remplis d'eau pour différentes T_{ox}	193
4.3	Caractéristiques des couches de SiP pour les configurations 1 et 2	198
4.4	Paramètres de l'attaque électrochimique du SiP	226
4.5	Paramètres des barrières intermédiaires testées	228

Les capteurs servent d'interface entre l'homme et les phénomènes naturels. Ils permettent de détecter et de quantifier des phénomènes physiques, chimiques ou biologiques. La conception de nouveaux détecteurs permet de répondre à certains enjeux sociétaux dans les domaines de la santé, de l'environnement ou encore de la défense.

En particulier, l'amélioration de la mesure et de la détection des processus physiques et des analytes biologiques dans le domaine de la santé peut engendrer de nouveaux paradigmes dans la compréhension et la gestion des pathologies. Récemment, la démonstration de la détection de maladies comme les cancers par la détection de plusieurs molécules biologiques présentes en très faibles quantités dans le sang à l'aide de capteurs spécifiquement sensibles à ces espèces ouvre la voie à de nouveaux moyens de diagnostics et de prise en charge de ces maladies [1] à des stades de plus en plus précoces. Ces nouvelles avancées suscitent un besoin pour des biocapteurs permettant de détecter rapidement plusieurs de ces molécules présentes à l'état de trace dans les échantillons biologiques.

Dans ce contexte, le marché des biocapteurs optiques dans le domaine de la santé connaît une forte croissance de l'ordre de 12 % par an [2].

En effet, plusieurs types d'interactions physiques entre la lumière et les molécules à détecter peuvent être utilisées et rendent le développement de biocapteurs optiques pertinent pour les applications de détection dans le domaine de la santé.

Afin de répondre à ce défi de détection rapide de plusieurs molécules à l'état de traces, la piste des transducteurs optiques intégrés dans le domaine du proche infrarouge est prometteuse. En effet, ces transducteurs répondent à plusieurs critères de performance permettant de concevoir des plateformes technologiques compétitives dans le domaine de la détection de molécules biologiques pour la santé.

En particulier, il a été démontré que les transducteurs à base de microrésonateurs (MRs) présentent l'avantage d'être simple à fabriquer avec des procédés de fabrication et des matériaux adaptés de la micro-électronique et biocompatibles. Un effort de recherche important a été mené ces dernières années afin de développer des plateformes technologiques à base de MRs intégrés pour la détection de molécules biologiques. La fabrication et la caractérisation de la sensibilité d'un MR est aujourd'hui bien maîtrisée [3]. La détection et la quantification des analytes présents sur le transducteur se fait en mesurant le décalage spectral d'un pic de résonance caractéristique de la réponse spectrale en transmission du MR.

Cependant, plusieurs problèmes scientifiques et technologiques restent à résoudre avant le

déploiement commercial de ces dispositifs. Premièrement, la compréhension et l'amélioration des facteurs qui limitent la plus petite quantité de molécules détectables (appelée limite de détection) par ces dispositifs requiert une bonne connaissance à la fois du fonctionnement du MR pour améliorer sa sensibilité aux analytes et des différentes incertitudes de mesures afin de les réduire.

Ensuite, le multiplexage massif des MRs pour l'application biocapteur nécessite de mettre en place des couplages optiques multiples et robustes entre le transducteur, c'est à dire les MRs intégrés sur un substrat de silicium et le banc de mesure équipé de fibres optiques. Il nécessite aussi la bonne maîtrise du couplage opto-fluidique afin de mettre en contact les molécules en solution avec les transducteurs [3]. Par ailleurs, l'utilisation de plusieurs MRs sur une même puce et la nécessité de la coupler à un système microfluidique ouvre la voie à la conception avancée de masques de photolithographie où l'étude de l'agencement des différents éléments (coupleurs optiques, MRs, guide d'accès..) est importante.

L'objectif de ce travail est d'améliorer la compréhension et de continuer le développement de transducteurs optiques intégrés à base de MRs pour la biodétection à l'institut Foton afin d'améliorer davantage leur limite de détection. Pour cela, deux voies sont développées dans ce manuscrit. La première est la conception et la fabrication de transducteurs en polymères à effet Vernier comportant plusieurs MRs cascades ou associés à un système interférométrique tels qu'un Mach-Zehnder permettant d'augmenter fortement la sensibilité grâce à l'effet Vernier. La seconde est l'étude et le développement de MRs simples fabriqués en matériau silicium poreux, qui permet de greffer une quantité importante de molécules spécifiques grâce à sa surface spécifique importante et à un procédé de fonctionnalisation de sa surface propre aux molécules à détecter.

Afin de faire la jonction entre ces deux thématiques, les matériaux polymères pour la fabrication de guides intégrés sont utilisés et la conception de transducteurs hybrides à effet Vernier associant des MRs à base de guides en matériaux silicium poreux et de guide en polymères est détaillée. En effet, les guides en polymères, du fait de leurs propriétés optiques et leur mise en oeuvre aisée à moindre coût, sont utilisés à la fois pour acheminer le signal et pour constituer le MR de référence de la structure à effet Vernier. Les guides constituant le MR de détection en contact avec les molécules à détecter sont en silicium poreux afin de profiter de la meilleure interaction des molécules à détecter avec le signal optique dans les guides poreux.

Afin de compléter ce travail, ce manuscrit a pour but d'ouvrir de nouvelles pistes de recherche en partant de la fabrication des transducteurs optiques vers leur intégration dans un capteur incluant les couplages opto-fluidiques, ainsi que la prise en compte et la réduction des incertitudes de mesures par le traitement du signal issu du transducteur.

Cette thèse s'inscrit dans la continuité des travaux menés au laboratoire dans le domaine de l'optique intégrée et des capteurs optiques. Elle fait suite aux travaux dans les domaines des transducteurs optiques intégrés en matériaux polymères et silicium poreux de : A. Maalouf (2007) [4], M. Dribek (2010) [5], M. Hiraoui (2012) [6] et P. Girault (2016) [7]. Plus particulièrement, ce travail de thèse reprend les procédés de fabrication des guides intégrés réalisés en matériaux polymères et en silicium poreux développés durant les thèses précédentes.

Ce travail est divisé en quatre chapitres, suivis d'une conclusion et de perspectives. Ce manuscrit est complété par des annexes et les travaux scientifiques publiés au cours

de cette thèse. Les quatre chapitres sont introduits ci-dessous :

- Dans le chapitre 1, l'intérêt de l'utilisation des biocapteurs optiques et leur utilisation dans le domaine de la santé est présenté. Plus particulièrement, le type de molécules intéressantes à étudier avec des transducteurs intégrés dans le proche infrarouge est évoqué. Ensuite, un état de l'art des principaux transducteurs optiques utilisés pour la biodétection est présenté et les transducteurs sont évalués à l'aide de critères de performance permettant d'obtenir des capteurs optiques intégrés performants pour la détection dans le domaine de la santé.

- Dans le chapitre 2, les principes physiques permettant de réaliser le guidage de la lumière dans un guide d'onde intégré sont d'abord rappelés. Puis le fonctionnement d'un MR à base de guide ridge est détaillé, en particulier son utilisation et son optimisation pour la biodétection. Les notions de sensibilité et de limite de détection sont redéfinies pour le cas particulier du MR intégré. Ensuite, le banc de caractérisation des transducteurs est présenté et une étude des incertitudes de mesures permettant d'évaluer la limite de détection est réalisée.

- La bonne maîtrise d'un MR simple fabriqué en matériaux polymères à l'Institut Foton [7] permet d'envisager la réalisation de transducteurs composés de plusieurs interféromètres. Dans le chapitre 3, un transducteur à effet Vernier en polymères composé de deux MRs dans un Mach-Zehnder est conçu, fabriqué et caractérisé. L'objectif est de démontrer pour la première fois l'effet Vernier avec une structure entièrement en matériaux polymères et de valider les modèles développés pour la concevoir et l'optimiser afin de viser les meilleures sensibilité et limite de détection. Pour cela, le procédé de fabrication de guides en polymères constituant les MRs est présenté et les principales caractéristiques de propagation des guides (pertes de propagation optique, indice effectif) sont simulées et mesurées. Ensuite, un algorithme d'optimisation du transducteur à effet Vernier est mis en place afin de pousser les performances de ce type de transducteur le plus loin possible. La fabrication et la caractérisation du transducteur à effet Vernier sont alors réalisées et comparées à la simulation. Enfin, la limite de détection est évaluée avec les outils de simulation développés dans le chapitre 2 et l'intérêt d'un traitement du signal simple pour la réduction de la limite de détection est présenté.

- L'étude et la réalisation de transducteurs en silicium poreux lors des thèses précédentes [5–7] ont mis en évidence le fort potentiel de ce matériau pour la biodétection (en particulier, la forte sensibilité des transducteurs à base de silicium poreux comparée à celle des transducteurs fabriqués avec des matériaux massifs). Dans le chapitre 4, une étude théorique est d'abord menée afin d'optimiser les paramètres de fabrication et les dimensions des guides ridges à base de silicium poreux : la sensibilité, les pertes de propagation optique et la limite de détection sont évaluées. Ensuite, l'intérêt d'un transducteur hybride constitué de guides en polymères et de guides en silicium poreux est présenté et la solution technologique envisagée pour la fabrication de ce type de transducteur est détaillée. De plus, l'intérêt d'une structure hybride constituée notamment d'un MR de référence en polymères et d'un MR de détection en silicium poreux pour la fabrication de transducteurs à effet Vernier est présenté. Enfin, les premiers tests de fabrication d'un transducteur hybride à MR simple sont détaillés.

Bibliographie

- [1] J. D. Cohen, L. Li, Y. Wang, C. Thoburn, B. Afsari, L. Danilova, C. Douville, A. A. Javed, F. Wong, A. Mattox, R. H. Hruban, C. L. Wolfgang, M. G. Goggins, M. Dal Molin, T.-L. Wang, R. Roden, A. P. Klein, J. Ptak, L. Dobbryn, J. Schaefer, N. Silliman, M. Popoli, J. T. Vogelstein, J. D. Browne, R. E. Schoen, R. E. Brand, J. Tie, P. Gibbs, H.-L. Wong, A. S. Mansfield, J. Jen, S. M. Hanash, M. Falconi, P. J. Allen, S. Zhou, C. Bettegowda, L. A. Diaz, C. Tomasetti, K. W. Kinzler, B. Vogelstein, A. M. Lennon, and N. Papadopoulos, “Detection and localization of surgically resectable cancers with a multi-analyte blood test,” *Science*, vol. 359, no. 6378, pp. 926–930, 2018.
- [2] marketsandmarkets, december 2017.
- [3] C.F.Carlborg, K.B.Gylfason, A.Kazmierczak, F.Dortu, M. Polo, A. Catala, G.M.Kresbach, H.Sohlstrm, T.Moh, L.Vivien, J.Popplewell, G.Ronan, C. Barrios, G.Stemme, and W.V.DWijngaart, “A packaged optical slot-waveguide ring resonator sensor array for multiplex label-free assays in labs-on-chips,” *Lab on a Chip*, vol. 10, no. 3, 2010.
- [4] A. Maalouf, *Contribution à l’étude des procédés de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères*. PhD thesis, 2007.
- [5] M.Dribek, *Etude et réalisation de nanostructures photoniques à base de silicium poreux chimiquement fonctionnalisé en vue d’une application biocapteur*. PhD thesis, Institut FOTON, 2010.
- [6] M. Hiraoui, *Etude et réalisation de nano-structures photoniques anti-résonantes à base de silicium poreux oxydé et fonctionnalisé : applications aux biocapteurs*. PhD thesis, Institut FOTON, 2012.
- [7] P. Girault, *Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs*. PhD thesis, Institut FOTON, 2016.

CHAPITRE 1

CONTEXTE ET ÉTAT DE L'ART

Sommaire

1.1 Mesurandes et mesures dans le secteur de la santé	6
1.1.1 Définitions générales liées au processus de mesure	6
1.1.2 Grandeurs associées aux biocapteurs	8
1.2 Utilisation des biocapteurs dans le secteur de la santé	12
1.2.1 Les secteurs de marché des biocapteurs	12
1.2.2 Techniques de mesures dans le secteur de la santé	13
1.2.3 Utilisation des biocapteurs en médecine	15
1.3 Les biomarqueurs à détecter	16
1.3.1 Différents types de biomarqueur	16
1.3.2 Identification d'un biomarqueur d'intérêt	16
1.3.3 Extraction des biomarqueurs à détecter	18
1.3.4 Caractéristiques physico-chimiques des protéines	19
1.3.5 Principales techniques d'identification des biomarqueurs	20
1.4 Les transducteurs optiques fonctionnalisables pour la santé	23
1.4.1 Interactions des biomarqueurs dans les transducteurs	23
1.4.2 Performances des transducteurs optiques	28
1.5 Etat de l'art des transducteurs optiques	29
1.5.1 Comparaison des transducteurs optiques	29
1.5.2 Les techniques historiques de mesure avec marquage	31
1.5.3 Transducteurs optiques non intégrés pour la bio-détection	32
1.5.4 Techniques de mesures optiques intégrées	35
1.5.5 Résumé de l'état de l'art des performances des transducteurs optique pour la biodétection	56
1.6 Conclusion et objectifs de la thèse	58
1.6.1 Conclusion	58
1.6.2 Objectifs de la thèse	59
Bibliographie	60

Les capteurs sont aujourd’hui omniprésents dans tous les secteurs de l’économie ; ils servent d’interface entre l’homme et l’ensemble des phénomènes quantifiables qui nous entourent. A la grande variété des phénomènes à détecter est associée une diversité de capteurs. Les capteurs peuvent se catégoriser par la grandeur qu’ils permettent de mesurer. Ils se classifient aussi par le processus de transformation qui permet de passer de la grandeur physique à mesurer (physique, chimique, biologique) à la valeur physique mesurée (optique, électrique...).

Dans cette thèse, nous nous intéressons aux capteurs optiques pour des applications dans le domaine de la santé. La compréhension du corps humain passe par l’utilisation de capteurs capables de détecter les molécules (ou analytes) le composant, appelés biocapteurs. Ainsi, le développement de nouveaux capteurs répond à un besoin en mesure de certains analytes difficiles à détecter avec les méthodes actuelles. Plus particulièrement, les analytes présents en très faible quantité et peu spécifiques pour la détection précoce de pathologies sont ciblés pour les capteurs développés dans ce travail. Il convient donc de connaître précisément les enjeux de la détection dans ce domaine et la nature des phénomènes à détecter.

Dans ce chapitre, nous introduisons la notion de mesure avec un capteur et l’appliquons au cas d’un biocapteur. Nous présentons ensuite les applications possibles des capteurs optiques dans le domaine de la santé. Pour cela, les techniques d’analyse utilisées dans le secteur de la santé sont présentées et leur principales lacunes sont explicitées. Puis, les analytes à détecter sont présentés. La bonne compréhension des techniques de mesures et des analytes à détecter permet d’établir un cahier des charges que doivent respecter les capteurs à développer.

Plusieurs types de capteurs optiques en développement pour des applications dans ce secteur sont alors présentés et confrontés au cahier des charges établi. En particulier, les différents capteurs à base de transducteurs optiques intégrés, qui feront l’objet des prochains chapitres, sont détaillés.

1.1 Mesurandes et mesures dans le secteur de la santé

Afin d’éviter les confusions de vocabulaire et de faciliter la compréhension de la thèse, il convient d’introduire correctement les notions de mesure et de mesurande utilisées dans cette thèse.

1.1.1 Définitions générales liées au processus de mesure

La notion de mesure apparaît lorsqu’il est nécessaire de détecter ou de quantifier un phénomène physique. Pour cela, les capteurs, dont le principe général est schématisé en Figure 1.1, servent à mesurer le phénomène physique d’intérêt qui s’appelle le mesurande. Afin de le mesurer, il est nécessaire d’utiliser un transducteur. En effet, le transducteur est un système permettant de transformer un signal physique en un autre.

Un transducteur peut avoir besoin d’un signal d’entrée excitatoire (électrique, optique) afin d’opérer, on parle alors de transducteur passif. Certains transducteurs n’ont pas besoin d’apport d’énergie (piézoélectrique, cellule photosensible...), on parle de transducteur actif. Un ou plusieurs transducteurs sont intégrés dans un capteur qui va effectuer la conversion du signal généré par le transducteur en un signal physique exploitable. Dans le

cas des capteurs optiques développés dans cette thèse, le transducteur optique modifie un signal optique sous l'effet du mesurande puis un deuxième transducteur (ex : photodiode) transforme le signal optique en un signal électrique qui est ensuite traité.

Les perturbations de différentes origines (thermiques, mécaniques, chimiques...) qui agissent sur le signal d'entrée ou modifient la réponse des transducteurs impactent la mesure et limitent les performances des capteurs.

Enfin, les appareils de mesure sont des systèmes permettant de mesurer directement des grandeurs physiques. Ils sont composés d'un ou plusieurs capteurs ainsi que d'un dispositif permettant de transformer la grandeur physique de mesure en une grandeur observable à l'aide d'un dispositif d'affichage.

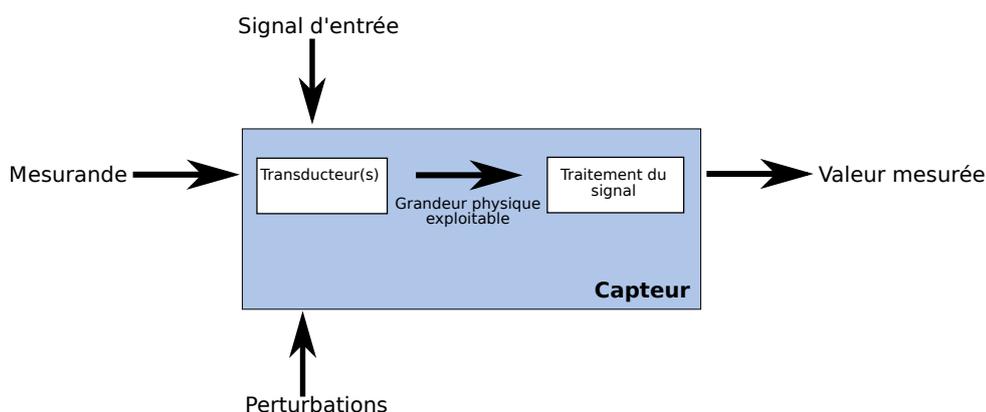


FIGURE 1.1 – Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur.

1.1.1.1 Définition du mesurande pour les biocapteurs : les biomarqueurs

Le mesurande est nommé biomarqueur dans le secteur de la santé. La définition générale d'un biomarqueur est donnée par [1] : une caractéristique qui peut être mesurée et qui est un indicateur d'un fonctionnement biologique normal, d'une réponse pathologique ou d'une réponse à un acte thérapeutique.

Concrètement, le terme biomarqueur est restreint dans cette thèse pour qualifier une molécule qui permet d'identifier une pathologie par sa présence ou sa quantité.

Le recours à la détection de nouveaux biomarqueurs est un enjeu important car ceux-ci permettent de faciliter la prise en charge précoce de certaines pathologies. On peut chercher à détecter leur présence, leur concentration, leur localisation afin de diagnostiquer une maladie. Les différents types de biomarqueur ainsi que leur utilisation pour les dispositifs de détection optique sont développés en 1.3.

1.1.1.2 Définition des biorécepteurs

L'utilisation de biorécepteurs associés à des biomarqueurs spécifiques permet de détecter un biomarqueur particulier à l'aide d'un transducteur. La découverte et l'étude de nouveaux biorécepteurs sont un enjeu important pour l'utilisation des biomarqueurs et des nouveaux transducteurs comme outils de diagnostic. Quelques biorécepteurs sont

présentés en partie 1.4.1.1.

1.1.1.3 Définition de la fonctionnalisation

La fonctionnalisation consiste à greffer des biorécepteurs à la surface du transducteur. Les biorécepteurs ont la capacité de se greffer à des biomarqueurs particuliers ; ils assurent la spécificité de la mesure dans les matrices d'analytes complexes (sang, urines). La fonctionnalisation est détaillée en section 1.4.1.2.

1.1.2 Grandeurs associées aux biocapteurs

La caractéristique spécifique associée aux biocapteurs est l'utilisation du couple transducteur - biorécepteur pour la détection du biomarqueur d'intérêt présenté en Figure 1.2. En effet, afin d'assurer la spécificité du capteur pour un biomarqueur spécifique parmi tous les analytes, le transducteur composant le biocapteur est recouvert de "biorécepteurs". Le transducteur du biocapteur assure donc la transformation du signal physique alors que les biorécepteurs assurent la reconnaissance biologique du biomarqueur d'intérêt plongé dans une matrice complexe d'analytes divers.

Pour ces biocapteurs, plusieurs grandeurs sont particulièrement investiguées. En effet, nous verrons en partie 1.4.2 que trois des principaux critères de performance des biocapteurs sont la faible limite de détection, la bonne sélectivité et la mesure en temps réel, qui sont présentés ici. Ces critères de performance reposent sur l'optimisation des différentes grandeurs associées aux capteurs qui vont être détaillées après : augmentation de la sensibilité, réduction des bruits de mesure, temps de réponse...

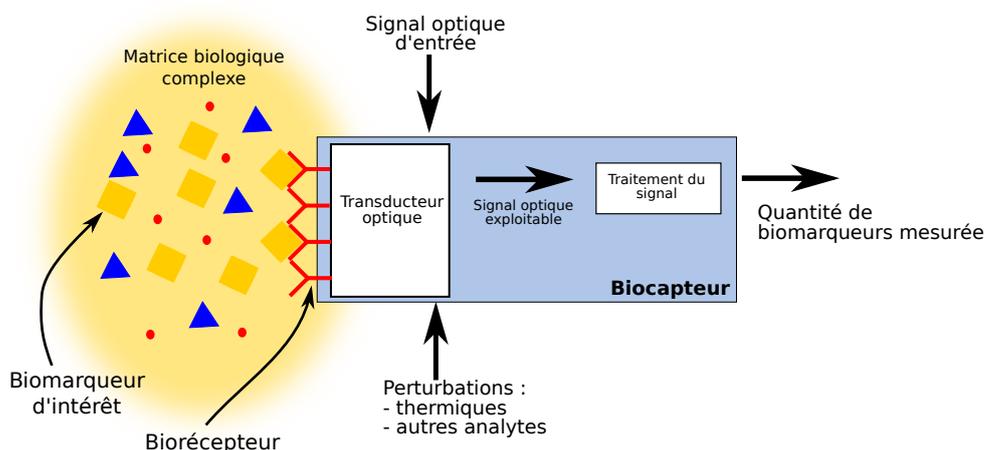


FIGURE 1.2 – Schéma du principe de fonctionnement d'un biocapteur, avec un biomarqueur d'intérêt dans une matrice biologique comme mesurande.

Les caractéristiques générales d'un capteur permettent d'identifier son champ d'application et de le comparer aux autres, elles peuvent varier suivant son utilisation, mais un ensemble de définitions générales ont été établies dans un objectif de normalisation. Ces

définitions peuvent être trouvées dans la référence [2] et sont rappelées ci-dessous dans le cas particulier des biocapteurs qui seront étudiés dans cette thèse.

1.1.2.1 Courbe de calibration

Afin d'étudier la capacité d'un capteur à détecter un mesurande, on réalise une courbe de calibration qui permet d'établir la relation Valeur Mesurée=f(Mesurande) présentée en Figure 1.3.a). Pour cela, on observe la relation entre la valeur réelle du mesurande et la valeur mesurée par le capteur dans lequel est placé le transducteur à caractériser. Plusieurs caractéristiques peuvent être extraites de la courbe de calibration :

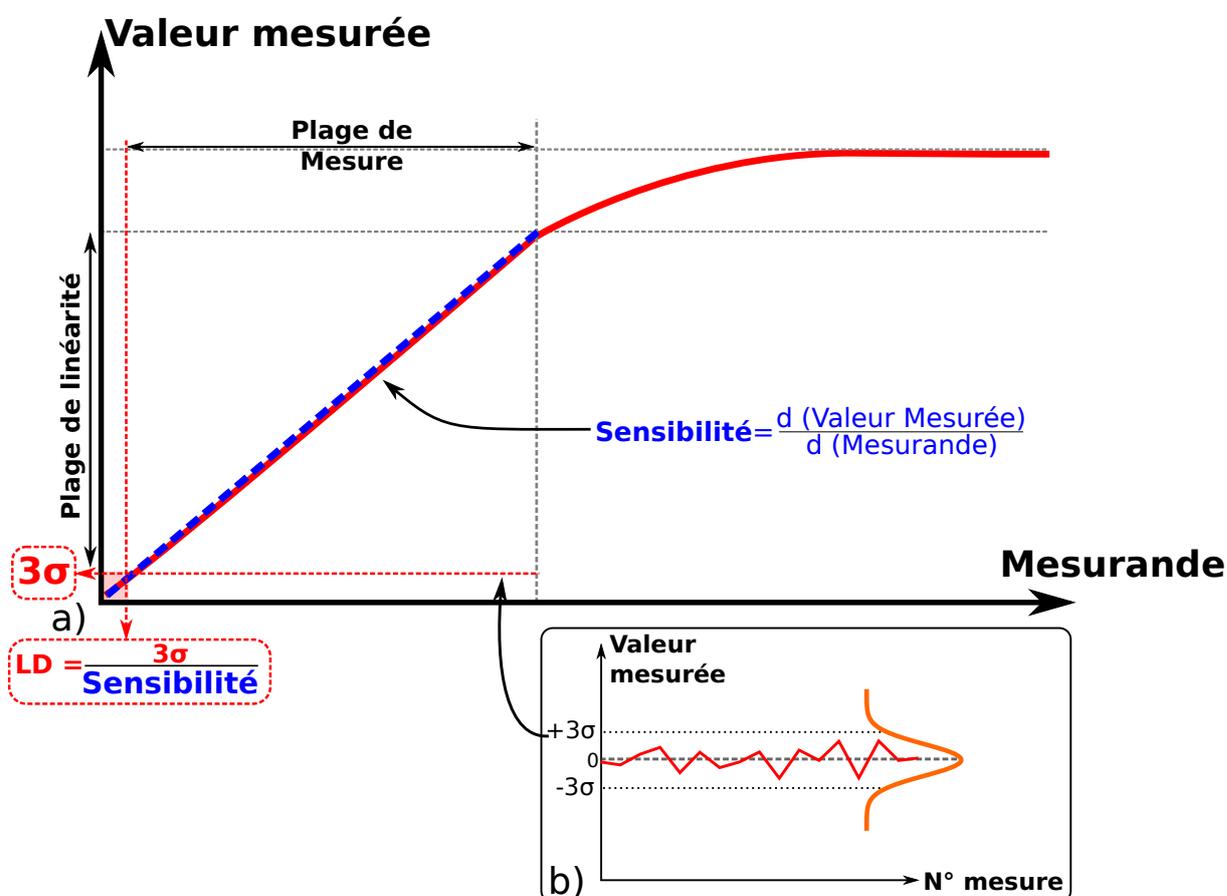


FIGURE 1.3 – a) Illustration de la courbe de calibration d'un capteur. b) Estimation des erreurs de mesures .

— Linéarité

La courbe de calibration peut présenter des non-linéarités importantes. La présence d'un intervalle pseudo-linéaire (Figure 1.3.a)) ou la linéarisation de la courbe de calibration permet de faciliter l'utilisation du capteur. En effet, les zones de linéarité permettent de définir simplement les notions de sensibilité et de résolution.

— **Sensibilité**

La sensibilité correspond au rapport entre la variation du signal mesuré et la variation de la valeur du mesurande (Figure 1.3.a)). Elle correspond à la pente d'une courbe de calibration "pseudo-linéaire". Dans le cas d'une courbe de calibration non-linéaire, on peut définir des plages de sensibilité sur des intervalles de valeurs du mesurande.

Dans le cas des biocapteurs pour lesquels le mesurande est une quantité d'analytes à détecter, la sensibilité correspondra à la variation du signal optique par rapport à la variation de la quantité d'analytes à mesurer. Les unités associées à ces variations seront détaillées en partie 1.4.2.

— **Plage de mesure**

La plage de mesure (Figure 1.3.a)) correspond à l'intervalle entre la plus petite valeur et la plus grande valeur du mesurande qui peuvent être mesurées par le capteur.

Dans le cas des biocapteurs, on s'intéresse à la plage de concentration d'analytes mesurable.

— **Bruits de mesure**

Les bruits de mesure sont les perturbations physiques qui agissent sur le signal dans le capteur. Ils sont à l'origine d'une partie des erreurs de mesure. Afin de quantifier l'effet des bruits de mesure sur le signal mesuré, une mesure de référence sans mesurande est effectuée en répétant plusieurs fois la mesure (Figure 1.3.b)) et permet d'évaluer l'écart type du signal σ qui caractérise l'amplitude des bruits de mesure.

Dans le cas des biocapteurs optiques, on retrouve un ensemble de bruits courants comme les bruits thermiques ou les bruits d'intensité du signal d'entrée. Mais on peut aussi observer des bruits de mesure liés aux perturbations induites par le manque de spécificité du biocapteur dont la réponse est perturbée par d'autres molécules que l'analyte à détecter qui sont aussi présentes dans l'échantillon de test. Les bruits de mesure des capteurs optiques intégrés et leurs effets sur les performances du capteur seront présentés en Chapitre 2.

— **Erreurs de mesure**

L'erreur correspond à la différence entre la valeur mesurée et la valeur réelle du mesurande. Les erreurs peuvent provenir du capteur (par exemple la résolution) ou être liées aux bruits de mesure. Afin de les comprendre, de les réduire (en modifiant le capteur ou le transducteur) ou de les corriger par traitement du signal, les erreurs peuvent être classées en fonction de la nature des perturbations qui sont à leur origine ou de l'effet de la perturbation sur la mesure. On peut par exemple différencier les erreurs systématiques liées à une erreur d'étalonnage du capteur, des bruits aléatoires qui sont liés à des processus stochastiques (bruits thermiques, mécaniques).

— Résolution et limite de détection

La résolution correspond au plus petit incrément de valeur de mesurande qui peut être détecté. La résolution est liée aux bruits et à la sensibilité du capteur. La limite de détection (présentée en Figure 1.3.a)) correspond à la plus petite valeur de mesurande détectable. Dans le cas d'une relation linéaire entre mesurande et valeur mesurée, la résolution et la limite de détection sont identiques.

Pour une courbe de calibration linéaire, la limite de détection (LD) est définie avec l'écart type moyen σ de la valeur mesurée sans mesurande (Figure 1.3.b)) et la sensibilité (Figure 1.3.a)) comme [3] :

$$LD = \frac{3\sigma}{Sensibilité} \quad (1.1)$$

Pour un biocapteur, la LD est donc la plus petite quantité d'analytes mesurable.

— Sélectivité

La sélectivité d'un capteur est sa capacité à détecter un mesurande parmi d'autres perturbations extérieures. La notion de sélectivité devient prépondérante lorsque les caractéristiques des mesurandes permettent difficilement de les distinguer des bruits de mesure.

Dans le cas des biocapteurs, la sélectivité correspond à la capacité à détecter un analyte particulier dans un échantillon biologique dans lequel se trouve une quantité élevée d'analytes de différents types. Cette problématique est présentée en partie 1.3 et l'obtention de la sélectivité des biocapteurs optiques sera expliquée en partie 1.4.1.

1.1.2.2 Répétition des mesures

— Exactitude

L'exactitude du capteur correspond à l'accord entre la valeur mesurée par le capteur et la valeur réelle du mesurande. La précision d'un capteur peut être évaluée en utilisant un mesurande de référence dont la valeur est connue ou un capteur de précision supérieure.

— Précision

La précision correspond à la répétabilité des mesures avec le même mesurande et sous les mêmes conditions expérimentales. Elle peut être quantifiée à l'aide de l'écart type σ (Figure 1.3.b)).

— Répétabilité

La répétabilité est la capacité du capteur à donner la même mesure d'un mesurande donné, en étant utilisé dans un même laboratoire et avec un même opérateur. La

reproductibilité est la généralisation de la répétabilité pour un laboratoire différent et des opérateurs différents.

1.1.2.3 Stabilité des mesures

— Stabilité

La stabilité d'un capteur est son aptitude à donner une mesure identique d'un même mesurande sur une certaine période de temps.

— Dérive

La dérive d'un capteur correspond à l'évolution dans le temps de la valeur mesurée pour une valeur de mesurande constante.

— Phénomène d'hystérésis

Un phénomène d'hystérésis correspond à un écart systématique de mesure entre deux mesurandes suivant l'ordre de la mesure.

— Réponse dynamique

Dans le cas où le capteur est utilisé pour la mesure d'une valeur de mesurande qui évolue avec le temps, on peut chercher à évaluer ses caractéristiques dynamiques. Dans les cas des biocapteurs optiques, nous allons voir qu'ils peuvent être utilisés pour étudier la cinétique de greffage de molécules en partie 1.4.1.2, il sera donc important de comparer le temps caractéristique du greffage avec le temps de réponse du capteur.

— Temps de réponse

Le temps de réponse d'un capteur correspond au temps nécessaire pour atteindre une valeur mesurée stable pour une certaine valeur de mesurande.

1.2 Utilisation des biocapteurs dans le secteur de la santé

1.2.1 Les secteurs de marché des biocapteurs

Des études de marché sont réalisées par des entreprises spécialisées comme Global Market Insights ou MarketsandMarkets [4] [5]. Les résumés de ces études sont accessibles et donnent une appréciation quantitative des principaux secteurs de vente d'une technologie. Une étude de marché a été réalisée pour tous les biocapteurs (Global Market Insights et MarketsandMarkets). La prévision de croissance des biocapteurs est de 8% entre 2016 et 2024. Les principaux secteurs de marché sont le secteur de la santé avec plus de la

moitié des parts de marché suivi des secteurs de l'agriculture, de l'environnement et plus marginalement des laboratoires de recherche et de la défense. Les études menées précisent que les systèmes de type PoC (Point of Care) connaissent des perspectives de croissance importante.

Par la suite, nous nous intéresserons particulièrement aux applications des biocapteurs dans le domaine de la santé. En effet, il est intéressant de cibler ce marché lors du développement de nouveaux biocapteurs car les financements dans la recherche publique suivent souvent les parts de marché. Ensuite, nous verrons qu'en fonction des analytes ciblés dans le secteur de la santé, il sera facile d'adapter le biocapteur à d'autres marchés dont les analytes à détecter sont similaires.

1.2.2 Techniques de mesures dans le secteur de la santé

Dans cette section, nous essayons de faire une liste non exhaustive des techniques utilisées dans le domaine de la santé afin de prévenir, détecter et mesurer l'évolution des pathologies.

Pour le physicien, il s'agit de comprendre les mesurandes qui intéressent la médecine, appelés "biomarqueurs" et dont la définition est donnée en partie 1.1.1.1, afin de proposer les capteurs les mieux adaptés pour les détecter. De plus, la grande diversité des analytes à détecter dans des milieux complexes nécessite des techniques de détection sélectives et spécifiques.

Aujourd'hui, les techniques de détection les plus utilisées en médecine peuvent être regroupées en trois disciplines : l'imagerie médicale, la biologie médicale et les mesures *in situ*. Il convient de comprendre dans un premier temps quels sont les utilisations et intérêts de chaque discipline en termes de détection et quelles sont les limites et évolutions possibles de ces disciplines avec l'utilisation des biocapteurs optiques présentés dans cette thèse.

1.2.2.1 Imagerie médicale

L'imagerie médicale est principalement utilisée comme moyen de diagnostic ; elle est utile lorsque des maladies engendrent une évolution structurelle ou fonctionnelle des organes [6]. Elle évolue aujourd'hui afin de détecter les formes précoces des maladies. La démocratisation de certaines formes d'imagerie comme les scanners permet d'utiliser l'imagerie comme moyen de dépistage pour les populations à risque, par exemple pour le dépistage du cancer du sein.

Les techniques d'imagerie structurelles renseignent sur la forme des organes. Ces technologies sont matures et couramment utilisées pour diagnostiquer et pronostiquer les cancers. On peut citer le scanner, l'imagerie par résonance magnétique (IRM) ou l'échographie. Les techniques d'imagerie fonctionnelle renseignent sur le fonctionnement des organes. Elles peuvent cibler spécifiquement certains biomarqueurs caractéristiques de la maladie notamment à l'aide de l'utilisation de biorécepteurs. On parle alors d'imagerie moléculaire. Les techniques d'imagerie ont été adaptées à l'imagerie moléculaire par l'étude de biomarqueurs d'intérêt détaillés par la suite. On peut citer la Tomographie par Emission de Positrons (TEP) qui repose essentiellement sur l'utilisation de traceurs radioactifs.

L'imagerie fonctionnelle et moléculaire est plus récente ; elle se développe aujourd'hui afin

d'affiner les diagnostics et d'observer les réponses des traitements notamment lors du recours à des thérapies ciblées.

Globalement, l'imagerie médicale reste limitée pour les maladies ne générant pas d'évolution structurelle ou impliquant des variations localisées importantes de biomarqueurs connus. De plus, bien que l'imagerie moléculaire tende à donner une information de plus en plus précise sur la nature des lésions, elle ne permet pas de réaliser une analyse histologique fine de la pathologie. Le recours aux analyses de biologie médicale est donc souvent nécessaire pour compléter le diagnostic.

1.2.2.2 Biologie médicale

La biologie médicale est le domaine qui étudie les tissus et fluides biologiques. Elle est utilisée afin de prévenir et de diagnostiquer un grand nombre de maladies. Elle est souvent utilisée en complément des techniques d'imagerie médicale *in vivo* dans le cas des cancers pour affiner les diagnostics. Dans ce cas, les analyses sont réalisées principalement par microscopie optique pour l'analyse structurelle des tumeurs et cellules (histologie) et par microscopie par fluorescence pour l'analyse fonctionnelle des protéines présentes dans les cellules tumorales (immunohistochimie).

Certaines techniques utilisées en biologie médicale relèvent de l'imagerie médicale comme la microscopie tandis que d'autres techniques plus spécifiques permettent d'analyser un type d'analyte en particulier comme les techniques d'analyses génétiques.

Contrairement à l'imagerie médicale, la biologie médicale est très utilisée comme moyen de dépistage, ce qui peut s'expliquer par la facilité d'obtention de certains échantillons (sang...), le coût réduit des analyses (voir section 1.2.2.2.1) et la précision des diagnostics.

1.2.2.2.1 Examens automatisés

Afin de réduire les coûts d'analyse, de nombreux analytes sont détectés à l'aide d'automates d'analyse médicale. Ces automates fonctionnent de manière automatique ou semi-automatique à partir de prélèvements effectués sur les patients. Les automates d'analyse médicale peuvent être classés par le type de pathologie à détecter, la technique d'analyse ou le type d'analyte à détecter. Leur utilisation réduit significativement les coûts d'analyse et permet de réaliser un suivi régulier des principaux analytes présents dans les fluides biologiques.

Le développement de nouveaux appareils d'analyse automatique pour la détection d'analytes (présents en faible quantité dans les échantillons ou difficiles à détecter notamment pour la détection précoce des cancers) représente un marché économique très important. Ces nouvelles techniques de détection sont développées en section 1.5.

1.2.2.2.2 Examens anatomo-pathologiques

Le recours aux automates est encore limité pour certaines pathologies et diagnostics, notamment lorsque la pathologie ne présente pas d'analyte détectable par les automates ou qu'un examen anatomique de la répartition des analytes dans les tissus est nécessaire. Dans ce cas, l'intervention d'un spécialiste est nécessaire pour l'analyse des échantillons et l'interprétation des mesures, on parle alors d'examens anatomo-pathologiques. Ce genre

d'examen demande du temps et coûte plus cher, son recours n'est pas routinier mais se fait lorsqu'une pathologie est suspectée. Il peut être effectué sur des fluides biologiques ou des échantillons de tissus prélevés par biopsie. L'anatomo-pathologie permet d'effectuer un diagnostic précis de la maladie afin d'appliquer le bon traitement. Cependant, cet examen présente une variabilité importante car il dépend de l'interprétation du spécialiste. L'automatisation des analyses pourrait permettre d'augmenter leur efficacité [7].

Lorsque des biomarqueurs (comme certains antigènes) sont recherchés spécifiquement, un examen immunohistochimique est effectué. Cet examen s'effectue en deux grandes étapes : la préparation de l'échantillon afin d'attacher les marqueurs fluorescents aux analytes à détecter, et l'observation par microscopie à fluorescence.

La capacité à détecter une maladie sans le recours aux biopsies et aux examens anatomo-pathologiques est un enjeu important pour faciliter la détection et la prise en charge rapide de la pathologie. Les nouveaux transducteurs présentés en section 1.5 peuvent répondre à cette problématique.

1.2.2.3 Mesures *in situ*

Les systèmes de mesure *in situ* sont des appareils utilisés en routine dans les centres hospitaliers et chez les particuliers afin de suivre les paramètres physiques vitaux du patient. Des appareils comme les tensiomètres, les thermomètres, les lecteurs de glycémie, sont utilisés couramment. Les tests rapides ou systèmes "*point of care*" sont aussi des systèmes de mesure *in situ* qui permettent d'effectuer des diagnostics directs de certaines pathologies en permettant l'analyse d'échantillons biologiques hors des structures médicales et leur interprétation sans connaissance médicale poussée.

- **Les tests rapides "*point of care*"**

Les tests rapides ou "*point of care*" (PoC) sont des systèmes de mesures permettant une interprétation rapide des résultats par le corps médical ou par le patient. Leurs deux avantages sont la rapidité du diagnostic et la réduction des coûts [8]. L'apparition de ces dispositifs fait suite à l'intégration ou à l'adaptation de techniques de mesures réalisées auparavant en laboratoire [9].

Ces tests sont particulièrement adaptés pour les populations touchées par des maladies infectieuses et qui n'ont pas accès aux structures de soin [10]. L'intégration dans des tests PoC d'éléments de microfluidique, de nouveaux transducteurs et de nouveaux couples de biorécepteurs-biomarqueurs ouvrent la perspective à la détection précoce et au suivi de maladies sans passer par les méthodes de détection traditionnelles [11, 12]. L'utilisation de tels systèmes pourrait révolutionner le diagnostic de certaines pathologies et faciliter la prévention.

1.2.3 Utilisation des biocapteurs en médecine

L'énumération des techniques de détection utilisées en médecine (imagerie médicale, biologie médicale et mesure *in situ*) permet de mettre en évidence certaines lacunes dans la prise en charge des pathologies. Globalement, une dichotomie claire existe entre les techniques d'analyses non automatisées que sont l'imagerie médicale et les examens anatomo-pathologiques d'une part et les techniques automatisées : techniques d'analyse biologique

automatisée et mesures *in situ* d'autre part. Cette différence se reflète dans la prise en charge des pathologies. En effet, les pathologies révélées par les techniques d'analyse non-automatisées sont prises en charge à un stade avancé car les techniques sont invasives et souvent trop coûteuses pour être utilisées pour le dépistage. D'autre part, les techniques automatisées sont massivement utilisées pour le dépistage du fait de leur faible coût et de leur forte acceptation.

Il existe donc un intérêt important pour le développement des nouvelles techniques de mesures pour automatiser le diagnostic des pathologies auparavant détectées par examens non-automatisés. L'apparition de ces nouvelles techniques représente un nouveau paradigme dans la prise en charge de certaines maladies comme les cancers [13].

Pour cela, les biocapteurs sont proposés. En particulier, les biocapteurs optiques fonctionnalisés (présentés en partie 1.5) à l'aide de biorécepteurs (partie 1.4.1.1) offrent la perspective de détecter de nouveaux biomarqueurs (présentés en partie 1.3) spécifiques aux pathologies comme le cancer dans des échantillons facilement accessibles (sang, urine...).

1.3 Les biomarqueurs à détecter

1.3.1 Différents types de biomarqueur

Les analytes à détecter peuvent être des virus, des protéines (anticorps, cytokératines, mucines, enzymes), des fragments d'ADN (oncogènes) ou des molécules volatiles simples (gaz d'expiration comme l'ammoniaque NH_3) comme dans le cas de la détection des molécules d'expiration pour le diagnostic de certaines maladies [14]. Les tailles de ces analytes varient de 0.1 nm pour les molécules simples à une centaine de nanomètres pour les virus. Pour les marqueurs tumoraux, on cherche principalement à détecter et quantifier certaines protéines ou fragments d'ADN/ARN qui indiquent la présence d'une tumeur dans le corps [15].

L'utilisation de l'ADN (Acide Désoxyribonucléique) comme biomarqueur n'est pas développée par la suite car des moyens de détection spécifiques à ce type d'analyte ont été mis en place. En effet la capacité à répliquer l'ADN par des méthodes de type PCR (*Polymerase Chain Reaction*) [16] permet d'utiliser des techniques de détection particulières [17]. Par la suite, nous nous intéresserons particulièrement aux biomarqueurs détectables avec des biocapteurs dans la gamme du proche infrarouge. Les molécules volatiles simples peuvent être détectées par quantification des raies d'absorption dans le moyen infrarouge [18] tandis que les gros biomarqueurs comme les virus sont souvent détectés par des capteurs électrochimiques [19]. Les protéines, qui ne bénéficient pas des techniques de détection citées précédemment, ni des techniques de détection utilisées pour l'ADN mais qui représentent un enjeu important pour la compréhension et le diagnostic de certaines pathologies, sont développées par la suite.

1.3.2 Identification d'un biomarqueur d'intérêt

La possibilité d'utiliser une protéine comme biomarqueur dans le secteur de la santé, nécessite plusieurs étapes de recherche :

— **La mise en évidence des relations entre biomarqueurs et maladie**

De nombreuses études relatent la présence et la concentration de biomarqueurs connus lors de l'apparition d'une maladie (par exemple récemment pour les cancers [13]). Il s'agit souvent de trouver un ensemble de biomarqueurs qui permettent d'identifier l'apparition d'une maladie avec certitude [20]. Les biomarqueurs dont la concentration est élevée (mg/mL-ng/mL) sont mesurés en routine dans les laboratoires d'analyse médicale. Aujourd'hui, l'effort de recherche est concentré sur des biomarqueurs présents en très faible quantité dans les échantillons (<pg/mL). Pour ces nouveaux biomarqueurs, en particulier pour les protéines décrites en section 1.3.4, les techniques de détection sont pour l'instant limitées à des instruments de laboratoire coûteux et faiblement automatisables présentés en section 1.3.5. Les nouveaux transducteurs optiques ultrasensibles présentés en section 1.5 promettent de détecter ces biomarqueurs d'intérêt.

— **La découverte de biorécepteurs spécifiques à chaque biomarqueur**

L'étude de l'affinité des biorécepteurs avec leur biomarqueur ainsi que leur spécificité dans les milieux complexes est un challenge. Le protocole d'étude dépend du type de biorécepteur étudié. La facilité à fabriquer un biorécepteur spécifique pour un biomarqueur donné est un facteur important de sélection du biorécepteur. Pour les biomarqueurs comme les protéines, les biorécepteurs comme les anticorps et les aptamères sont particulièrement intéressants, ils sont présentés en section 1.4.1.1. Les biorécepteurs sont ensuite utilisés dans les nouveaux transducteurs présentés en section 1.5 à l'aide de techniques de fonctionnalisation présentées en section 1.4.1.2.

— **La détection des biomarqueurs dans un environnement complexe et à faible coût**

Pour détecter et quantifier les biomarqueurs dans un environnement complexe et à bas coût, des techniques automatisées et/ou des transducteurs à bas coût sont utilisés. Ces techniques permettent de rendre accessible leur utilisation dans le secteur de la santé. Les techniques permettant d'identifier des biomarqueurs présents en grande quantité dans un échantillon ou faisant varier un paramètre physico-chimique de l'échantillon, sont aujourd'hui automatisées (par les techniques présentées précédemment en section 1.2.2.2.1 et 1.2.2.3). Les efforts de recherche se concentrent sur l'optimisation de techniques permettant de détecter des analytes présents en faible quantité et ayant une signature physico-chimique faible dans l'échantillon. Dans le cadre d'une application commerciale, l'utilisation conjointe de biorécepteurs et de transducteurs très sensibles améliore la vitesse d'analyse par rapport aux techniques d'identification des biomarqueurs sans fonctionnalisation présentées en section 1.3.5.

1.3.3 Extraction des biomarqueurs à détecter

Les biomarqueurs sont présents dans des milieux complexes comme les tissus issus de biopsie ou les échantillons de fluides corporels. Quel que soit le type de transducteur utilisé, il faut réaliser des étapes d'extraction [21]. Les techniques d'extraction varient en fonction des types d'analyte, des échantillons et des analyses à effectuer. Dans le cas de l'extraction des protéines pour des techniques d'analyse sans fonctionnalisation présentées en section 1.3.5, l'extraction se fait en plusieurs étapes :

— Prélèvement de l'échantillon

La qualité de l'échantillon et du type d'échantillon est cruciale pour détecter certains types de protéines. La complexité du protéome (ensemble des protéines présentes dans un échantillon) peut être appréhendée par la quantité de protéines contenues dans différents échantillons. Ainsi une cellule contient en moyenne 10^4 protéines différentes, et l'expression de chaque protéine dans une cellule peut aller de 10^2 à 10^6 . Pour les échantillons solides, les études du protéome se font souvent sur un type de cellule ou par microdissection afin de réduire la complexité de l'échantillon. Dans le cas d'échantillons liquides (sang, plasma...), il s'agit de réduire la complexité du protéome en supprimant les protéines les plus répandues comme l'albumine (65% des protéines dans le plasma) ou les immunoglobulines (15% des protéines dans le plasma).

— Dislocation cellulaire

La dislocation cellulaire est réalisée lorsque le contenu des cellules de l'échantillon doit être analysé. Pour disloquer les cellules, on utilise des moyens mécaniques (centrifuge, ultrasons...) ou chimiques (détergents).

— Extraction des contaminants et enrichissement des protéines

Les contaminants d'un échantillon sont les éléments qui viennent perturber la détection des protéines ciblées. Afin de séparer les protéines des autres éléments chimiques, il est possible de les solubiliser. La solubilisation est réalisée à l'aide d'un détergent chimique. Parmi l'ensemble des protéines sélectionnées, il faut souvent enlever celles qui sont en forte concentration par rapport aux protéines d'intérêt, on fait alors souvent appel à des techniques de fixation des protéines [22, 23]. En effet les protéines à détecter sont souvent en très faible concentration ($< \text{pg/mL}$) par rapport à d'autres comme l'albumine ou l'antiglobuline (10-50 mg/mL). La limite de concentration ultime correspond à la présence d'une seule réplique de protéine dans un échantillon, cette limite peut être calculée autour de 10^{-10} pg/mL pour une protéine de 41 kDa ($6.8 \cdot 10^{-23} \text{kg}$) dans 1 mL d'échantillon [24].

Lorsqu'on utilise un transducteur fonctionnalisé avec un biorécepteur spécifique, l'étape d'extraction des contaminants et d'enrichissement des protéines peut être simplifiée. En effet, la sélectivité du transducteur est facilitée par le biorécepteur qui a été sélectionné pour avoir une affinité importante seulement avec les biomarqueurs d'intérêt et pas avec les autres analytes.

1.3.4 Caractéristiques physico-chimiques des protéines

Les protéines sont des molécules composées d'acides aminés. Les acides aminés qui composent la protéine forment une ou plusieurs chaînes à l'aide de liaisons covalentes (dites liaisons peptidiques). Le nombre d'acides aminés peut varier de 50 à 10^4 . Lorsque le nombre d'acides aminés de la chaîne est faible (<50) on parle de peptide, une protéine est donc composée de plusieurs peptides. Les acides aminés présents dans le corps humain sont au nombre de 20, le nombre de combinaisons possibles augmente avec la taille de la molécule. Pour une molécule composée de N acides aminés, le nombre de combinaisons possibles est de 20^N . Le classement des protéines est donc une tâche complexe du fait du grand nombre de protéines. La création de banques de données comme la "*Protein Data Bank*" (PDB), regroupant l'ensemble des informations connues sur la structure des protéines, facilite l'identification de nouveaux biomarqueurs. La protéine est décrite à l'aide de sa structure qui est divisée en trois principaux niveaux.

— Structure primaire

La structure primaire d'une protéine correspond à l'ordre des acides aminés qui la composent. Lorsqu'on cherche à déterminer la structure primaire d'une protéine, on cherche donc à déterminer le nombre et l'enchaînement des acides aminés qui composent la chaîne. Les techniques qui permettent de déterminer la structure primaire d'une protéine sont décrites en partie 1.3.5.

— Structure secondaire

La structure secondaire correspond aux arrangements spatiaux locaux de la chaîne polypeptidique. Certaines portions de la chaîne polypeptidique peuvent prendre des formes d'hélices, de tonneaux ou de coudes en fonction des interactions faibles existant entre les acides aminés. Il est possible d'évaluer la forme de la protéine à l'aide de méthodes numériques qui calculent les interactions entre les acides aminés, ou de manière expérimentale à l'aide de la spectroscopie dans l'ultraviolet (UV) ou de la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN).

— Structure tertiaire

La structure tertiaire correspond à la forme générale de la protéine qui est définie par l'arrangement de ses structures secondaires. La structure tertiaire est déterminée expérimentalement à l'aide de la spectroscopie par rayons X, de la RMN ainsi que par le dichroïsme circulaire dans l'UV.

Les protéines peuvent être caractérisées à l'aide d'interactions chimiques, physiques ou biologiques. Les principales interactions et leurs utilisations sont détaillées ci-dessous :

— Interactions chimiques

Les réactions chimiques sont utilisées pour identifier les protéines. Ainsi, la structure primaire de l'insuline a été la première à être identifiée par Frédérick Sanger, donnant son nom à la méthode de Sanger. Les méthodes chimiques d'identification

des protéines reposent sur l'hydrolyse des liaisons peptidiques de la protéine afin de la décomposer en acides aminés, puis sur la chromatographie pour la détermination du pourcentage de chaque acide aminé [25]. Les processus de dénaturation et de digestion de la protéine en peptides et acides aminés simples sont très utilisés pour la caractérisation ou la synthèse des protéines.

Aujourd'hui, les méthodes chimiques sont moins utilisées pour la détermination de la structure des protéines au profit de méthodes physiques comme la spectroscopie de masse. Cependant, cette dernière nécessite souvent la décomposition des protéines en peptides simples pour leur identification. Les méthodes chimiques sont aujourd'hui très utilisées pour la fabrication de protéines de synthèse pour des applications thérapeutiques ou pour la réplication des séquences d'ADN (méthode PCR).

— Interactions biologiques

Les interactions biologiques entre les protéines et certains ligands comme les anticorps et les aptamères permettent de détecter et d'identifier des protéines. Cette technique de détection est développée en partie 1.4.1.2.

— Interactions physiques

Les interactions physiques utiles pour la caractérisation des protéines sont nombreuses. Les principales interactions utilisées sont de types optiques, ioniques, massiques et magnétiques. Pour les propriétés optiques, on peut s'intéresser aux phénomènes de diffraction, de diffusion, d'absorption ou de réfraction, engendrés par la présence des protéines. L'indice de réfraction d'une protéine est décrit dans [26]. Il permet d'utiliser les protéines dans des transducteurs optiques utilisant la variation d'indice de réfraction comme moyen de détection, en assurant la spécificité de la détection à l'aide de la fonctionnalisation décrite en partie 1.4.1.1. Les propriétés d'absorption des protéines sont utilisées pour leur caractérisation en spectroscopie UV. La diffraction à l'échelle atomique des protéines permet de déterminer leur structure par spectroscopie à rayons X.

Les propriétés d'ionisation sont utilisées avec les propriétés massiques dans des dispositifs de caractérisation comme les spectromètres de masse, l'électrophorèse ou la chromatographie.

Les propriétés magnétiques des atomes sont utilisées dans la résonance magnétique nucléaire (RMN).

1.3.5 Principales techniques d'identification des biomarqueurs

Préalablement à toute utilisation des biomarqueurs, on cherche à identifier les biomarqueurs et à comprendre leur utilité dans la détection des pathologies. Dans ce cadre, il faut utiliser des méthodes de détection qui permettent de différencier directement les analytes. Par exemple, les protéines peuvent être différenciées à l'aide de leur paramètres physico-chimiques (poids, charges, structure spatiale) en utilisant différents outils de mesures comme les spectromètres (Infrarouge, rayons X, radio (résonance magnétique)) ou

les spectromètres de masse.

Il est important de préciser que l'ensemble des moyens de caractérisation présentés ici nécessitent au préalable de réaliser des étapes complexes d'extraction et de purification présentées auparavant dans la partie 1.3.3. La détection et la quantification automatique et directe des protéines en très faible quantité dans une matrice biologique complexe à l'aide de ces méthodes sont une gageure du fait de l'absence de spécificité de ces techniques. Seule l'utilisation de biorécepteurs présentés en partie 1.4.1.1 assure la spécificité de la mesure dans une matrice d'analytes complexes.

— Chromatographie en phase liquide et spectroscopie de masse

La méthode de détection la plus répandue pour identifier la structure primaire d'une protéine est la spectroscopie de masse couplée à la chromatographie en phase liquide. Les protéines sont préalablement dissociées en peptides, puis la chromatographie en phase liquide permet de dissocier les peptides par leur affinité avec la surface d'une colonne poreuse [23]. Les peptides qui sortent de la colonne poreuse sont détectés à l'aide d'un spectromètre de masse. Les protéines sont identifiées par le type et la quantité de peptides détectés par le spectromètre de masse [27].

— Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge (IR) permet de mesurer le spectre d'absorption d'une molécule. La plage de longueur d'onde utilisée pour ce type de mesure est comprise entre 2.5 et 25 μm . Dans cette bande, l'absorption IR de la molécule correspond à l'excitation des modes vibrationnels et rotationnels induisant la variation du moment dipolaire de la molécule. Les vibrations n'induisant pas de variation du moment dipolaire n'absorbent pas les rayonnements IR. Deux méthodes peuvent être utilisées pour mesurer le spectre d'absorption. La plus intuitive consiste à mesurer le spectre d'absorption en balayant le spectre à l'aide d'éléments dispersifs comme des réseaux ou des prismes. La deuxième méthode de spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR) repose sur l'utilisation d'un interféromètre de type Michelson en sortie de la source qui vient moduler le signal en fonction de la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre. Le signal est collecté à la sortie de l'échantillon lors du balayage d'un des bras de l'interféromètre, pour l'ensemble du spectre optique. Le spectre d'absorption est alors calculé par transformée de Fourier du signal acquis. Aujourd'hui, la majorité des spectromètres commerciaux utilisent la méthode FTIR. Pour des échantillons liquides ou gazeux, le spectre peut être enregistré en transmission. Pour des échantillons solides présentant une forte absorption ou pour des mesures sur films minces, le spectre est enregistré en réflexion. Pour les films minces en particulier, on utilise la Réflexion Totale Atténuée (ATR) : la réflexion totale entre un prisme d'indice optique élevé et le film mince. Lors de la réflexion totale, une onde évanescente pénètre dans le film mince et peut être absorbée [28].

— Spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman repose sur l'observation du décalage en fréquence d'une

onde électromagnétique monochromatique diffusée par un matériau. La diffusion dans un matériau est dominée par la diffusion élastique de type Rayleigh. Quand un photon vient impacter une molécule, un échange d'énergie peut apparaître suite à l'excitation ou à la désexcitation des modes vibrationnels de la molécule ; ce phénomène s'appelle la diffusion Raman. Les spectroscopies Raman et infrarouge permettent toutes les deux de caractériser des molécules par leur énergie vibrationnelle, mais elles sont complémentaires car les modes vibrationnels excités peuvent être différents d'une méthode à l'autre.

— Spectroscopie UV

La spectroscopie UV est utilisée pour déterminer la concentration des protéines ou des peptides en solution. L'origine de l'absorption des protéines dans l'UV (180-280 nm) correspond à l'absorption des liaisons peptidiques présentes dans toutes les protéines et à l'absorption des acides aminés qui varie en fonction de l'acide aminé et de sa place dans la structure. Afin de déterminer la concentration des protéines, les différentes composantes de l'absorption sont étudiées en fonction des longueurs d'onde [29].

La structure secondaire et l'évolution de la conformation d'une protéine peuvent être déterminées à l'aide de la répartition spectrale du dichroïsme circulaire dans l'UV. En effet, les différentes conformations de la structure secondaire ont des pouvoirs rotatoires différents qui permettent de les différencier [30].

— Spectroscopie par rayons X

La diffraction par rayons X est la méthode la plus utilisée pour déterminer les conformations spatiales des protéines avec une précision à l'angström. Cette méthode représente 93% des 125 000 structures (2017) de la banque de données de protéines en ligne (RCSB-PDB) [31]. Cette méthode permet de déterminer les structures secondaires, tertiaires et quaternaires de protéines de grandes tailles contrairement à la Résonance Magnétique Nucléaire qui est limitée aux peptides. Cette méthode nécessite l'utilisation de protéines purifiées et en concentration élevée (5-15 mg/mL), puis leur cristallisation [32]. Les trois principales difficultés rencontrées lors de l'étude d'une protéine par la spectroscopie par rayons X sont : la cristallisation [31] [32], l'obtention des données de diffraction et les méthodes pour traiter les données de diffraction afin d'obtenir les informations sur la structure de la protéine [33].

Les méthodes présentées ci-dessus permettent donc d'identifier et de caractériser les analytes dans les laboratoires de recherche, mais elles présentent des désavantages qui entravent leur utilisation dans le secteur de la santé comme un temps important de préparation des échantillons, une analyse longue et complexe des données de mesures, un coût important des appareils et des procédés non automatisés. Cependant, une fois les biomarqueurs intéressants identifiés, les biorécepteurs correspondants, présentés en section 1.4.1.1, peuvent être fabriqués et les transducteurs optiques à bas coût qui seront présentés en section 1.5, peuvent être utilisés.

1.4 Les transducteurs optiques fonctionnalisables pour la santé

Une fois que des biomarqueurs intéressants ont été identifiés et que des biorécepteurs associés existent, on peut utiliser des transducteurs fonctionnalisés afin de détecter directement un analyte spécifique dans un milieu complexe sans passer par les techniques d'identification complexes présentées en section 1.3.5. Afin de détecter les biomarqueurs, il est nécessaire d'utiliser un transducteur suffisamment sensible pour détecter la variation d'un paramètre physique liée à la présence du biomarqueur.

Les transducteurs optiques qui reposent sur la mesure d'un des paramètre physique (optique) du biomarqueur sont intéressants. Ils permettent de détecter les biomarqueurs dans leur solvant (typiquement un milieu aqueux). Dans ce travail, nous nous intéressons au cas des transducteurs optiques détectant la variation d'indice de réfraction induite par la présence des biomarqueurs à proximité de leur surface [26].

Pour cela, la fonctionnalisation de la surface du transducteur avec les biorécepteurs est souvent nécessaire afin d'assurer la spécificité de la détection par rapport aux autres analytes présents dans le milieu complexe. [34]

1.4.1 Interactions des biomarqueurs dans les transducteurs

Lorsque le biomarqueur à détecter pénètre dans le transducteur, sa détection n'est pas forcément directe. Si la grandeur physique exploitable permet de discriminer les biomarqueurs des autres analytes ou que les biomarqueurs ont été isolés avant leur introduction dans le transducteur, alors il est possible de détecter directement le biomarqueur. Nous avons vu en partie 1.3.3 que l'on cherche souvent à détecter un biomarqueur confondu avec un grand nombre d'analytes aux propriétés physiques similaires. Dans ce cas, il est nécessaire d'isoler le biomarqueur d'intérêt des autres analytes dans le transducteur, on utilise alors des biorécepteurs greffés à la surface du transducteur (par un procédé de fonctionnalisation adapté), qui sont sélectionnés pour se greffer spécifiquement au biomarqueur d'intérêt.

1.4.1.1 Les biorécepteurs

Les biorécepteurs sont des molécules capables de se greffer spécifiquement aux biomarqueurs avec une grande affinité. La spécificité du biorécepteur est sa capacité à se greffer seulement au biomarqueur et pas à d'autres analytes. L'affinité du biorécepteur est la capacité qu'a le biomarqueur à venir se greffer sur lui. Afin de quantifier l'affinité entre le biorécepteur et les autres molécules, on mesure la constante de dissociation à l'aide de techniques de mesures résolues en temps comme la SPR (*Surface Plasmon Resonance* présentée en partie 1.5.3.1). Les anticorps et les aptamères sont les biorécepteurs les plus utilisés pour le greffage protéique :

— Anticorps

Les anticorps sont sélectionnés pour s'attacher spécifiquement à certains antigènes comme les protéines. Dans ce cas on cherche à trouver l'anticorps qui se fixe à la

protéine à étudier (affinité) et pas aux autres protéines (spécificité). Lorsque les anticorps sont fixés à une surface, ils ont la capacité d'immobiliser des corps plus gros (bactérie, virus) que la protéine avec laquelle ils ont l'affinité.

— Aptamères

Les aptamères sont des petits brins d'ADN ou d'ARN. Les aptamères sont utilisés comme alternative aux anticorps, ils sont réputés pour offrir une meilleure spécificité que les anticorps [20]. Les techniques utilisées pour la production et la caractérisation de l'ADN peuvent être adaptées pour les aptamères. Par exemple, la méthode SELEX (*Systematic Evolution of Ligands by Exponential Enrichment*) permet de sélectionner des aptamères possédant une grande affinité avec la protéine à détecter. La méthode SELEX repose sur la purification de séquences aléatoires d'aptamères par leur affinité avec le biomarqueur d'intérêt. Les séquences d'aptamères sont d'abord mises en contact avec le biomarqueur greffé sur une matrice. Après rinçage, seules les séquences d'aptamères possédant une affinité importante avec le biomarqueur sont conservées. La répétition de plusieurs cycles permet de conserver seulement quelques séquences d'aptamères possédant une grande affinité avec le biomarqueur. L'aptamère sélectionné au bout de plusieurs cycles peut facilement être amplifié par les techniques utilisées pour l'amplification de l'ADN comme la PCR. La spécificité de l'aptamère est ensuite testée en observant son affinité avec différentes protéines à l'aide de tests ELISA (*Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay*) ou de la SPR [35]. Cependant leur utilisation est encore récente par rapport aux anticorps, mais l'automatisation de la méthode SELEX permet d'envisager le remplacement des anticorps par des aptamères pour la détection de biomarqueurs [36]. Les aptamères sont donc un sujet d'étude en pleine croissance comme le montre l'augmentation rapide du nombre de publications liées aux aptamères pour la détection depuis les années 1990 en Figure.1.4.

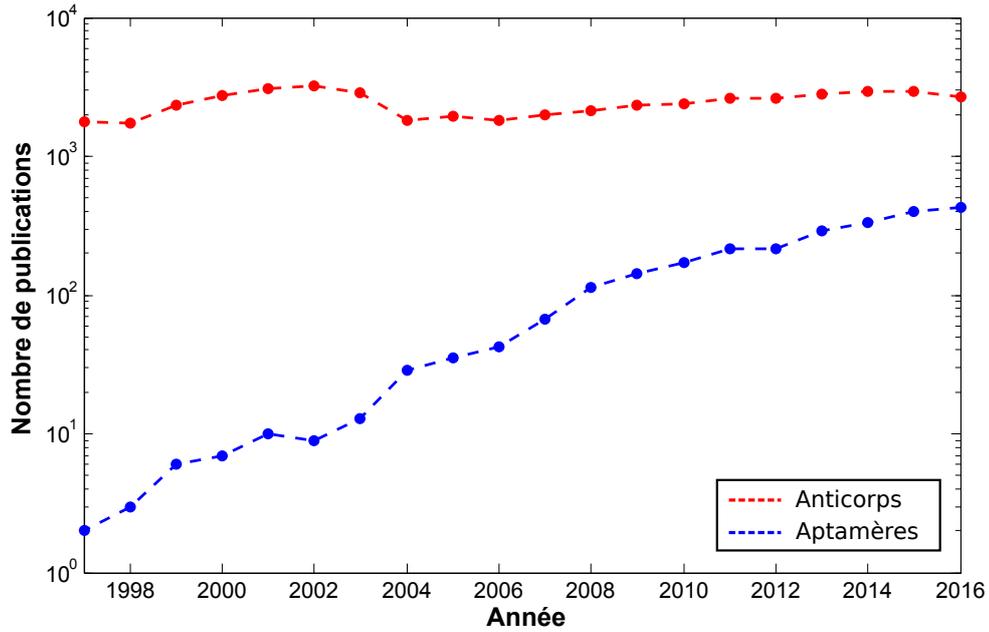


FIGURE 1.4 – Nombre de publications liées à la détection de protéines à l'aide d'anticorps ou d'aptamères depuis une vingtaine d'années.

1.4.1.2 Interactions biorécepteurs-biomarqueurs

— Dynamique de greffage

L'affinité entre le biorécepteur et le biomarqueur est évaluée en étudiant la cinétique d'association-dissociation entre biomarqueurs dont la concentration volumique est notée $[M]$ et biorécepteur greffés à la surface du transducteur dont la concentration surfacique est notée $[R]$ qui forment un complexe biomarqueur - biorécepteur de concentration surfacique $[MR]$, définie par les constantes d'association et de dissociation k_a et k_d [37] :



L'étude dynamique des interactions biorécepteurs-biomarqueurs est réalisée principalement avec la technique de SPR qui permet depuis le début des années 1990 [38] de déterminer les constantes k_a et k_d en observant l'évolution du couplage entre les biomarqueurs et les biorécepteurs en fonction du temps. Cette étude nécessite de bien comprendre les différents paramètres qui peuvent perturber la mesure comme le couplage entre un biorécepteur et plusieurs biomarqueurs, la variation d'indice liée à la présence de la solution contenant les biomarqueurs, et le phénomène de diffusion massique lié au flux de solution. Un graphe caractéristique présenté en Figure 1.5 de la mesure de la dynamique d'interaction entre biorécepteurs et biomarqueurs comprend une phase de montée pendant laquelle une solution contenant les biomarqueurs ($[M]>0$) est mis en contact avec les biorécepteurs greffés. Durant cette étape, les biomarqueurs viennent se greffer sur les biorécepteurs, on a donc une augmentation de la concentration surfacique du complexe $[MR]$, puis une phase d'équilibre apparaît pendant laquelle la cinétique de greffage et de degreffage est

égale. Ensuite, en remplaçant la solution contenant les biomarqueurs par une solution de rinçage ($[M]=0$), une phase de dissociation apparaît pendant laquelle les biomarqueurs se dissocient des biorécepteurs. La dissociation n'est pas nécessairement complète, une étape de régénération avec une solution spécifique peut être nécessaire pour dissocier la totalité des biomarqueurs.

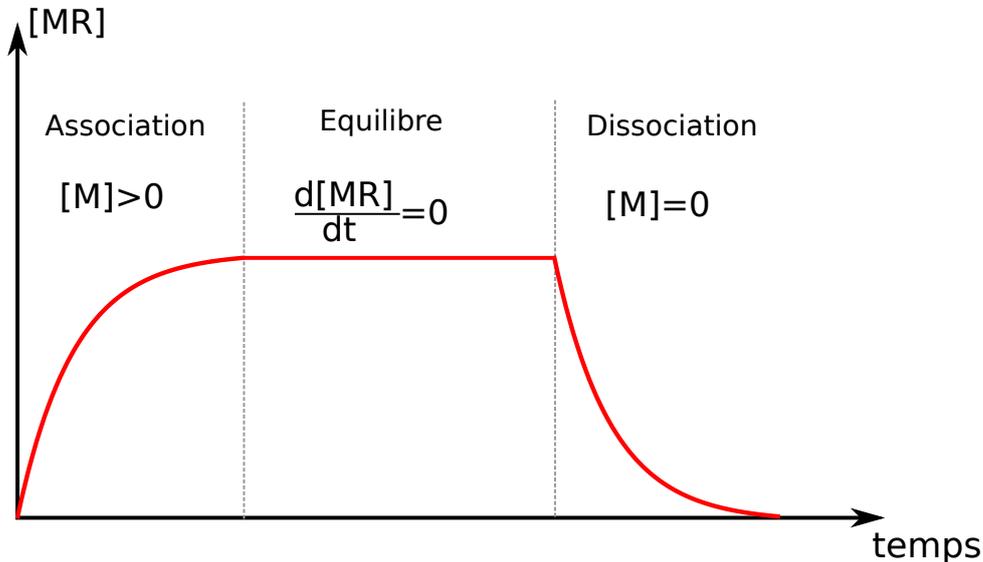


FIGURE 1.5 – Illustration de la cinétique de greffage typique entre biomarqueurs de concentration $[M]$ et biorécepteurs de concentration $[R]$ formant le complexe biomarqueur - biorécepteur $[MR]$

— Spécificité

Afin d'étudier la spécificité du greffage de l'aptamère avec le biomarqueur souhaité, l'affinité du greffage de l'aptamère avec d'autres protéines est alors testée.

— Phénomènes de transport

Pour de faibles concentrations de biomarqueurs, l'étude des phénomènes de transport devient nécessaire. En effet, lorsque la solution contenant le biomarqueur est acheminée au niveau du transducteur, une zone de déplétion plus faiblement concentrée en biomarqueur peut apparaître (Figure 1.6.a)). Elle est liée aux greffage des biomarqueurs, à la plus faible diffusion des biomarqueurs à proximité de la surface, ainsi qu'aux phénomènes de convection forcée [39]. Le phénomène de transport peut avoir une incidence extrêmement importante sur la dynamique de greffage lorsque la géométrie du transducteur complexifie le transport des analytes, comme dans le cas de transducteurs en matériaux poreux tels que le silicium poreux [40, 41]. A l'inverse, lors du rinçage du transducteur à l'aide d'une solution de rinçage, une zone de rétention peut apparaître ; elle modifie la cinétique de dégreffage (Figure 1.6.b)).

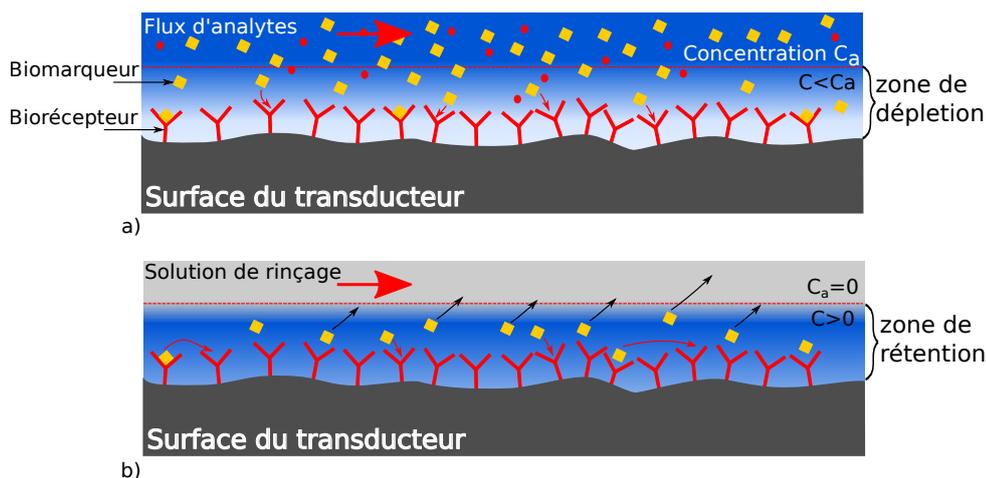


FIGURE 1.6 – Phénomène de transport de masse à la surface du transducteur : a) Appa- rition d'une zone de déplétion en biomarqueur ; b) Présence d'une zone de rétention lors du rinçage [42].

1.4.1.3 Détection surfacique avec marquage

La détection avec marquage présentée en Figure 1.7.a) consiste à détecter un biomar- queur par l'intermédiaire d'un second biorécepteur possédant des caractéristiques optiques facilitant la détection (par exemple un marqueur fluorescent Figure 1.7.a)). Ce second biorécepteur est fixé à l'analyte à détecter après son greffage avec le premier biorécep- teur assurant la spécificité. Les biorécepteurs utilisés possèdent des propriétés colorantes, fluorescentes ou luminescentes. La détection avec marquage est contraignante car elle né- cessite l'utilisation d'un second biorécepteur qui peut modifier l'affinité de l'analyte avec la surface fonctionnalisée du transducteur.

1.4.1.4 Détection surfacique sans marquage

La détection sans marquage ou "label free" présentée en Figure 1.7.b) permet de dé- tecter le biomarqueur isolé à l'aide du biorécepteur par leur interaction avec le signal physique du transducteur. Dans le cas de capteur optique utilisant la détection d'une variation d'indice de réfraction, on détecte directement la présence du biomarqueur par la perturbation de l'indice de réfraction qu'il génère.

1.4.1.5 Détection homogène sans fonctionnalisation

La détection sans fonctionnalisation peut être utilisée lorsque le biomarqueur à dé- tecter possède une signature optique spécifique, ou s'il peut être isolé en solution puri- fiée. Dans le cas des capteurs optiques, cette méthode est principalement utilisée dans la gamme de longueur d'onde du moyen infrarouge pour détecter des gaz et des molécules en solution présentant une signature spectrale facilement identifiable [18]. La détection sans fonctionnalisation est aussi utilisée afin de caractériser des transducteurs optiques fonctionnant en variation d'indice de réfraction sans avoir recours à la fonctionnalisation. On utilise des molécules en solution dont on connaît la variation d'indice de réfraction avec la concentration, comme le glucose ou le sodium [43].

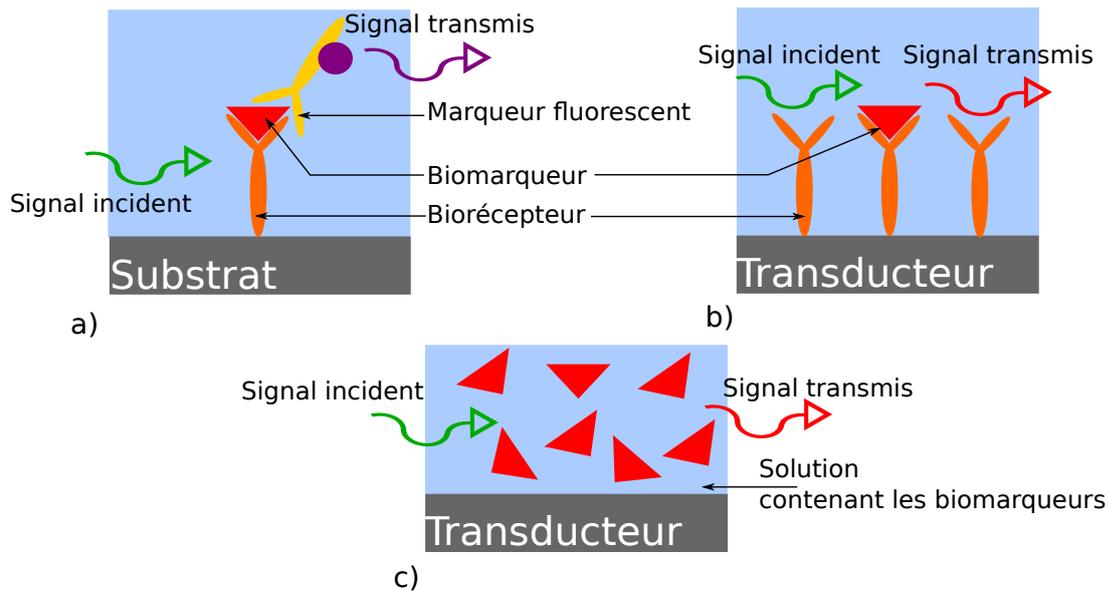


FIGURE 1.7 – a) Détection surfacique avec marquage, b) Détection surfacique sans marquage, c) Détection homogène.

1.4.2 Performances des transducteurs optiques

L'objectif principal des transducteurs optiques est de détecter ou quantifier un analyte dans un échantillon complexe. Parmi les différents paramètres présentés en 1.1.1, les performances en termes de sensibilité et de limite de détection (LD) sont données systématiquement pour un transducteur optique en cours de développement. Ces deux paramètres sont mis en avant car ils permettent de donner la courbe de calibration basique d'un transducteur linéaire et permettent de comparer les transducteurs entre eux, dans le cas où les transducteurs fonctionnent suivant le même principe (pour la sensibilité). De plus, la LD intègre la valeur du bruit du montage expérimental.

Dans le cas de transducteurs commercialisés, la sélectivité et la spécificité sont testées par des laboratoires de biochimie car cette étude nécessite de maîtriser plusieurs processus de fonctionnalisation et de multiplexer les mesures. De même, les temps de réponse et les modèles dynamiques sont étudiés lorsque les transducteurs arrivent à un niveau de maturité suffisant, c'est le cas de la SPR présentée en partie 1.5.3.1.

La sensibilité, présentée en partie 1.1.2.1, correspond au rapport entre la variation du signal optique et la variation de la quantité de biomarqueur. L'unité de la sensibilité dépend du type de variation du signal optique généré par le transducteur, le plus souvent on cherche à détecter une variation en longueur d'onde d'une enveloppe spectrale connue, une variation en intensité pour une longueur d'onde donnée, un décalage de la phase du signal par rapport à une référence.

Dans le cas de la détection d'analytes en solution (détection homogène) dont la concentration C fait varier l'indice de réfraction de la solution n_{sol} suivant une loi pseudo-linéaire, on peut définir une sensibilité en nm/Unité d'Indice de Réfraction (UIR) et une limite de détection en UIR. Cependant, nous verrons en Chapitre 2, partie 2.4.2.1, qu'un capteur sensible à un analyte dilué n'est pas forcément sensible à un analyte greffé avec efficacité car le recouvrement du champ électromagnétique avec les analytes est différent.

Dans le cas de la détection homogène, la LD correspond à la plus petite quantité d'ana-

lytes détectable par le transducteur. La LD est liée à la sensibilité et à l'ensemble des bruits (σ) qui perturbent la mesure du signal passant dans le transducteur par la relation $LD \propto \frac{\sigma}{S}$ présentée en partie 1.1.2.1 [3]. Afin d'améliorer la LD du transducteur on peut chercher à diminuer les bruits du système de mesure ou à augmenter la sensibilité.

Comme les analytes se trouvent souvent en solution, on cherche à définir la variation du signal optique avec la concentration d'analytes et la plus petite concentration d'analytes détectable avec le transducteur. La LD s'exprime alors en unité de concentration (masse par unité de volume (ex : ng/mL) ou masse molaire par unité de volume (ex : nmol/mL)). Dans le cas d'un transducteur fonctionnalisé, le lien entre la concentration d'analytes en solution et la quantité d'analytes greffés peut dépendre du type de transducteur, de la qualité du greffage biorécepteur-biomarqueur (voir section 1.4.1.2), ou de la mesure (voir section 1.4.1.2). Afin de limiter les variabilités liées au greffage du couple biorécepteur-biomarqueur, la LD peut être exprimée en masse d'analytes greffés par unité de surface (ex : $pg.mm^{-2}$).

Dans le cas de transducteurs commercialisés comme la SPR, la relation entre limite de détection surfacique ($pg.mm^{-2}$) et la limite de détection en concentration (mol/L) a été étudiée à l'aide de modèles analytiques de cinétique de greffage, de modèles numériques et de mesures expérimentales [44, 45]. Dans le cas de transducteurs en cours d'étude pour la détection avec des analytes greffés, il est possible de trouver des limites de détection en concentration volumique d'analytes mais la relation entre concentration volumique et concentration surfacique est rarement étudiée du fait de la complexité de la dynamique de greffage et des phénomènes de transport vus en partie 1.4.1.2.

1.5 Etat de l'art des transducteurs optiques

Dans cette partie, un état de l'art des principaux transducteurs optiques est proposé. Cet état de l'art présente quelques transducteurs non intégrés courants ou utilisés commercialement et une liste plus exhaustive des transducteurs optiques intégrés développés pour cette thèse ainsi que les principales techniques de détection optique utilisées. En plus de l'énumération des performances des transducteurs, ils sont comparés à travers 4 critères de performance présentés en partie 1.5.1 afin d'identifier les principaux défis techniques et scientifiques à relever.

1.5.1 Comparaison des transducteurs optiques

Afin de comparer les différents transducteurs optiques, leurs performances sont rassemblées autour de quatre critères notés sur une échelle de 1 à 10 :

— Critère 1 : Multiplexage et compacité

Dans le cas de l'utilisation du transducteur sur une biopuce, la capacité à multiplexer plusieurs transducteurs sur une plateforme technologique compacte permet d'envisager de futures utilisations à bas coût comme les systèmes de mesure *in situ* présentés en partie 1.2.2.3. En effet, l'identification des pathologies par l'intermédiaire des biomarqueurs se fait souvent en analysant la présence et la quantité de

différents biomarqueurs [46]. Il est donc nécessaire de pouvoir les détecter simultanément. La réalisation de mesures multiplexées sur une même plateforme peut être difficile en raison de la taille des transducteurs, de l'interaction des différentes mesures et protocoles de greffage entre eux. Enfin, la plateforme technologique permettant de fournir et analyser le signal optique doit être robuste aux conditions d'utilisation hors du laboratoire. Sur l'échelle présentée, un transducteur dont le multiplexage n'a pas été réalisé a un degré de 1, la démonstration du multiplexage de quelques transducteurs (<10) est notée 5, et la note de 10 correspond à la démonstration d'un très grand nombre de transducteurs multiplexés.

— Critère 2 : Limite de détection

Les nouveaux transducteurs doivent fournir des limites de détection basses, par exemple de l'ordre du pg/mL pour la détection de protéines en faible concentration dans le sang, afin de répondre aux nouveaux défis de détection cités au début du chapitre. La notation de la limite de détection repose sur la comparaison des performances atteintes des différents transducteurs optiques et sur le potentiel d'amélioration de la limite de détection. En particulier, la possibilité de réaliser des transducteurs de référence et des systèmes de transducteurs afin de réduire les bruits de mesure est pris en compte. Un transducteur présentant une faible LD sans potentiel d'amélioration est noté 1 et un transducteur présentant une très faible LD est notée 10.

Afin de faciliter la comparaison entre les transducteurs optiques fonctionnalisés, les limites de détection sont données en concentration massique pour des analytes de type protéique et en UIR pour des solutions. Certains transducteurs optiques présentés sont déjà commercialisés afin d'étudier les interactions ligands-biomarqueurs [47].

— Critère 3 : Dynamique temporelle

L'utilisation du transducteur pour la caractérisation de la dynamique du greffage biomarqueurs-biotraceurs est un atout pour la commercialisation du transducteur. En effet, il permet d'utiliser le même transducteur de la caractérisation du biomarqueur par les équipes de recherche jusqu'à l'utilisation du transducteur dans le secteur de la santé. Cette double application a permis aux techniques commercialisées comme la SPR de pénétrer dans les laboratoires de biochimie puis progressivement dans les laboratoires d'analyses médicales. En particulier, la possibilité de placer facilement le transducteur dans un système microfluidique pour le transport des analytes et la fonctionnalisation directe du transducteur est recherchée. Un transducteur n'ayant pas été testé pour une étude de dynamique est noté 1, la démonstration expérimentale de la mesure de la dynamique de greffage est notée 5 et la commercialisation d'un transducteur permettant la mesure de la dynamique de greffage est notée 10.

— Critère 4 : Simplicité de fabrication

La simplicité de fabrication évalue la capacité à réaliser le transducteur facilement

et à faible coût ainsi que la capacité à l'intégrer sur une plateforme technologique robuste. La fabrication des transducteurs est facilitée lorsqu'ils sont fabriqués à l'aide de technologies déjà en place commercialement. Une des principales difficultés dans l'utilisation des transducteurs optiques est leur capacité à fonctionner et résister aux conditions réelles d'utilisation (notamment leur capacité à être utilisés par des opérateurs non spécialistes). Ces défauts sont souvent liés à la plateforme technologique permettant d'utiliser le transducteur. Un transducteur nécessitant la mise en place de techniques de fabrication non conventionnelles et d'une plateforme technologique expérimentale est noté 1, l'utilisation de méthodes de fabrication éprouvées à grande échelle est notée 5 et l'intégration du transducteur sur une plateforme commerciale est notée 10.

Ces critères ont été choisis car ils sont relativement faciles à déduire à partir de la lecture de publications scientifiques. Cependant, on peut noter que d'autres critères peuvent être pris en compte dans le choix d'une technologie plutôt qu'une autre. En particulier, l'évaluation du coût d'une analyse est particulièrement stratégique afin de définir l'application réelle des biocapteurs. L'évaluation du coût prend en compte le critère 4 de simplicité de fabrication.

Un autre critère d'évaluation intéressant pour connaître le degré d'aboutissement technologique d'un biocapteur et sa possible application commerciale est l'estimation du TRL (Technology Readiness Level). Ce critère n'est pas évalué ; cependant, il sera spécifié si chaque type de biocapteur est déjà commercialisé ou s'approche d'un déploiement commercial.

1.5.2 Les techniques historiques de mesure avec marquage

Bien que les techniques de mesure avec marquage n'utilisent pas de transducteur optique interagissant avec les biomarqueurs, elles représentent une part importante des mesures de caractérisation des interactions biomarqueurs-biorécepteurs. En effet, ces tests reposent sur la capacité à caractériser le greffage biomarqueurs-biorécepteurs par le greffage d'un deuxième biorécepteur lié à une enzyme dont les propriétés optiques sont mesurables (fluorescence, radioactivité...), comme les tests immuno-enzymatique de type ELISA (*Enzyme-Linked Immunosorbent Assay*). Ces techniques sont apparues entre les années 1960 pour la RIA (*RadioImmunoAssay*) [48] et 1970 pour ELISA [49] et sont historiquement les plus vieilles techniques de caractérisation de l'interaction entre un anticorps et un antigène. L'antériorité de leur utilisation par rapport aux transducteurs optiques est liée à la bonne maîtrise des techniques de marquage.

Cependant, il existe plusieurs limitations à ces techniques. La première est la difficulté de la mise en place du protocole de marquage décrite dans la partie 1.4.1.3 qui limite la détection massive de biomarqueurs. Ensuite, l'utilisation des tests de type ELISA demande un protocole expérimental long nécessitant l'intervention de personnels spécialisés et est donc difficile à envisager hors des laboratoires [46].

1.5.3 Transducteurs optiques non intégrés pour la bio-détection

Les transducteurs optiques non intégrés à base de SPR "Surface Plasmon Resonance" (résonance plasmonique de surface) et BLI "BioLayer Interferometry" (Interférométrie de couche biologique) présentés après sont basés sur des technologies différentes de celles développées avec les procédés de fabrication de la micro-électronique. Cependant, du fait de la simplicité de fabrication des transducteurs et des plateformes technologiques associées, ces technologies sont actuellement commercialisées et représentent plus de 75 % des parts de marché des biocapteurs optiques sans marquage [5].

1.5.3.1 Résonance plasmonique de surface (SPR)

La résonance plasmonique de surface est la technologie optique la plus répandue pour détecter des analytes [50]. Elle repose sur l'excitation des plasmons polaritons de surface par un champ électromagnétique à l'interface entre un matériau métallique et diélectrique (présentée en Figure 1.8 [51]). Le greffage des molécules à la surface du substrat métallique induit une variation de l'angle du signal lumineux monochromatique réfléchi (Figure 1.8). Cette technique est disponible commercialement et répandue dans les laboratoires de biochimie [52–54]. L'introduction de transducteurs à base de SPR a permis d'utiliser ce transducteur pour étudier différents types d'interaction : protéines-peptides, protéines-aptamères, cellules, hybridation de l'ADN [55]. L'application commerciale principale de la SPR est l'étude de la dynamique du greffage en observant la réponse du transducteur en fonction du temps, la sélectivité et la spécificité entre biomarqueurs.

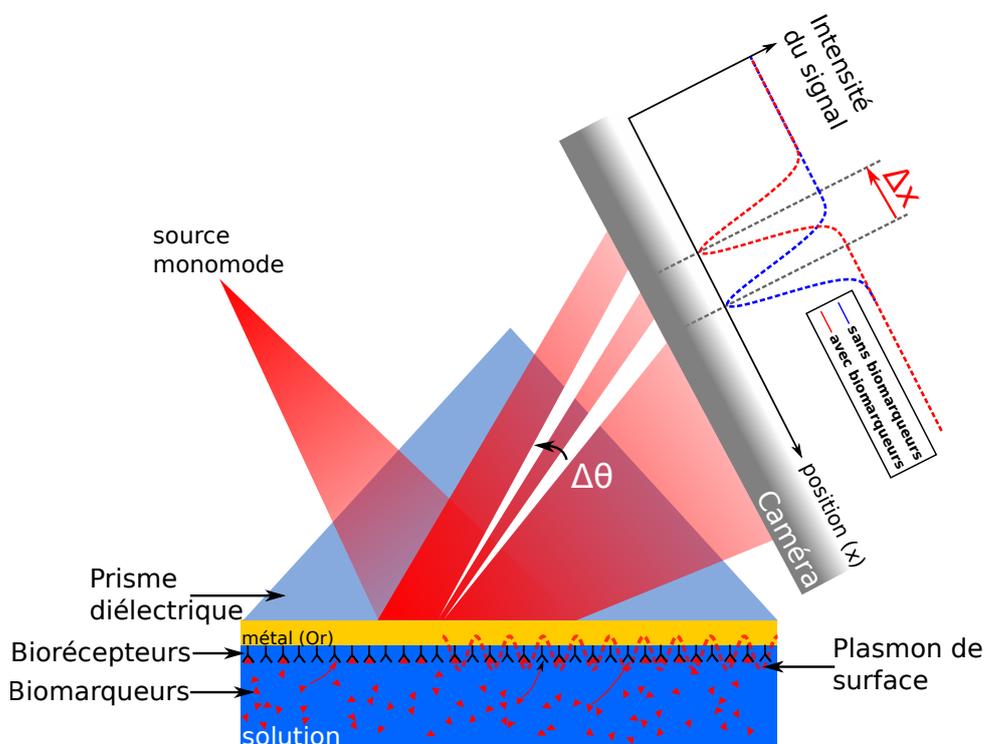


FIGURE 1.8 – Schéma du principe de fonctionnement d'un transducteur SPR [51].

La prévalence de cette technique vient de la facilité de fabrication du transducteur. En

effet, pour la technique de SPR la plus simple, le transducteur est composé d'un prisme en matériau diélectrique comme du verre et d'une couche mince de métal. La plateforme technologique permettant d'utiliser le transducteur est aussi facile à mettre en oeuvre. Les principales configurations du transducteur SPR, leurs limites de détection et leur domaine d'application sont résumés dans [56]. La plateforme de caractérisation des capteurs optiques à base de SPR est plus facile à mettre en place que la plateforme pour les guides intégrés car les contraintes d'alignement de la puce avec les autres éléments optiques sont faibles.

Les efforts de développement de transducteurs à base de SPR se concentrent sur l'étude des interactions avec des matrices planaires de protéines ou d'aptamères. Pour réaliser cette étude, les transducteurs SPR sont miniaturisés en matrices de milliers de transducteurs élémentaires dont la taille peut descendre en dessous de $10 \mu m$. Cette technique SPRi (Surface Plasmon Resonance imaging) permet de détecter les interactions de milliers de paires de biomarqueurs-biorécepteurs. Cette technique intéresse particulièrement le milieu pharmaceutique afin de découvrir de nouvelles molécules en étudiant l'affinité de banques de milliers de molécules en même temps [57].

La technique SPR possède aujourd'hui une forte implantation commerciale dans les laboratoires de biochimie, encourageant le développement de ce type de transducteur dans de nouvelles directions comme la SPRi. Les transducteurs à base de SPR représentent près de 50% des transducteurs commercialisés et présentent la seule technologie commerciale mature en termes de transducteurs optiques intégrés fortement multiplexés (>100 transducteurs). Pour cette raison, ce type de transducteur connaît une période de prévalence commerciale.

Les meilleures performances des capteurs SPR sont résumées dans le tableau 1.1. Les unités utilisées pour la limite de détection ont été présentées dans la partie 1.4.2. On peut noter que les meilleures performances en détection homogène ont été évaluées avec la machine Biacore 2000 autour de 10^{-7} UIR. Pour la détection surfacique, on peut noter la limite de détection volumique de 0.91 pg.mm^{-2} de la molécule BSA qui est une molécule test couramment utilisée en laboratoire [56] et la détection des biomarqueurs CEA (pour la détection des cancers du système digestif) et PSA (cancer de la prostate) [58, 59].

Tableau 1.1 – État de l'art des performances de la SPR

Type de détection	Référence	Année	Molécule détectée	Configuration	LD
Homogène	[54]	2017	..	SPR(Biacore 2000)	10^{-7} UIR
Homogène	[60]	2005	Sucrose	SPRi	5.10^{-6} UIR
Homogène	[61]	2007	NaCl	SPRi	$2,5.10^{-8}$ UIR
Surfacique	[56]	2008	Bovin Serum Albumin (BSA)	SPR	0.91 pg.mm^{-2}
Surfacique	[58]	2006	CarcinoEmbrionic Antigen (CEA)	SPR(Autolab Springle)	0.5 ng/mL
Surfacique	[59]	2004	Prostate Specific Antigen (PSA)	SPR(IBIS 2 (Ibis Technologie))	8 pg.mm^{-2}

Les performances des capteurs à base SPR sont résumées dans le graphique 1.9 selon les critères définis précédemment sur une échelle de 1 à 10. Pour conclure, ces capteurs ont de très bonnes performances tant en limite de détection qu'en dynamique temporelle. Elles sont facilitées par la simplicité de fabrication du dispositif qui a permis d'optimiser

rapidement le capteur. Le multiplexage massif est envisageable grâce à la SPRi.

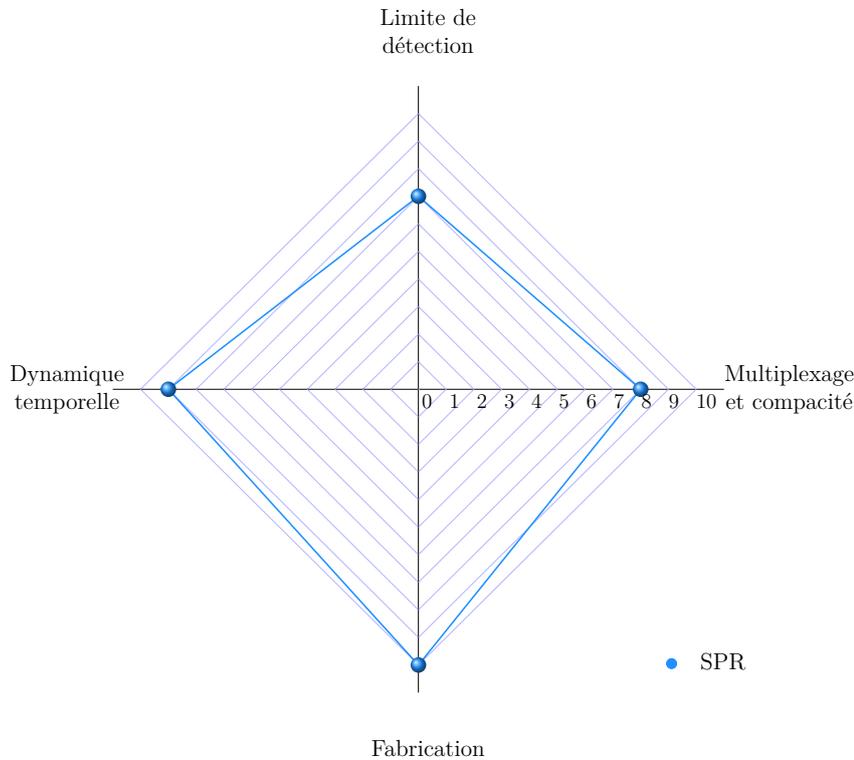


FIGURE 1.9 – Evaluation des critères de performance de la SPR.

1.5.3.2 Interférométrie de couche biologique

La technologie de la fibre optique a inspiré le développement de différents transducteurs parmi lesquels l'interférométrie de couches biologiques. L'interférométrie de couches biologiques (BLI) est un procédé simple de détection par spectroscopie du couplage de molécules cibles sur une surface fonctionnalisée comme le bout d'une fibre optique sur laquelle un filtre optique a été inscrit (présentée en Figure 1.10 [62]). Elle fait appel à un matériel de caractérisation simple et accessible dans les laboratoires de biochimie. De plus cette technique de détection peut être facilement multiplexée afin de détecter différents analytes dans un même échantillon. Cette technique est commercialisée par la société Pall Fortebio (appareil Octet) qui permet de réaliser des études dynamiques de greffage. Le principal inconvénient de cette technique est sa plus faible limite de détection comparée à la SPR (située autour de 10 pg/mL [63] pour les appareils commercialisés présentés dans le tableau 1.2).

La BLI profite aujourd'hui des avancées dans la conception de fibres microstructurées qui facilitent l'interaction entre les biomarqueurs et le champ Électromagnétique (EM) par rapport aux fibres massives [64].

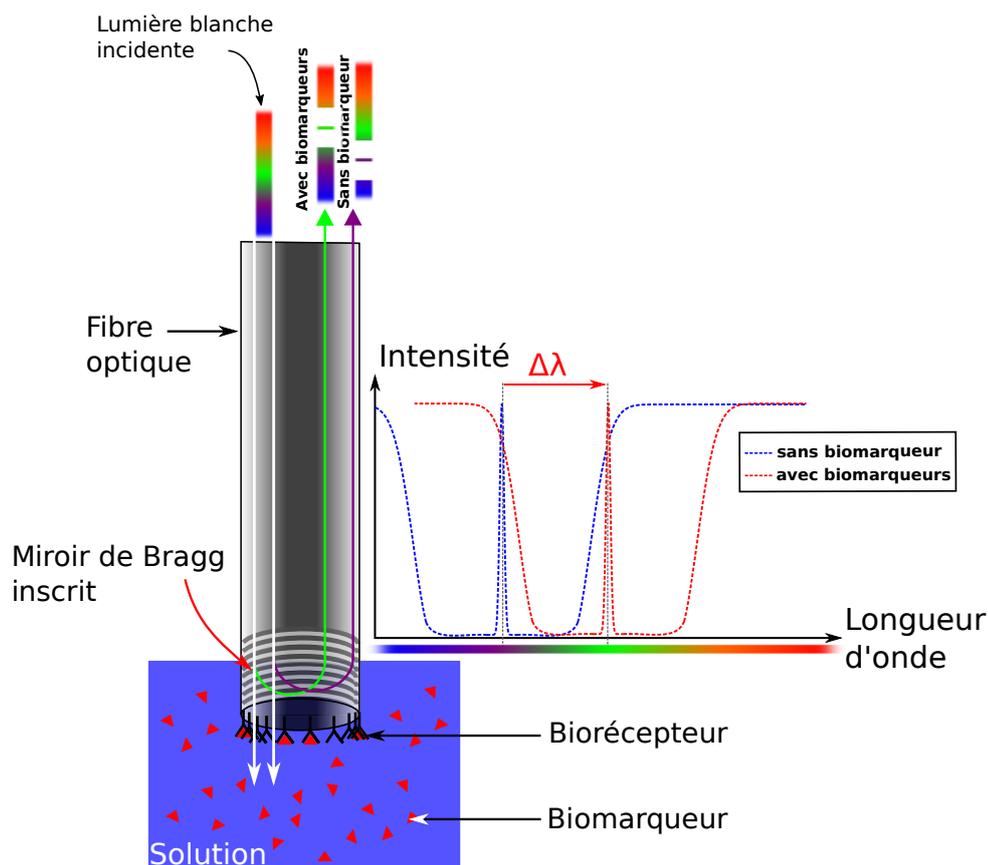


FIGURE 1.10 – Schéma du principe de fonctionnement de l'interférométrie de couches biologiques [63]

Tableau 1.2 – État de l'art des performances de la BLI

Type de détection	Référence	Année	Molécule détectée	Configuration	LD
Surfacique	[65]	2016	Ricin	BLI(Octet RED BLI)	10 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Surfacique	[66]	2012	Mycotoxin Deoxynivalenol	BLI	0.09 mg/kg

1.5.4 Techniques de mesures optiques intégrées

En optique intégrée, la lumière est confinée dans des guides d'onde fabriqués à l'aide de procédés dérivés de la micro-électronique. Les guides d'onde sont des dispositifs permettant de confiner la lumière et de maîtriser sa propagation (les principes physiques permettant le guidage de la lumière dans les guides d'onde sont décrits dans le Chapitre 2 en partie 2.2). Les capteurs optiques à base de guides d'onde offrent un fort potentiel de compacité et de multiplexage.

La technique de détection des différents types de transducteurs optiques intégrés repose sur l'observation des effets de l'interaction entre les biomarqueurs et la lumière se propageant dans les guides d'onde. Cette interaction induit une évolution des propriétés du

guide optique qui peut être mesurée à l'aide du transducteur et de la plateforme technologique le supportant. Parmi les différents types d'interactions lumière-matière disponibles, les transducteurs optiques intégrés utilisant la variation de l'indice de réfraction induite par les biomarqueurs sont décrits après. Ces transducteurs fonctionnent principalement aux longueurs d'onde utilisées pour les télécommunications (proche infrarouge) du fait de la disponibilité du matériel (sources laser, fibres optiques et détecteurs) permettant de compléter le capteur à cette longueur d'onde. Cependant, il existe aussi des transducteurs optiques intégrés utilisant d'autres interactions lumière-matière comme l'effet SERS (*Surface Enhanced Raman Spectroscopy*) ([67]) ou l'absorption (par exemple dans le moyen infrarouge [18]), qui ne sont pas décrits ci-dessous.

La caractérisation et l'utilisation à grande échelle de capteurs optiques intégrés se heurtent à l'alignement des guides avec les autres éléments optiques, notamment l'alignement fibre-guide intégré. En effet, les guides sont souvent de petite taille ($< 1\mu m$) ; il faut donc coupler la fibre en utilisant des fibres "taperisées" ou micro-lentillées [68] et réaliser un alignement sub-micrométrique à l'aide d'éléments piézo-électriques [69]. Les bancs d'alignement automatisés pour l'optique intégrée commencent à apparaître en utilisant des algorithmes d'optimisation de l'efficacité de couplage [69]. La conservation de l'alignement lors du *packaging* est aussi critique, pour cela l'expansion du faisceau du guide à l'aide de *tapers* peut être envisagée ainsi que l'utilisation de réseaux de diffraction [68].

1.5.4.1 Principaux types de guide d'onde utilisés pour la biodétection

Les guides d'onde optiques intégrés sont constitués d'un coeur dans lequel se propage la lumière et d'une gaine de confinement optique déposée sur un substrat plan (souvent un substrat de silicium) fabriqués à l'aide de procédés utilisés pour la microélectronique. Le guidage dans ces structures repose sur la réflexion totale interne (RTI) entre le coeur d'indice optique plus élevé et les autres couches optiques d'indice plus faible et sera présenté dans le Chapitre 2. Les biomarqueurs en solution sont ensuite greffés au niveau du coeur du guide qui a été fonctionnalisé (Figure 1.11). Il est intéressant pour les applications de biodétection d'augmenter l'interaction entre le champ électromagnétique (EM) et les biomarqueurs. En effet, nous allons voir dans le Chapitre 2, dans la partie 2.4.2.1, que la sensibilité des transducteurs intégrés augmente avec l'interaction champ EM-biomarqueurs. Plusieurs structures de guides courantes sont utilisées pour la fabrication des transducteurs pour la biodétection (Figure 1.11). Le guide le plus simple est le guide ridge (Figure 1.11.a)), deux variantes de ce guide ont été proposées spécifiquement pour la biodétection : le guide *slot* (Figure 1.11.b)) qui présente une fente au milieu du guide et le guide ridge suspendu dont la gaine de confinement optique a été gravée (Figure 1.11.c)).

Grâce aux matériaux poreux, des guides poreux permettant l'infiltration des biomarqueurs au sein du coeur du guide ont été proposés (Figure 1.11.d)).

Par la suite, les types de guides utilisés pour les différents transducteurs sont présentés dans l'état de l'art des capteurs optiques intégrés.

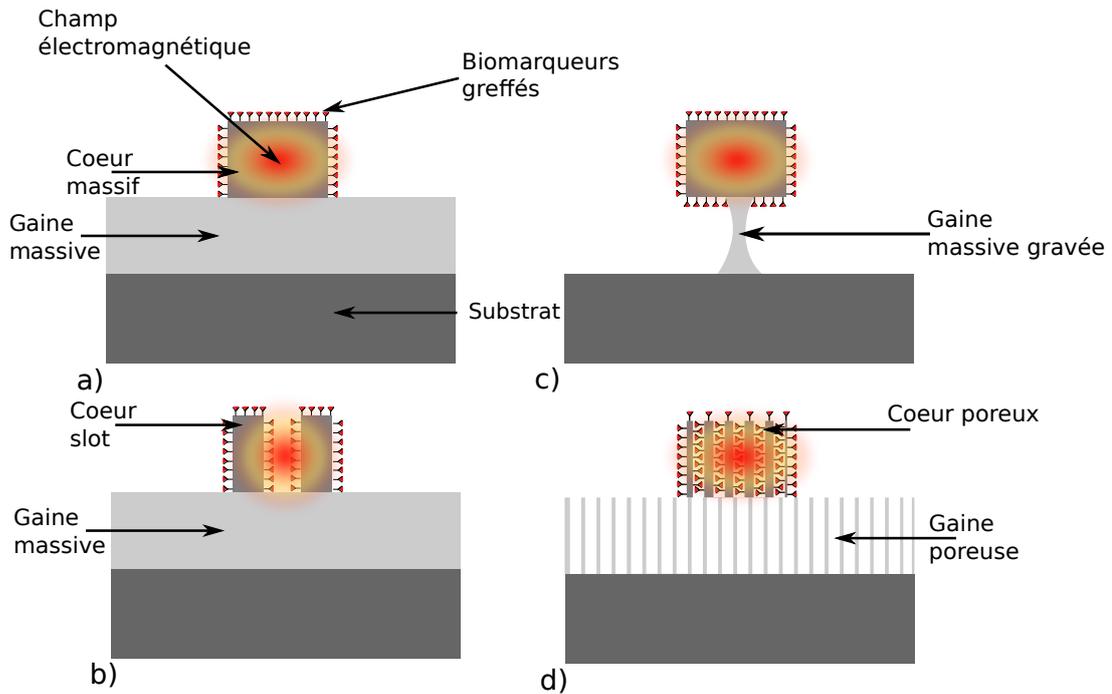


FIGURE 1.11 – a) Guide ridge à cœur massif fonctionnalisé ; b) Guide à cœur slot fonctionnalisé ; c) Guide à cœur suspendu fonctionnalisé ; d) Guide à cœur poreux fonctionnalisé.

1.5.4.2 Matériaux utilisés pour la fabrication des guides intégrés pour les biocapteurs

Les matériaux utilisés pour les capteurs à base de micro-résonateurs sont les matériaux couramment utilisés en optique intégrée comme le silicium, le nitrure de silicium, la silice, les polymères et le silicium poreux.

Les transducteurs basés sur la fabrication de guides en silicium sur silice ou *Silicon On Insulator* (SOI) sont les plus couramment utilisés. Cette technologie a été proposée pour tous les types de transducteurs intégrés présentés dans cette partie et les guides de types slot et cœur suspendu ont été particulièrement investigués. Les transducteurs sur plateforme SOI sont aujourd'hui commercialisés par Genalyte [70]. Les guides en nitrure de silicium possèdent des propriétés optiques proches des guides SOI, leur fabrication est cependant plus flexible que les guides SOI du fait de la possibilité de déposer facilement le nitrure de silicium.

Les transducteurs en polymères peuvent être fabriqués à l'aide de procédés de photolithographie simple et ne requièrent pas l'utilisation de wafers de SOI qui sont plus coûteux. Ces matériaux sont utilisés pour la fabrication de transducteurs intégrés dans le Chapitre 3.

Le silicium poreux est un matériau à part entière pour les applications dans le domaine de la biodétection du fait de sa grande surface spécifique fonctionnalisable qui permet le greffage d'un grand nombre de biomarqueurs [71]. Ce matériau présente plusieurs défis pour la fabrication, la compréhension et l'optimisation de guides pour les applications en biocapteurs. En effet, il est nécessaire de maîtriser sa fabrication par attaque électrochimique afin de réaliser une structure guidante, puis de maîtriser la fabrication des guides

intégrés. La pénétration des biomarqueurs dans la structure poreuse nécessite de bien choisir les paramètres de porosité. Ce matériau est étudié pour la fabrication de transducteur intégré dans le Chapitre 4.

1.5.4.3 Transducteurs interférométriques

1.5.4.3.1 Interféromètres de Young

Les Interféromètres de Young (IY) reposent sur l'observation des franges d'interférences à la sortie d'une jonction Y à l'aide de détecteurs optiques dont le principe est présenté en Figure 1.12. La position des franges dépend de la différence de chemin optique entre les deux bras de l'interféromètre (Figure 1.12). Le chemin optique du bras sensible évolue lorsque des biomarqueurs sont à proximité induisant une évolution de la différence de phase $\Delta\phi$ entre les deux bras du IY. Ainsi l'intensité de sortie I_s évolue en présence de biomarqueurs et l'ajustement du signal I_s expérimental avec la fonction théorique permet de remonter à la quantité de biomarqueurs :

$$\begin{cases} I_s(x) \propto I_i A(x)(1 + \cos(\Delta\phi \cdot x)) & (1.3) \\ \Delta\phi = \frac{2\pi L}{\lambda}(n_{eff,ref} - n_{eff,sens}) & (1.4) \end{cases}$$

avec I_i l'intensité du signal à l'entrée du transducteur, $A(x)$ une fonction caractérisant la décroissance de l'intensité optique liée à l'effet de la diffraction en s'éloignant des guides (tache d'Airy). L la longueur du guide en interaction avec les biomarqueurs (voir Figure 1.12). $n_{eff,ref,sens}$ les indices effectifs (le calcul de l'indice effectif pour un guide d'onde est présenté en Chapitre 2 partie 2.2.3.1) du bras de référence et du bras sensible qui dépendent des indices des matériaux utilisés pour la fabrication des guides et de l'indice des biomarqueurs pour le bras sensible.

Dans le cas de l'IY, l'optimisation du design consiste à améliorer la sensibilité du guide aux analytes, à allonger le chemin optique et à détecter précisément la position des franges.

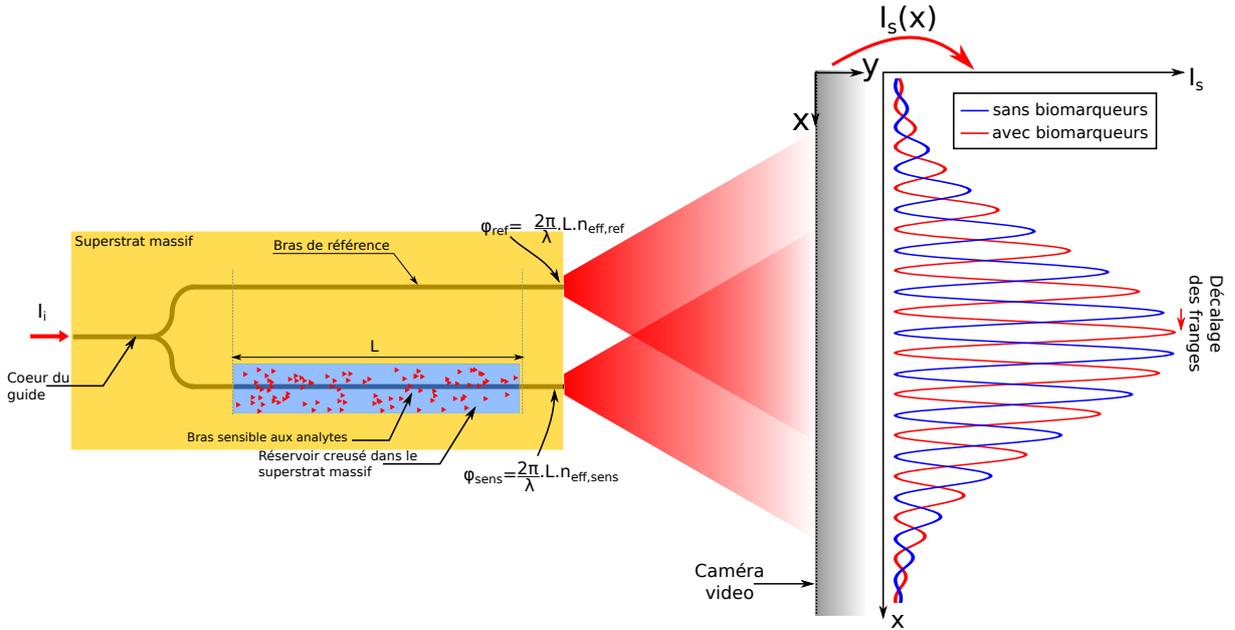


FIGURE 1.12 – Schéma du principe de fonctionnement d'un IY.

Les interféromètres de Young font partie des premiers transducteurs intégrés à très faible limite de détection. En effet, Brandenburg *et al* [72] ont réussi à atteindre une limite de détection de 9.10^{-8} UIR en détection homogène dès 1997. Les IYs reposent sur une géométrie simple et sans motifs nécessitant une faible résolution de photolithographie contrairement aux structures présentées après.

La limite à l'utilisation de ces transducteurs repose sur la capacité à les multiplexer sur une même puce puisque la détection des franges ne se fait que dans un plan perpendiculaire à la clive des guides en sortie de transducteur. De plus, la détection de l'intensité des franges est délicate car il est nécessaire de discriminer les variations d'intensité liées à la présence du biomarqueur des autres variations d'intensité comme la variation du signal de la source, l'évolution du couplage optique ou l'évolution des pertes du guide. Aujourd'hui, cette structure est moins étudiée au profit de structures plus compactes profitant des avantages de l'optique intégrée présentés après.

L'état de l'art des interféromètres IY est donné en tableau 1.3. Dans ce tableau, les matériaux utilisés et la configuration des guides utilisés pour la détection sont présentés. Ils sont couramment utilisés pour la fabrication des guides intégrés et seront détaillés dans le cas des capteurs à base de microrésonateurs intégrés en partie 1.5.4.1 et 1.5.4.2.

Les limites de détection homogène en dessous de 10^{-7} UIR présentées dans le tableau 1.3 sont les plus basses des transducteurs optiques intégrés [72–74]. En détection surfacique, de très basses concentrations surfaciques ($0,02 - 1 \text{ pg.mm}^{-2}$) de molécules IgG (Immunoglobuline) et HSA (Human Serum Albumin) ont pu être détectées [72–74].

Tableau 1.3 – État de l'art des performances des IY

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Configuration	LD
Homogène	[73]	2005	Si_3N_4	Human Serum Albumin (HSA)	guide ridge	6.10^{-8} UIR
Homogène	[72]	2000	$SiO_2/SiON$	IgG en solution	guide ridge	9.10^{-8} UIR
Homogène	[74]	2007	Ta_2O_5	IgG en solution	guide ridge	9.10^{-9} UIR
Surfacique	[73]	2005	SiN	Human Serum Albumin (HSA)	ridge	$0,02 \text{ pg.mm}^{-2}$
Surfacique	[72]	2000	$SiO_2/SiON$	IgG sur APTES	ridge	$0,75 \text{ pg.mm}^{-2}/1, 3.10^{-10} \text{ M}/50 \text{ ng/mL}$
Surfacique	[74]	2007	Ta_2O_5	IgG sur APTES	ridge	$0,013 \text{ pg.mm}^{-2}$

Pour finir, le graphique des critères de performance des IYs est présenté en Figure 1.13. La limite de détection des IYs est très bonne. Cependant, le multiplexage est limité par la détection des franges latéralement au substrat. La fabrication des transducteurs intégrés est facilitée, mais les IYs nécessitent l'utilisation d'une plateforme particulière pour la détection des franges et l'interprétation du signal issu des franges est nécessaire pour remonter à la quantité de biomarqueurs présents sur le transducteur. La dynamique de greffage a été réalisée [72], mais la complexité de la plateforme a été un frein à son déploiement commercial au profit de la SPR.

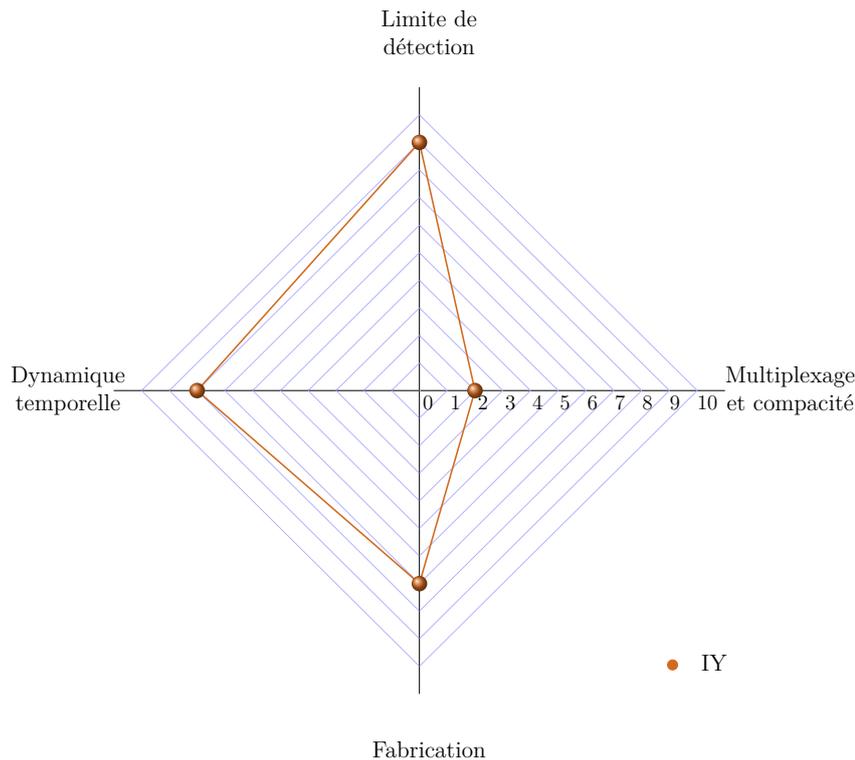


FIGURE 1.13 – Evaluation des critères de performance des IYs

1.5.4.3.2 Interféromètres de Mach-Zehnder

Les Mach-Zehnders (MZs) présentés en Figure 1.14.a) sont des interféromètres séparant puis regroupant le signal lumineux dans deux bras à l'aide de jonctions Y. La

différence de chemin optique entre les deux bras fait apparaître un déphasage entre les ondes lumineuses se propageant dans chacun des bras comme dans le cas de l'interféromètre d'Young. Pour une onde monochromatique, l'intensité en sortie du MZ I_s renseigne sur la présence de biomarqueurs sur le bras sensible (Figure 1.14.b)). En effet, elle est proportionnelle à l'intensité en entrée I_i du MZ et à la différence de phase $\Delta\phi$ entre les deux bras du MZ :

$$\begin{cases} I_s \propto I_i \cos(\Delta\phi) & (1.5) \\ \Delta\phi = \frac{2\pi L}{\lambda} (n_{eff,ref} - n_{eff,sens}) & (1.6) \end{cases}$$

avec $n_{eff,ref,sens}$ les indices effectifs (le calcul de l'indice effectif pour un guide d'onde est présenté en Chapitre 2 partie 2.2.3.1) du bras de référence et du bras sensible qui dépendent des indices des matériaux utilisés pour la fabrication des guides et de l'indice des biomarqueurs pour le bras sensible.

Afin d'augmenter l'interaction entre analytes et lumière, l'optimisation du transducteur est la même que dans le cas de l'interféromètre d'Young. L'augmentation du chemin optique avec des guides mesurant plusieurs centimètres est une des stratégies pour améliorer la sensibilité [75].

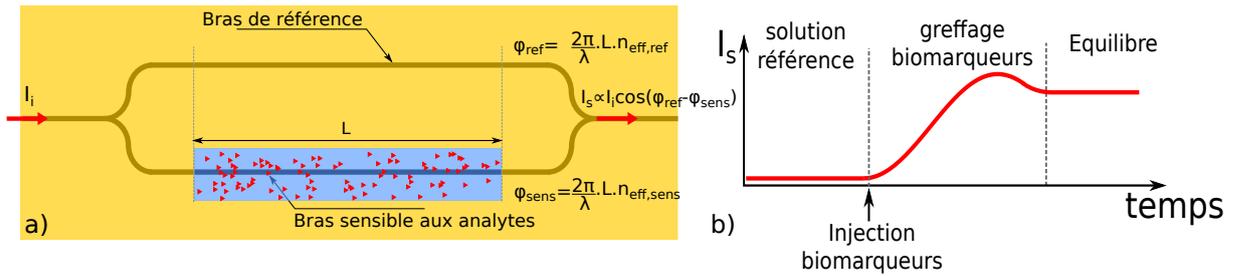


FIGURE 1.14 – a) Schéma du principe de fonctionnement d'un capteur Mach-Zehnder ;b) Réponse d'un capteur Mach-Zehnder.

Les interféromètres de MZ peuvent être multiplexés sur une puce et le couplage fibre-guide peut être réalisé par réseau pour relâcher les contraintes d'alignement [76]. La présence d'un guide d'accès en entrée et en sortie du MZ rend ce transducteur plus compact que l'interféromètre de Young. Cependant l'empreinte sur la puce d'un transducteur reste importante en raison de la longueur importante des bras de l'interféromètre.

Des MZs à base de fibre optique ont aussi été réalisés et permettent d'effectuer différents types de mesure liés à la variation de l'indice de réfraction d'une fibre optique : capteur de température, de contrainte mécanique [77]. Les Mach-Zehnders intégrés en SOI ou polymères [78, 79] ont aussi été utilisés comme transducteurs optiques pour mesurer des déplacements angulaires des analytes en solution [79] ou des analytes greffés [78].

Les performances en détection des MZs sont présentées dans le tableau 1.4. Une réelle réflexion sur la fabrication des guides a été réalisée pour ce type de transducteur avec la fabrication de guides de type *slot* (présentés en partie 1.5.4.1) qui améliorent la sensibilité du transducteur [80, 81].

Les performances des MZs sont proches de la SPR avec des LDs homogènes jusqu'à 10^{-7} [75] et des LDs surfaciques de l'ordre de 1 pg.mm^{-2} [81].

Tableau 1.4 – État de l'art des performances des MZs

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Configuration	Sensibilité	LD
Homogène	[81]	2012	Si_3N_4	NaCl	slot	$17302\pi/UIR$	$1,29 \cdot 10^{-5}$ UIR
Homogène	[75]	2012	SiO_2/Si_3N_4	ethanol	ridge	..	$1 \cdot 10^{-7}$ UIR
Surfacique	[81]	2012	Si_3N_4	poly (sodium-4-styrenesulfonate)/ poly (allylamine hydrochloride)	slot	$7,16 \cdot 10^{-3} nm/(pg \cdot mm^{-2})$	$1,30 pg \cdot mm^{-2}$
Surfacique	[80]	2013	Si_3N_4	biotin/streptavidin	slot	$1864\pi/UIR$	$1 pg/mL / 18,9 fM$

Les différents critères de performance des MZs sont résumés dans le graphique 1.15. Le multiplexage est amélioré par rapport au IY, mais reste limité par la nécessité de réaliser des bras d'interféromètres longs pour améliorer la sensibilité. La limite de détection est proche de celle mesurée avec la SPR. La dynamique temporelle est mesurable après traitement du signal en sortie du MZ. Pour la fabrication, le MZ profite des techniques de fabrication en salle blanche. Cependant, pour une détection avec une onde monochromatique, la stabilité mécanique du couplage est critique pour limiter les bruits d'intensité qui peuvent fausser la lecture.

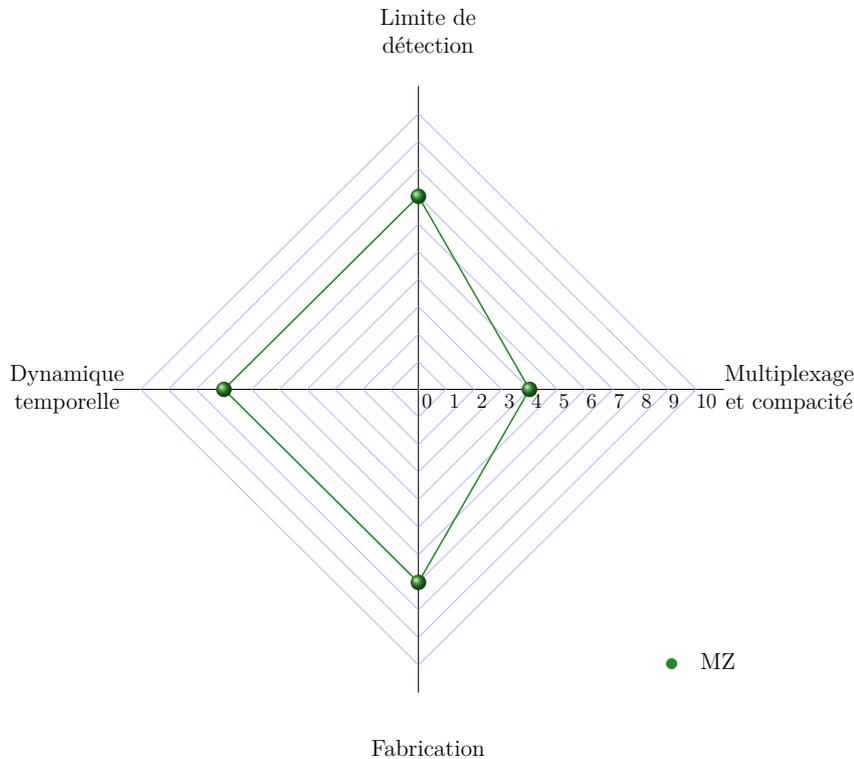


FIGURE 1.15 – Evaluation des critères de performance des MZs.

1.5.4.4 Les transducteurs résonants

Les transducteurs présentés après (cristaux photoniques en partie 1.5.4.4.1 et structures résonantes circulaires en partie 1.5.4.4.2) sont utilisés afin de générer des pics de résonances à certaines longueurs d'onde dont l'*extremum* se décale lorsque des biomarqueurs viennent se greffer sur leur surface fonctionnalisée (Figure 1.16).

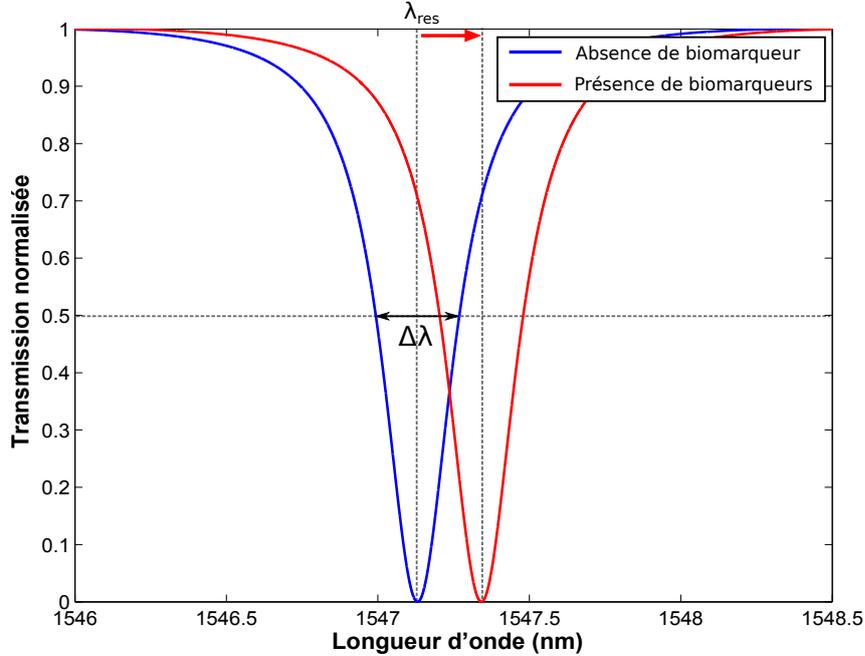


FIGURE 1.16 – Décalage en longueur d'onde de la résonance d'un résonateur en présence d'analytes.

Une des propriétés essentielles de ces structures est la largeur à mi-hauteur $\Delta\lambda$ (Figure 1.16) de la résonance qui est normalisée avec la longueur d'onde de la résonance λ_{res} à l'aide du facteur de qualité (Q) :

$$Q = \frac{\lambda_{res}}{\Delta\lambda} \quad (1.7)$$

L'augmentation du facteur de qualité Q de la cavité correspond donc à une réduction de la largeur à mi-hauteur de la résonance. Il a été montré que dans le cas de transducteurs optiques intégrés, la LD est proportionnelle aux bruits du montage expérimental σ et inversement proportionnelle au facteur de qualité Q et à la sensibilité (S) de la structure [82] :

$$LD \propto \frac{\sigma}{Q \cdot S} \quad (1.8)$$

L'optimisation des transducteurs à base de cavités afin de diminuer la LD correspond à l'augmentation du facteur de qualité et de la sensibilité et/ou à la diminution des bruits du montage expérimental. Comparées à celles des transducteurs interférométriques de type MZ, les LDs des transducteurs à base de cavités ne dépendent pas de la longueur physique de l'interféromètre, ce qui permet de gagner en compacité. Cependant l'optimisation du facteur de qualité ou la diminution des bruits passe par une complexification du banc

de caractérisation (utilisation de spectromètres à haute résolution, stabilisation piézoélectrique et thermique) qui peut être préjudiciable pour le développement de plateformes commerciales à bas coût.

1.5.4.4.1 Le cas particulier des transducteurs à base de cristaux photoniques

Les transducteurs à base de cristaux photoniques (CP) (Figure 1.17.a) sont présentés parmi les transducteurs optiques intégrés. En effet, ils sont fabriqués à l'aide des mêmes techniques que les autres transducteurs intégrés. Cependant, la structuration particulière des matériaux et l'approche théorique nécessaire pour concevoir les guides et les transducteurs à base de CPs sont différentes de celles des autres transducteurs à base de guides d'onde présentés en partie 1.5.4.1 reposant sur la réflexion totale interne.

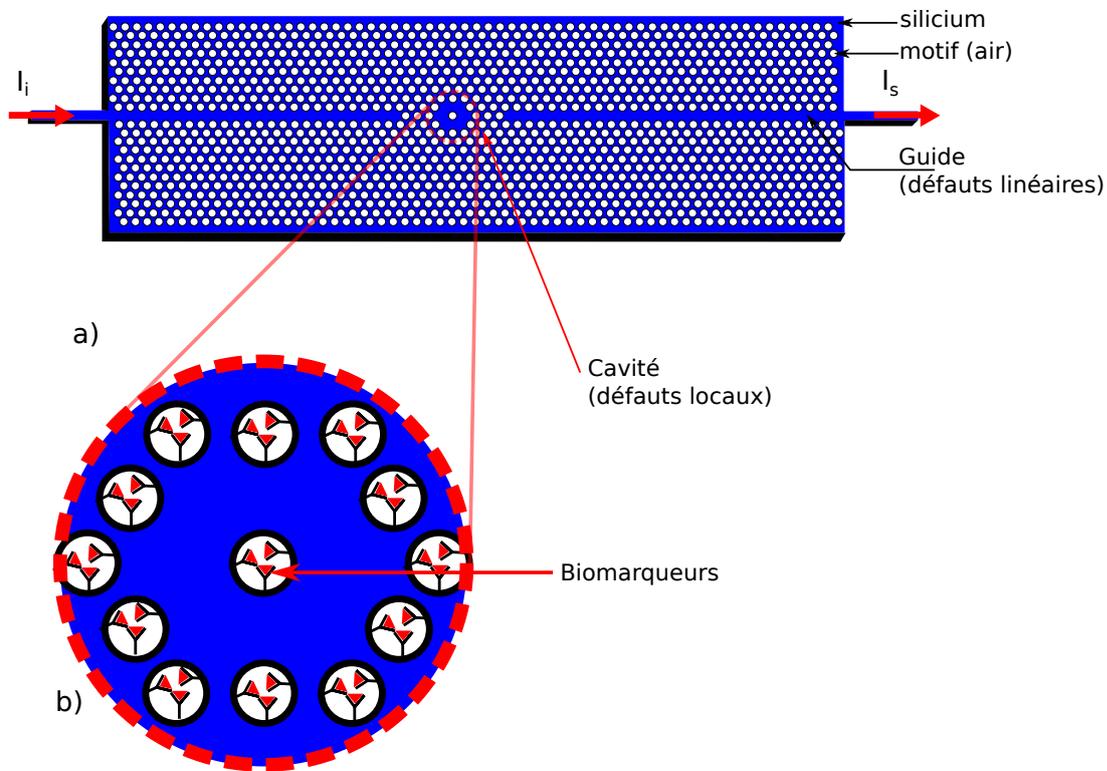


FIGURE 1.17 – a) Résonateur à cristal photonique. b) Greffage des biomarqueurs dans les motifs d'air du cristal dans le résonateur.

Les Cristaux Photoniques (CP) présentent une structure diélectrique périodique dont les périodes sont inférieures à la longueur d'onde de la lumière à guider. Similairement à un matériau cristallin dont on évalue le diagramme de dispersion pour les électrons, on peut évaluer le diagramme de dispersion du CP pour le champ EM. Le diagramme de dispersion peut présenter des bandes interdites, qui sont des fréquences pour lesquels la propagation dans le CP est impossible quel que soit la direction du vecteur d'onde du champ EM. Les cristaux photoniques les plus simples (1D) sont des empilements de couches minces diélectriques périodiques dont l'épaisseur caractéristique est calculée pour

réaliser des filtres et miroirs diélectriques.

Le développement de nouveaux outils de lithographie, comme la lithographie par faisceaux d'électrons, a permis de concevoir des cristaux photoniques 2D réalisés par la texturation de surface de *wafers* semiconducteurs SOI (Silicon On Insulator). La propagation de la lumière peut être manipulée en choisissant correctement la période, la taille et l'organisation des motifs diélectriques élémentaires dont la taille caractéristique (a) est plus faible que la longueur d'onde utile ($a \ll \lambda$). Le fort développement des transducteurs à CPs 2D et 3D a aussi été possible par la simulation de ces structures par exemple avec la méthode de "*Finite Difference Time Domain*" (FDTD) 3D qui requiert une puissance de calcul importante [82].

La présence de défauts dans la structure permet la propagation de la lumière qui est interdite ailleurs. La lumière peut par exemple être guidée suivant la direction de défauts introduits linéairement dans le CP (voir Figure 1.17.a)). De même, des structures résonantes de taille très faible peuvent être réalisées en introduisant des défauts locaux (Figure 1.17.a)). Ces cavités peuvent présenter de forts taux de confinement, ce qui facilite l'interaction entre les biomarqueurs et le champ EM (Figure 1.17.b)) et sont intéressantes pour réaliser des transducteurs de forte sensibilité. Une revue des avancées des cristaux photoniques a été présentée dans [82], ainsi qu'une revue des différentes configurations de cavités utilisées dans les transducteurs à base de CPs les plus récents.

Les cavités optiques à base de CPs sont caractérisées par le décalage en longueur d'onde induit par la présence des biomarqueurs présentés en partie 1.5.4.4 et par leur facteur de qualité qui permet d'estimer leur LD.

Dans le cas des CPs, les principales limites du transducteur correspondent aux incertitudes de fabrication. La position et la taille des trous du cristal sont maîtrisées à l'échelle de quelques nanomètres ce qui génère des pertes radiatives importantes qui limitent le facteur de qualité de la cavité à 10^4 [82].

L'état de l'art des transducteurs à base de CPs est donné dans le tableau 1.5. La plateforme SOI est majoritairement utilisée pour la fabrication des CPs du fait de la bonne maîtrise des procédés de fabrication liés à cette technologie et de la possibilité de réaliser des CPs suspendus en gravant la silice.

Les performances en détection homogène ont été testées avec des solutions de glucose [83, 84] et permettent d'atteindre des LDs en dessous de 10^{-5} UIR. En détection surfacique, le couple avidine-biotine couramment utilisé pour les tests de fonctionnalisation a été utilisé avec des transducteurs à base de CPs avec une LD jusqu'à $0,8 \text{ pg.mm}^{-2}$ [85].

Tableau 1.5 – État de l'art des performances des transducteurs à base de CPs

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Q	Sensibilité	LD
Homogène	[86]	2004	SOI	solution de glycérol	400	200 nm/UIR	$2 \cdot 10^{-2}$ UIR
Homogène	[84]	2009	SOI	solution de glucose	50000	1538 nm/UIR	$7,8 \cdot 10^{-6}$ UIR
Homogène	[87]	2009	SOI	BSA+antibiotin	20 pM
Surfacique	[88]	2014	SOI	avidine+biotine	14000	..	$3,35 \text{ pg.ml}^{-1}/20 \text{ fM}$
Surfacique	[85]	2012	SOI	avidine+biotine	9300	..	$0,8 \text{ pg.mm}^{-2}$

Les différents critères de performances des CPs sont résumés dans le Graphique 1.18

De manière générale, les transducteurs à base de CPs sont difficiles à concevoir et requièrent l'utilisation de procédés de fabrication permettant une très bonne résolution de gravure. La précision de fabrication au regard de la taille des motifs à obtenir limite encore aujourd'hui leur performances en limite de détection.

Récemment, les transducteurs à base de CPs se diversifient et sont couplés à la SPR afin d'améliorer l'interaction champ EM-biomarqueurs. De plus, des montages expérimentaux de type "*imaging*" sont étudiés, ils sont similaires aux montages utilisés pour les transducteurs de type SPRi présentés en partie 1.5.3.1 qui ne nécessitent plus d'utilisation de guides intégrés et de couplage de précision [89].

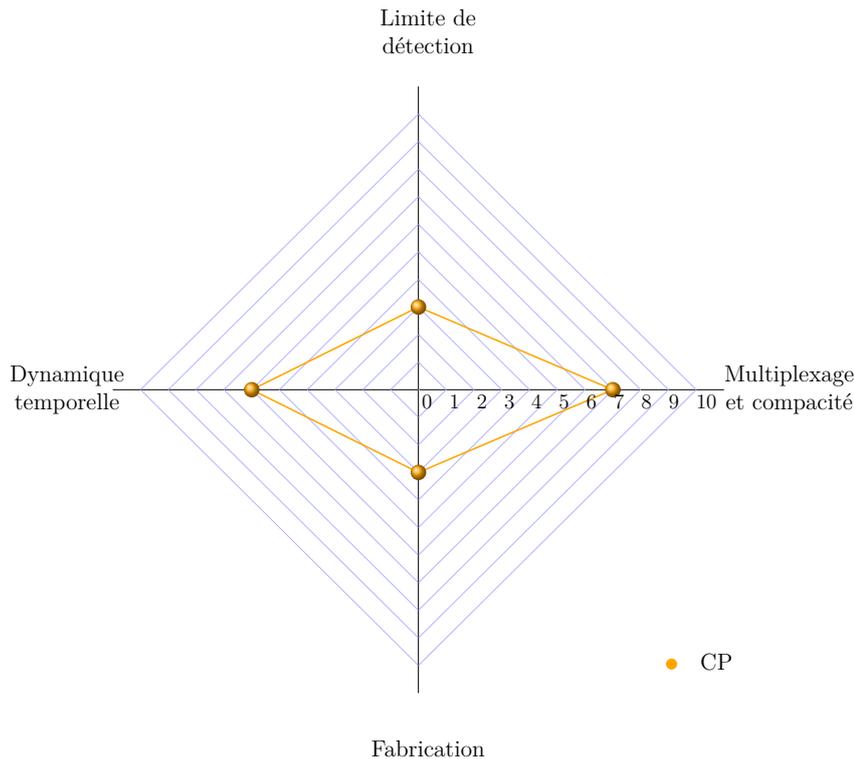


FIGURE 1.18 – Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de CPs.

1.5.4.4.2 Structures résonantes à modes de galerie

Dans cette partie nous regroupons les structures résonantes circulaires à modes de galerie dont l'utilisation pour la transduction optique présente des similarités. Les deux principales structures circulaires sont les microdisques (Figure 1.19.a)) et les microsphères (Figure 1.19.b)). Du fait de leur forme, ces structures permettent de confiner la lumière et de la faire circuler autour d'une trajectoire circulaire. La circulation de la lumière dans la structure puis le couplage avec un guide d'accès sont à l'origine d'interférences qui dépendent des paramètres géométriques de la structure et des propriétés physiques des matériaux utilisés.

Les interférences générées après la propagation de la lumière dans ces structures prennent la forme de pics d'interférence dans le spectre en sortie du guide d'accès qui se déplacent lorsque des biomarqueurs se trouvent à proximité. La technique de détection par décalage en longueur d'onde présentée en partie 1.5.4.4 est donc fréquemment utilisée pour les tests de transduction.

Les techniques de fabrication et les performances de ces structures pour la détection sont variées et permettent d'envisager des applications différentes pour chaque dispositif.

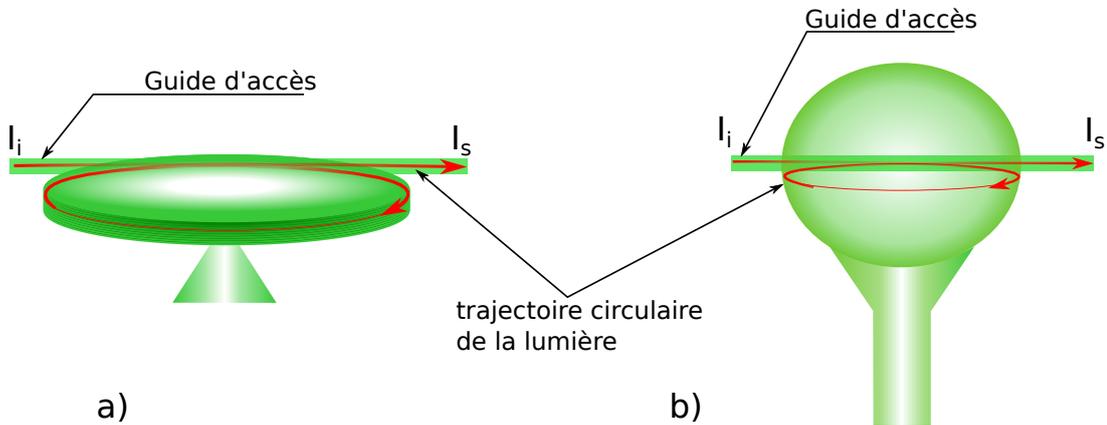


FIGURE 1.19 – b) Illustration d'un Microdisque ; a) Illustration d'une Microsphère .

1.5.4.4.3 Les microdisques

Les microdisques (Figure 1.19.a)) sont des structures en forme de disques intégrés sur un substrat et reposant sur un piédestal. Ils sont couplés à l'aide d'un guide intégré ou d'une fibre "taperisée". Des modes de galerie "Whispering gallery Mode" (WGM) se propagent dans le microdisque et des pics de résonances apparaissent pour certaines longueurs d'onde. L'utilisation des microdisques nécessite de comprendre la propagation des modes de galeries, de maîtriser le couplage entre le microdisque et le guide d'accès et de maîtriser la fabrication du disque (notamment la gravure sélective du piédestal qui soutient le microdisque).

L'état de l'art des performances des MDs est présenté en tableau 1.6. Globalement, les microdisques sont moins étudiés pour la biodétection du fait de la complexité de leur fabrication. La détection homogène de solution de glucose et de NaCl a été réalisée [90–92] et la détection surfacique de molécules de BSA a été testée [90]. Les limites de détection présentées dans l'état de l'art du tableau 1.6 sont souvent sur-estimées car une définition différente de la LD est souvent utilisée [90].

Les microdisques sont souvent proposés comme source laser puisqu'ils présentent un fort facteur de qualité qui permet d'augmenter l'intensité du signal dans la structure. De ce fait, des schémas de détection par mesure de la variation de la longueur d'onde d'émission du laser ont aussi été proposés [93].

Tableau 1.6 – État de l'art des performances des transducteurs à base de MDs

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	facteur de qualité	Sensibilité	LD
Homogène	[94]	2007	SiN_x	Sucrose	–	$3,1 \cdot 10^4$	10^{-5} UIR
Homogène	[90]	2013	SOI	NaCl	142 nm/UIR	$3,3 \cdot 10^4$	$6,8 \cdot 10^{-4}$ UIR
Homogène	[91]	2013	SOI	NaCl	400 nm/UIR	10^4	$3,3 \cdot 10^{-4}$ UIR
Homogène	[92]	2002	SOI	Glucose	–	$0,5 \cdot 10^4$	10^{-4} UIR
Surfacique	[95]	2010	SiN_x	biotine/streptavidine	$7 \cdot 10^3$	2,5 nm/(ng/mL)	30 ng/mL

Les performances des MDs sont résumées dans le graphique 1.20. Globalement, une bonne limite de détection peut être atteinte avec ces transducteurs grâce à leur bon facteur de qualité. Cependant, la dynamique temporelle et le multiplexage de ces transducteurs nécessitent de construire une plateforme de caractérisation spécifique. De plus, des précautions d'utilisation particulières doivent être envisagées pour assurer la tenue mécanique de ces transducteurs suspendus. Enfin, la fabrication de ces transducteurs nécessite de maîtriser la fabrication du piédestal, ce qui limite la gamme de matériaux envisageables.

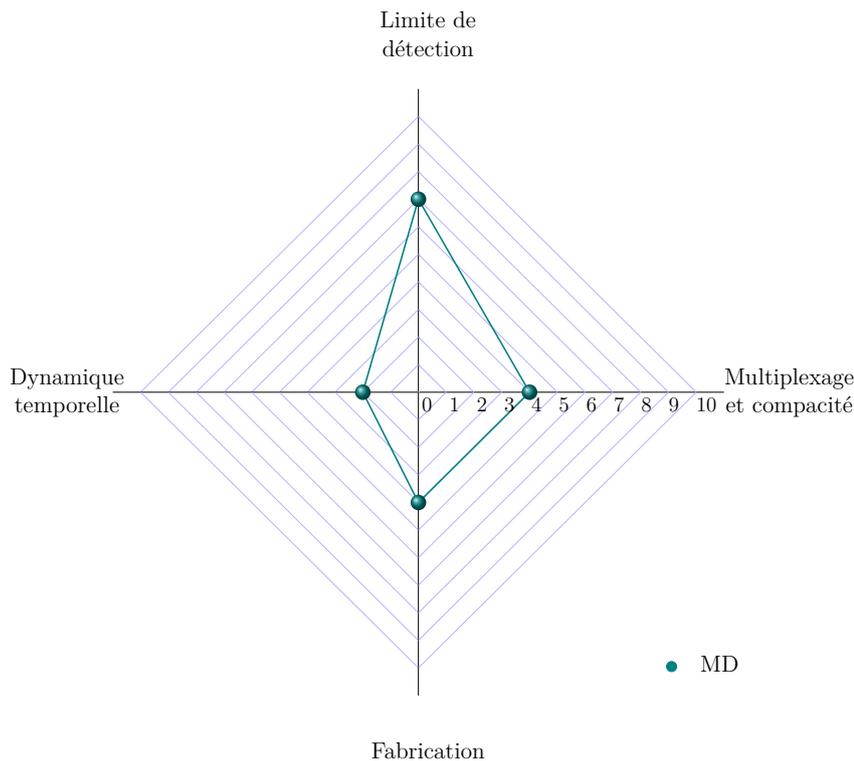


FIGURE 1.20 – Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MDs.

1.5.4.4.4 Les microsphères

Les microsphères (Figure 1.19.b)) sont des billes formées par des procédés différents de ceux utilisés en optique intégrée. Elles sont souvent collées ou soudées sur le bout d'une fibre optique afin de faciliter leur préhension. La méthode de fabrication différente des

procédés micro-électroniques classiques, rend la fabrication des microsphères à grande échelle plus difficile.

Comme les microdisques, elles peuvent être couplées par évanescente avec des guides d'onde intégrés ou des fibres "taperisées". Les microsphères sont les résonateurs pouvant présenter les facteurs de qualité les plus élevés allant jusqu'à plus de 10^{10} [96].

Leur facteur de qualité rend leur réponse optique très sensible à la présence d'un analyte grâce à l'apparition de phénomènes thermo-optiques importants liés à la forte densité de champ EM dans la microsphère et à la précision de la mesure de la position des pics de résonance.

Les performances en détection des microsphères sont résumées dans le tableau 1.7, la détection homogène atteint 10^{-7} UIR [97] et la détection surfacique 6 pg.mm^{-2} [98] grâce à une très bonne maîtrise des caractérisations optiques permettant de contrebalancer la faible sensibilité des transducteurs. De plus, la forte densité de champ fait apparaître un phénomène de capture correspondant à une force d'attraction à proximité du capteur [99], qui facilite le greffage des molécules et s'ajoute aux autres phénomènes de transport présentés précédemment en partie 1.4.1.2. La détection d'une molécule unique par fonctionnalisation d'une microsphère est aujourd'hui envisagée [100]. De premières expériences de mesures dynamique de greffage ont été réalisées [101].

Tableau 1.7 – État de l'art des performances des transducteurs à base de MS

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Configuration	Sensibilité	LD
Homogène	[97]	2007	SiO_2	éthanol en solution	1 MS	30 nm/UIR	10^{-7} UIR
Surfacique	[101]	2011	SiO_2	streptavidin	1 MS	..	1 nM
Surfacique	[98]	2003	SiO_2	ADN (11-mer)	2 MS en série	..	6 pg.mm^{-2}

Les performances des transducteurs à base de microsphères sont résumées dans le graphique 1.21. Ces transducteurs permettent d'atteindre une très bonne limite de détection et un suivi temporel fin de la réponse de la microsphère permet de détecter le greffage de quelques biomarqueurs [100]. Cependant, ces transducteurs sont difficilement envisageables pour une utilisation fortement multiplexée pour la détection simultanée de multiples biomarqueurs différents. De plus, la fabrication et la mise en place des microsphères sont spécifiques à ce transducteur et limitent leur industrialisation à grande échelle.

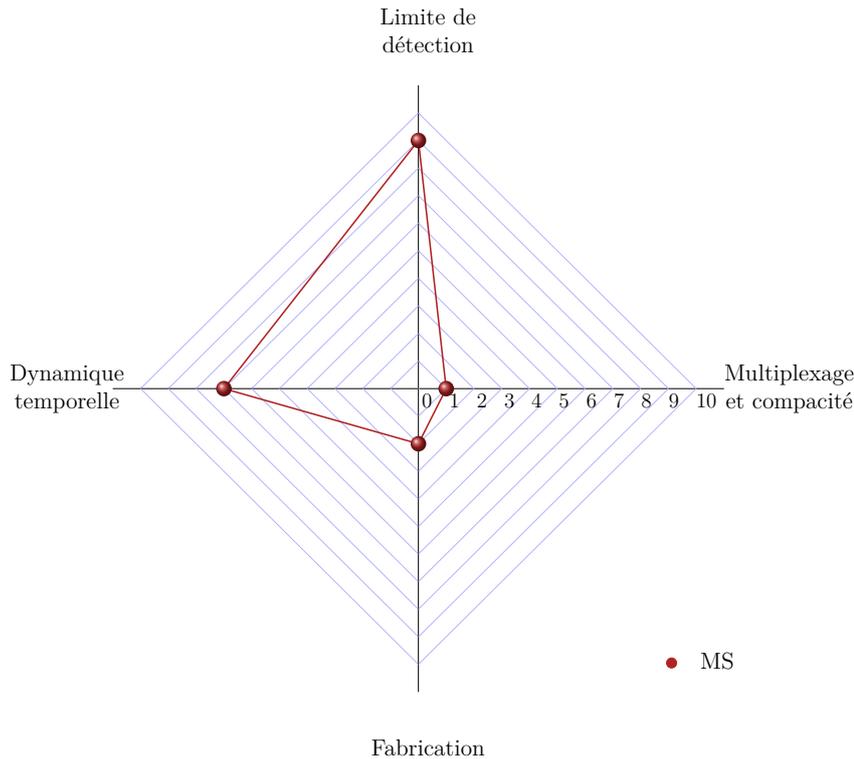


FIGURE 1.21 – Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MSs.

1.5.4.4.5 Les micro-résonateurs intégrés à modes guidés

Les micro-résonateurs intégrés (MRs) (Figure 1.22) sont des structures circulaires dans lesquelles se propage la lumière guidée à l'aide de guides d'onde présentés en partie 1.5.4.1. Les matériaux utilisés sont similaires aux MZs et IYs présentés auparavant.

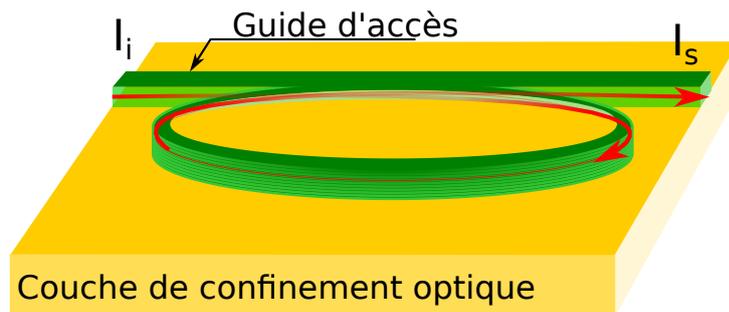


FIGURE 1.22 – Illustration d'un micro-résonateur.

Dans le tableau 1.8, l'état de l'art des transducteurs à base de MRs est donné. Le grand nombre de références donne un aperçu de l'intérêt scientifique porté sur ces transducteurs. De plus, des transducteurs MRs ont été fabriqués dans les différentes configurations de guides présentés en partie 1.5.4.1 : ridge [102, 102, 103, 103–106], slot [107, 108], ridge vertical [109] et ridge poreux [110, 111].

On peut noter par ailleurs que les matériaux utilisés pour la fabrication des MRs sont divers. Le SOI est le plus représenté [103–105, 107], mais des MRs en polymères [109] ou

en silicium poreux [110, 111] ont aussi été proposés.

Le prototype le plus abouti composé de transducteurs à base de MRs a été proposé par C.F.Carlborg *et al.* [107]. Ces transducteurs fabriqués avec des guides SOI en configuration slot et packagés dans une cellule microfluidique en PDMS (polydiméthylsiloxane) ont permis la détection multiplexée de différents analytes [107]. Cette plateforme permet de détecter à la fois en détection homogène avec des LDs de 10^{-6} UIR et en détection surfacique avec des LDs de $0,9 \text{ pg.mm}^{-2}$ et comportant 8 MRs. L'étude dynamique du greffage des molécules de BSA a été testée.

Comme pour les autres transducteurs intégrés à base de guides d'onde, les principaux défis technologiques limitant l'utilisation commerciale des MRs intégrés correspondent à l'utilisation de la plateforme de caractérisation (comportant souvent des micro-alignements), la prise en compte et la réduction des différentes sources d'incertitude de mesure, (notamment les incertitudes liées aux dérives thermiques) et l'amélioration de la sensibilité des transducteurs.

Tableau 1.8 – État de l'art des performances des transducteurs à base de MR

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Configuration des guides	Sensibilité	LD
Homogène	[102]	2015	Si_3N_4/SiO_2	glucose	ridge	112 nm/UIR	$1,6 \cdot 10^{-6}$ UIR
Homogène	[103]	2010	SOI	NaCl	ridge	163 nm/UIR	$7,6 \cdot 10^{-7}$ UIR
Homogène	[109]	2008	polymère	glucose	vertical ridge	200 nm/UIR	10^{-5} UIR
Homogène	[110]	2015	silicium poreux	NaCl	ridge poreux	384 nm/UIR	10^{-4} UIR
Homogène	[111]	2017	silicium poreux	glucose	ridge poreux	559 nm/UIR	$8 \cdot 10^{-5}$ UIR
Homogène	[107]	2010	SOI	éthanol	slot	246 nm/UIR	$5 \cdot 10^{-6}$ UIR
Surfacique	[108]	2008	Si_3N_4/SiO_2	BSA	slot	$3,2 \cdot 10^{-4}$ nm/(pg/mm ²)	16 pg.mm ⁻²
Surfacique	[104]	2009	SOI	Avidin	ridge	$1,1 \cdot 10^{-4}$ nm/(pg/mm ²)	10 ng/mL / 17 pg.mm ⁻²
Surfacique	[105]	2010	SOI	B7 / streptavidin	ridge	$7 \cdot 10^{-5}$ nm/(pg/mm ²)	1,5 pg.mm ⁻²
Surfacique	[106]	2008	SOI	B7 / streptavidin	ridge	$2,5 \cdot 10^{-3}$ nm/(pg/mm ²)	3 pg.mm ⁻²
Surfacique	[107]	2010	SOI	BSA	slot	$1,3 \cdot 10^{-3}$ nm/(pg/mm ²)	0,9 pg.mm ⁻²
Surfacique	[102]	2015	Si_3N_4/SiO_2	Aptamer / Alphatoxin	ridge	..	1,58 nM
Surfacique	[103]	2010	SOI	B7 / streptavidin	ridge	..	60 fM
Surfacique	[110]	2015	silicium poreux	ADN	ridge poreux	..	3 nM

Les MRs dont les performances sont résumées dans le graphique 1.23 sont des transducteurs présentant un fort potentiel de multiplexage qui a été démontré expérimentalement [107]. La limite de détection est basse grâce à la forte sensibilité de ces transducteurs et pourra être améliorée par la gestion des bruits des montages expérimentaux. La fabrication des transducteurs MRs intégrés utilise les procédés de fabrication classiques de salle blanche et les plateformes de caractérisation et peuvent être adaptées à partir des puces optiques à base de guides intégrés réalisés pour les applications dans le domaine des télécommunications. Ces transducteurs sont donc arrivés à un stade d'industrialisation [70].

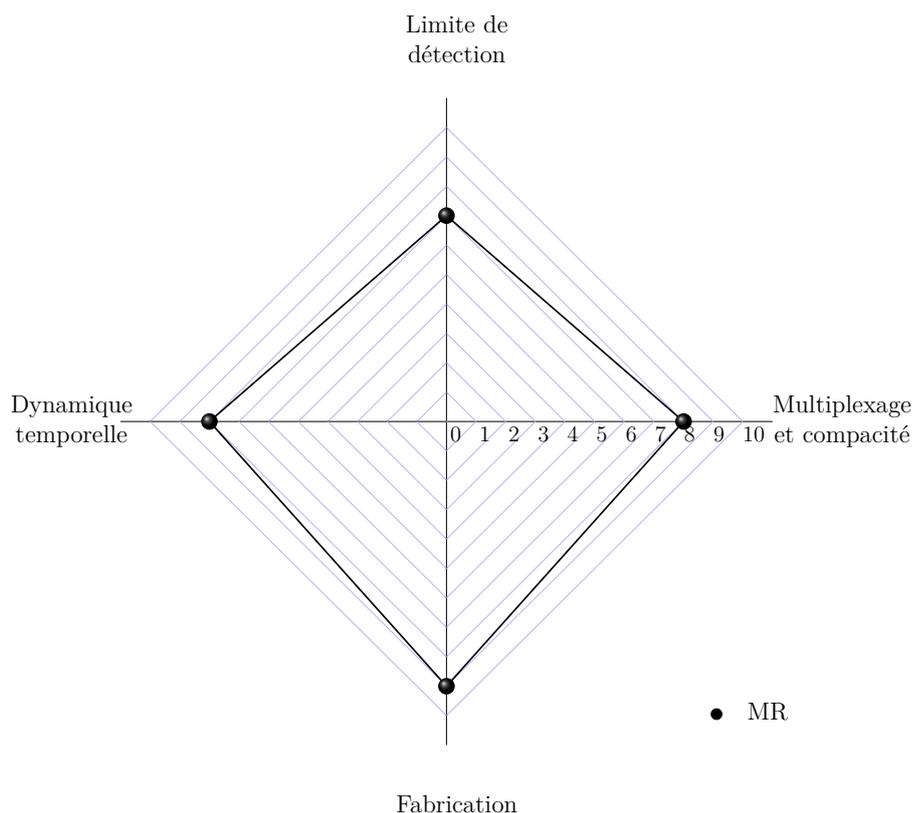


FIGURE 1.23 – Évaluation des critères de performance des transducteurs à base de MRs.

1.5.4.4.6 Capteurs intégrés à plusieurs interféromètres

Les interféromètres de types MRs et MZs peuvent être cascades (Figure 1.24) afin d'améliorer leurs performances de détection. L'intérêt des dispositifs cascades réside dans l'ajout d'un interféromètre de référence qui n'est pas sensible aux biomarqueurs. Ce dispositif permet de multiplier les fonctions de transfert des interféromètres et de faire apparaître un effet de modulation en longueur d'onde appelé l'effet Vernier (EV) qui sera détaillé en Chapitre 3. Cet effet amplifie le décalage spectral de l'enveloppe du transducteur. Le facteur d'amélioration par rapport à un interféromètre seul est noté $G_{Vernier}$. Les démonstrations expérimentales ont mis en évidence des facteurs d'amélioration compris entre 10 et 200.

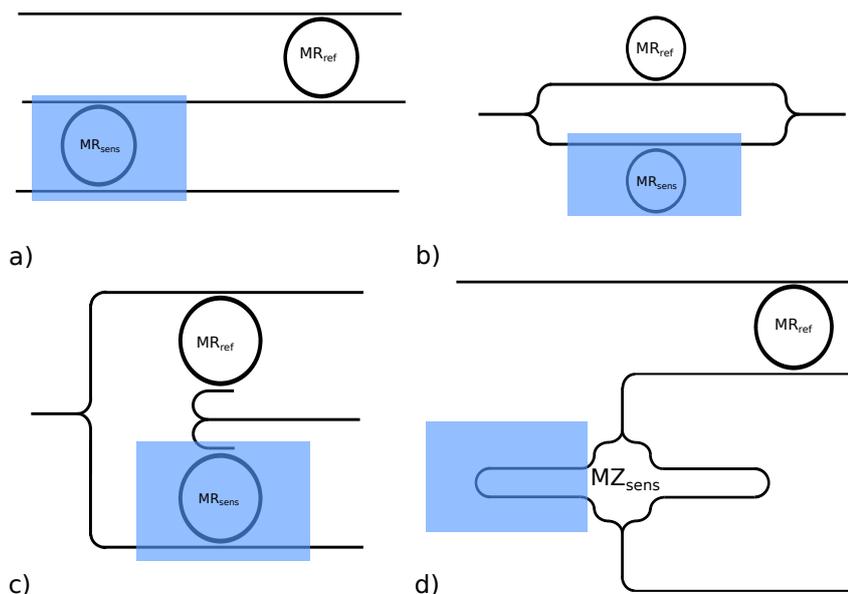


FIGURE 1.24 – a) MRs cascades ; b) MRs dans un Mach-Zehnder en configuration "pass" ; c) MRs dans un MZ en configuration "drop" ; d) MR cascades avec un MZ.

Par ailleurs, ces dispositifs peuvent être utilisés afin de limiter les perturbations thermiques puisque l'interféromètre de référence subit les mêmes variations thermiques que l'interféromètre sensible. Des dispositifs à base de deux MRs, deux MZs ou la combinaison d'un MR et d'un MZ ont été proposés (Figure 1.24).

En plus d'un dispositif en cascade [112–116] présenté en Figure.1.24.a), on peut obtenir l'effet Vernier pour d'autres configurations d'interféromètres présentées en Figure.1.24.b).c).d), tant qu'une partie de la fonction de transfert finale présente le produit des fonctions de transfert des micro-résonateurs seuls. L'interféromètre à base de MRs dans un Mach-Zehnder en configuration "pass" présenté en Figure.1.24.b) a été étudié théoriquement par [117]. L'interféromètre à base d'un MR cascades avec un MZ a été décrit par [114, 118]. L'interféromètre à base de MRs dans un MZ en configuration "drop" peut aussi être envisagé. Chaque géométrie peut présenter des avantages en termes de compacité, de contraste de l'enveloppe de la fonction de transfert de l'effet Vernier, de multiplexage ou de simplification du design du transducteur.

Dans le chapitre 3, nous décrivons la conception et la première mise en oeuvre expérimentale de ce type de transducteur. Dans ce chapitre, le design et la fabrication d'un transducteur à effet Vernier de type "MZ-pass" sont détaillés dans le cas de guides en polymères.

Les performances de ces transducteurs ont été testées expérimentalement et sont résumées dans le tableau 1.9. De bonnes performances en détection homogène autour de 10^{-6} UIR ont été obtenues [112, 115, 119–121] et de très bonnes performances en détection surfacique de l'ordre $0,155 \text{ pg.mm}^{-2}$ ont pu être obtenues [81].

Tableau 1.9 – État de l'art des performances des transducteurs à EV

Type de détection	Référence	Année	Matériaux	Molécule détectée	Configuration	Sensibilité	LD
Homogène	[115]	2013	SiN	NaCl	MR cascades	6317	$3,16 \cdot 10^{-6}$ UIR
Homogène	[112]	2010	SOI	NaCl	MR cascades	2169	$8,3 \cdot 10^{-6}$ UIR
Homogène	[119]	2014	SOI	IgG	MR+MZ	21500	$4,1 \cdot 10^{-6}$ UIR
Homogène (theo)	[121]	2009	SOI	$2 \cdot 10^{-6}$ UIR
Surfacique	[81]	2012	SiN	poly (sodium-4-styrenesulfonate) / poly (allylamine hydrochloride)	slot/MZ cascades	$6 \cdot 10^{-2}$ nm/(pg.mm ⁻²)	0,155 pg.mm ⁻²

Les critères de performance des transducteurs à EV sont résumés dans le graphique 1.25. Les transducteurs à EV présentent une bonne limite de détection et la possibilité d'améliorer la limite de détection en optimisant la sensibilité du transducteur sera étudiée dans le Chapitre 3. Comme pour les transducteurs à base de MRs, le multiplexage est possible. La dynamique temporelle n'a pas encore été étudiée avec ces transducteurs, mais elle nécessite seulement une adaptation du traitement du signal de la réponse du transducteur à EV par rapport à un transducteur à base de MRs.

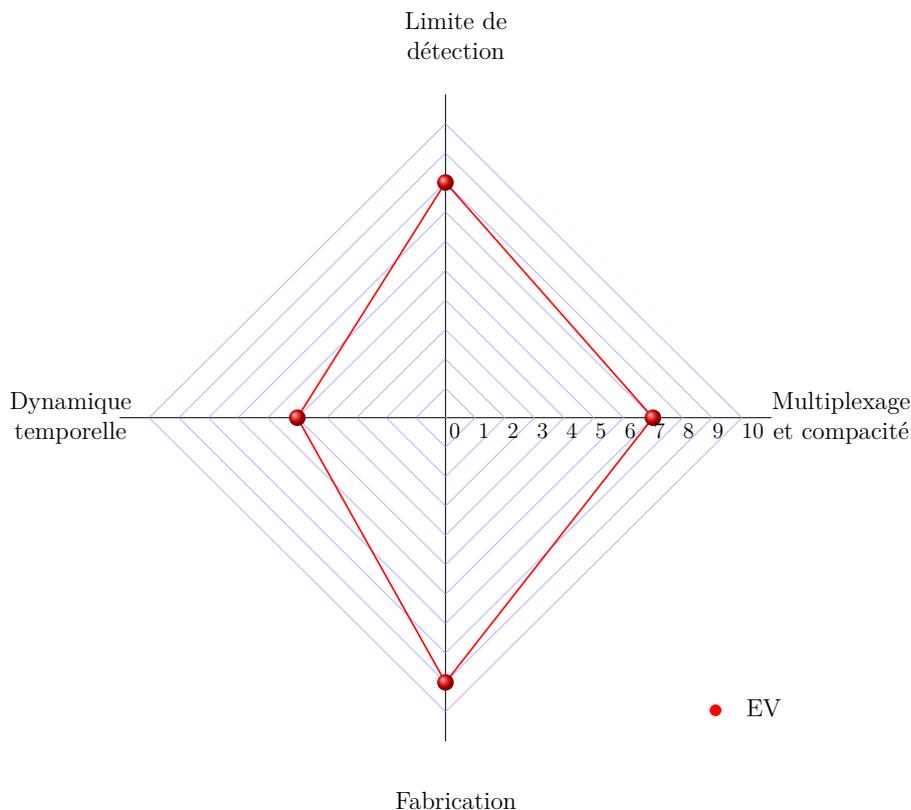


FIGURE 1.25 – Évaluation des critères de performance des transducteurs à effet Vernier (EV).

1.5.5 Résumé de l'état de l'art des performances des transducteurs optique pour la biodétection

Afin de résumer l'état de l'art des performances des différents transducteurs présentés dans cette partie, le graphique 1.26 reprend les quatre critères de performance évalués. Pour commencer, on peut observer que les transducteurs SPR et MRs industrialisés présentent quatre critères de performance élevés.

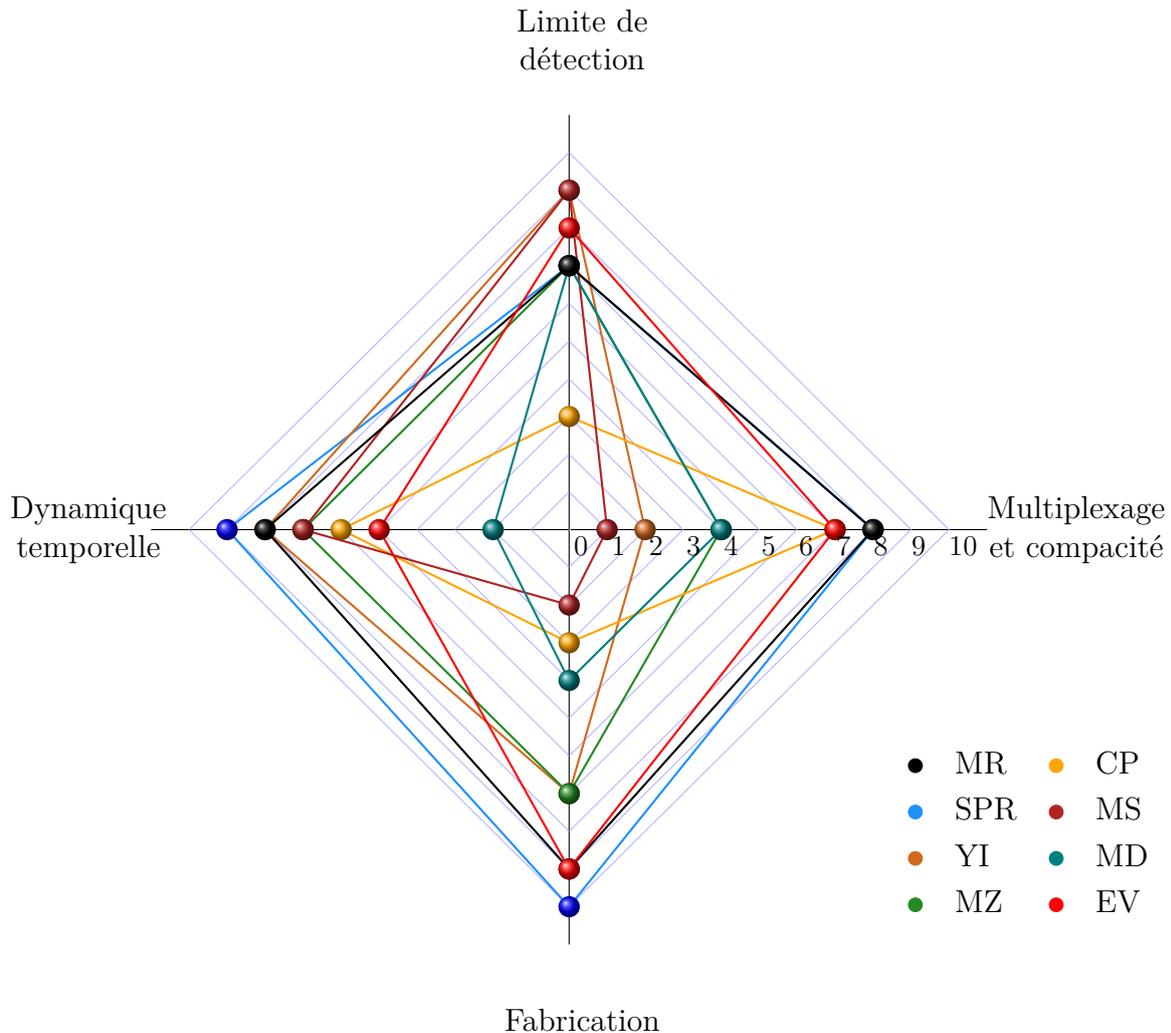


FIGURE 1.26 – Résumé des critères de performance pour l'ensemble des transducteurs optiques étudiés.

Les perspectives générales de recherche en termes de transducteurs optiques intégrés peuvent donc être données en reprenant chaque critère de performance :

— Limite de détection

Afin de résumer les performances en LD des différents capteurs optiques, les meilleures limites de détection pour chaque technologie sont données sur la Figure 1.27 pour

les détections surfacique et homogène. Pour la détection surfacique, les LDs s'étendent sur 4 ordres de grandeur entre $0,01$ et 100 pg.mm^{-2} . La technologie la plus ancienne des interféromètres de Young est pour l'instant la plus performante, cependant, un effort de recherche important est donné sur les structures résonantes CPs (Cristaux photoniques), MDs (Microdisques), MSs (Microsphères), MRs (Microrésonateurs) et EVs dont la LD devrait approcher celle des IYs dans les prochaines années. Pour la détection homogène, la LD s'étend à nouveau sur 3 ordres de grandeur entre 10^{-8} et 10^{-5} UIR. Les IYs possèdent une LD avec un ordre de grandeur en dessous des autres transducteurs et les CPs sont limités en LD par leur facteur de qualité. Les autres structures résonantes sont regroupées autour de LDs comprises entre 10^{-6} et 10^{-7} UIR. Etant donné que la détection homogène est plus étudiée que la détection surfacique, les perspectives d'amélioration sont moindres. L'optimisation des designs des transducteurs, l'amélioration des process de fabrication et l'optimisation des techniques de mesures permettent d'envisager le rapprochement des performances des structures résonantes de l'interféromètre de Young.

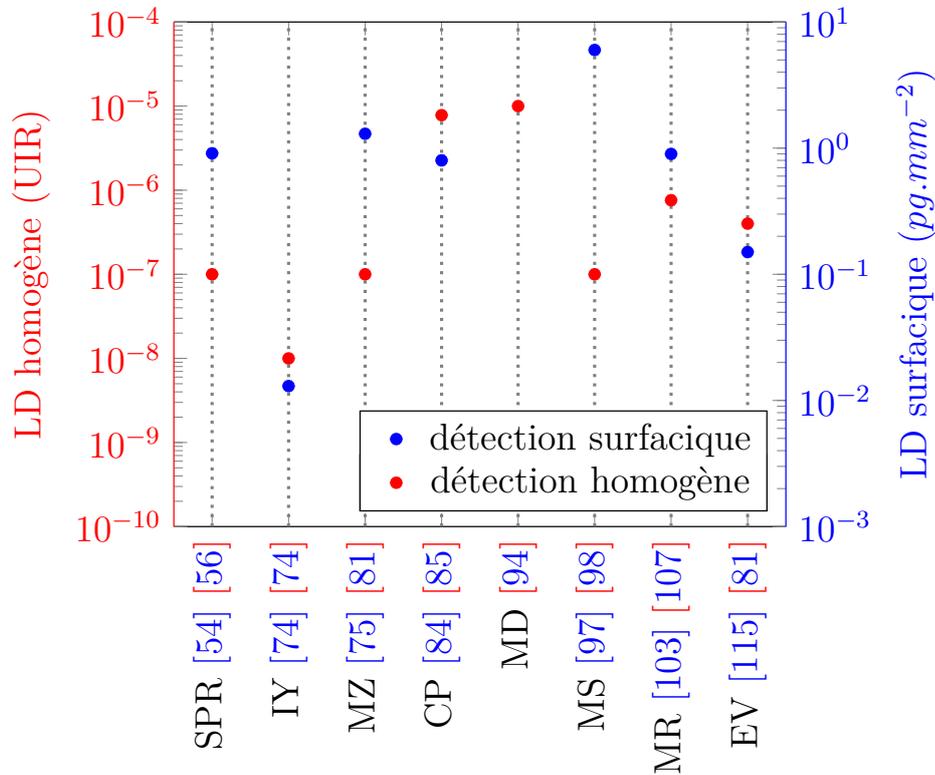


FIGURE 1.27 – Résumé de la limite de détection des transducteurs optiques.

Les LDs des transducteurs optiques sont en amélioration et devraient tendre rapidement vers les LDs réalisées par les IYs. Cette diminution de la LD est possible par l'optimisation de la conception et de la fabrication des transducteurs. Cependant, la diminution de la LD vers des LDs ultra basses ($<0,1 \text{ pg.mm}^{-2}$) nécessitera des ruptures technologiques dans les bancs de caractérisation pour réduire les bruits de mesure comme les variations d'intensité, les bruits thermiques ou la résolution des spectromètres. Ces ruptures devront alors s'inscrire dans une logique de maîtrise

des coûts de la plateforme technologique. L'utilisation d'éléments microfluidiques et l'optimisation du packaging des transducteurs peuvent répondre en partie à cette problématique.

— Multiplexage et compacité

Le multiplexage des transducteurs est aujourd'hui une réalité pour les capteurs SPRi avec des démonstrations expérimentales de plusieurs centaines de transducteurs sur une même puce [57]. Des démonstrations expérimentales de transducteurs intégrés possédant un guide d'accès et un guide de sortie ont été réalisées pour les MRs [107] avec une dizaine de transducteurs sur une même puce. Pour les transducteurs intégrés, la difficulté du multiplexage est concentrée sur la plateforme technologique permettant de coupler la lumière vers chaque transducteur et d'adresser les biomarqueurs à l'aide d'un système microfluidique. Dans le cas où la limite de détection est corrélée à la longueur de l'interféromètre comme pour le MZ, l'empreinte surfacique du transducteur limite le multiplexage. Pour les transducteurs non intégrés comme les MSs, les perspectives de multiplexage sont moindres.

— Dynamique temporelle

La plupart des bancs de caractérisation des bio-transducteurs ont été testés afin d'effectuer une observation en temps réel de greffage biomarqueur-biorécepteur pour mettre en évidence la cinétique de greffage.

Par la suite, l'étude de la dynamique temporelle à l'aide de transducteurs intégrés pourra être menée en transférant cette technologie vers les laboratoires de biochimie (comme c'est le cas de la SPR) qui maîtrisent les processus de fonctionnalisation.

— Fabrication

Les principales difficultés de fabrication du transducteur sont résolues pour les matériaux couramment utilisés comme le SOI. Les matériaux moins courants comme les polymères ou le silicium poreux doivent continuer à être développés afin de maîtriser leur fabrication. En effet, ces matériaux possèdent l'avantage d'un faible coût pour les polymères et des capacités notables de greffage d'analytes pour le silicium poreux qui les rendent particulièrement intéressants pour la détection.

1.6 Conclusion et objectifs de la thèse

1.6.1 Conclusion

La découverte de biomarqueurs permettant la détection et le suivi de maladies ouvre la voie à de nouvelles méthodes de détection. L'utilisation des biomarqueurs pour des diagnostics de routine présente plusieurs difficultés. Pour commencer, la mise en évidence de la relation entre un biomarqueur et une pathologie est laborieuse du fait de la faible concentration de biomarqueurs dans les échantillons et leur similarité avec d'autres analytes. Afin de différencier les biomarqueurs des autres analytes, il est nécessaire d'utiliser

dans un premier temps des techniques de laboratoire laborieuses comme la spectroscopie de masse. Une fois les biomarqueurs d'intérêt identifiés, il est possible de trouver un analyte associé appelé biorécepteur qui est capable de se greffer spécifiquement au biomarqueur. L'intérêt du biorécepteur est qu'il permet d'identifier un biomarqueur spécifique par des méthodes avec marquage par fluorescence de type ELISA. Afin de faciliter encore la détection des biomarqueurs et d'éviter l'utilisation de marqueurs fluorescents, de nouveaux transducteurs optiques ont été développés. Parmi les différentes technologies développées, la SPR est aujourd'hui utilisée en routine pour étudier les interactions biomarqueurs-biorécepteurs et pour détecter de faibles concentrations de biomarqueurs. De nouveaux concepts de transducteurs optiques intégrés sont proposés pour abaisser encore les limites de détection et multiplexer les transducteurs. L'avantage des transducteurs intégrés est de profiter des méthodes de fabrication développées pour la micro-électronique. Cependant, la capacité à intégrer ces transducteurs sur une plateforme technologique fiable et à bas coût reste un défi.

En plus des défis scientifiques que représentent l'abaissement de la limite de détection de ces transducteurs optiques intégrés par l'optimisation de l'interaction lumière-biomarqueur et la réduction des différentes incertitudes de mesure, plusieurs défis d'ingénierie comme la conception de puces de transducteurs multiplexés ou le packaging des transducteurs pour le couplage opto-fluidique avec le banc de caractérisation sont à relever.

1.6.2 Objectifs de la thèse

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est de concevoir, réaliser et caractériser des transducteurs optiques intégrés présentant une faible limite de détection en utilisant le savoir faire du laboratoire. Les transducteurs étudiés sont de type micro-résonateurs intégrés simples ou insérés dans des structures interférométriques permettant d'utiliser l'effet Vernier, à base de matériaux polymères et silicium poreux dont la fabrication des guides intégrés est maîtrisée au laboratoire. L'objectif est ici de démontrer pour la première fois une structure à effet Vernier tout en polymères, matériaux faciles à mettre en oeuvre avec des technologies à bas coût. L'objectif est également de développer et de valider des modèles servant à concevoir la structure, qui serviront de base au développement du capteur hybride proposé dans le Chapitre 4. Pour cela, ce travail s'inscrit dans la continuité des travaux de recherche et de thèse menés au laboratoire. En effet, le design, la fabrication et la caractérisation de transducteurs optiques simples comme les MRs et les MZs à base de polymères ou de silicium poreux sont maîtrisés au laboratoire.

Dans le Chapitre 2, les concepts physiques relatifs à la propagation guidée et à la détection à l'aide des transducteurs à base de MRs sont présentés. Le calcul de la sensibilité et des bruits de mesure sont détaillés, dans le cas des MRs, afin d'optimiser la limite de détection.

Dans le Chapitre 3, la conception, la réalisation et la caractérisation de transducteurs à effet Vernier en polymères sont détaillées. Pour cela, les guides en polymères sont fabriqués et caractérisés, puis un algorithme d'optimisation de l'effet Vernier est proposé.

Dans le Chapitre 4, l'intérêt de transducteurs hybrides à base de MRs en silicium poreux (SiP) et guides d'accès en polymères est détaillé. Pour cela, une étude complète des pertes dans les guides en SiP est d'abord proposée afin d'optimiser la sensibilité et la limite de détection des transducteurs intégrés en SiP. Cette étude est menée afin de faciliter la

propagation de la lumière entre les transducteurs en SiP pour la réalisation de fonctions complexes comme des transducteurs à effet Vernier. La conception de transducteurs hybrides à effet Vernier est proposée afin d'évaluer la limite de détection théorique de ces transducteurs. La finalité est d'exalter davantage les performances de sensibilité et limite de détection en mettant à profit l'effet Vernier et l'augmentation de l'interaction lumière-matière grâce à l'utilisation d'un matériau poreux comme le silicium poreux.

Bibliographie

- [1] B. D. W. Group, "Biomarkers and surrogate endpoints : Preferred definitions and conceptual framework," *Clinical Pharmacology & Therapeutics*, vol. 69, no. 3, 2001.
- [2] K. Kalantar-Zadeh, *Sensor An Introductory Course*. Springer, 2013.
- [3] D. A. Armbruster and T. Pry, "Limit of blank, limit of detection and limit of quantitation," *Clin Biochem Rev.*, vol. 29, 2008.
- [4] gminsights, december 2017.
- [5] marketsandmarkets, december 2017.
- [6] L. Fass, "Imaging and cancer : A review," *molecular oncology 2*, 2008.
- [7] C. Demir and B. Yener, "Automated cancer diagnosis based on histopathological images : a systematic survey," *TECHNICAL REPORT*, 2005.
- [8] C. P. Price, "Point of care testing," *BMJ : British Medical Journal*, vol. 322, 2001.
- [9] A. Niemz, T. M. Ferguson, and D. S. Boyle, "Point-of-care nucleic acid testing for infectious diseases," *Trends Biotechnol.*, vol. 29, no. 5, 2011.
- [10] P. Yager and G. J. D. J. Gerdes, "Point-of-care diagnostics for global health," *Annu. Rev. Biomed. Eng*, 2008.
- [11] J. F. Rusling, C. V. Kumar, J. S. Gutkinde, and V. Patele, "Measurement of biomarker proteins for point-of-care early detection and monitoring of cancer," *Analyst*, vol. 135, pp. 2496–2511, 2010.
- [12] J. Wang, "Electrochemical biosensors : Towards point-of-care cancer diagnostics," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 21, no. 10, 2006.
- [13] J. D. Cohen, L. Li, Y. Wang, C. Thoburn, B. Afsari, L. Danilova, C. Douville, A. A. Javed, F. Wong, A. Mattox, R. H. Hruban, C. L. Wolfgang, M. G. Goggins, M. Dal Molin, T.-L. Wang, R. Roden, A. P. Klein, J. Ptak, L. Dobbryn, J. Schaefer, N. Silliman, M. Popoli, J. T. Vogelstein, J. D. Browne, R. E. Schoen, R. E. Brand, J. Tie, P. Gibbs, H.-L. Wong, A. S. Mansfield, J. Jen, S. M. Hanash, M. Falconi, P. J. Allen, S. Zhou, C. Bettegowda, L. A. Diaz, C. Tomasetti, K. W. Kinzler, B. Vogelstein, A. M. Lennon, and N. Papadopoulos, "Detection and localization of surgically resectable cancers with a multi-analyte blood test," *Science*, vol. 359, no. 6378, pp. 926–930, 2018.
- [14] R. Capuano, M. Santonico, G. Pennazza, S. Ghezzi, E. Martinelli, C. Roscioni, G. Lucantoni, G. Galluccio, R. Paolesse, C. D. Natale, and A. D. Amico, "The lung cancer breath signature : a comparative analysis of exhaled breath and air sampled from inside the lungs," *Scientific Reports*, vol. 5, 2015.

- [15] M.J.Duffy, "Clinical uses of tumor markers : A critical review," *Critical Reviews in Clinical Laboratory Sciences*, vol. 38, no. 3, pp. 225–262, 2001.
- [16] D. E. Birch and al., "Simplified hot start pcr," *Nature*, vol. 381, 1996.
- [17] E. R. Mardis, "The impact of next-generation sequencing technology on genetics," *Trends in Genetics*, vol. 24, no. 3, 2008.
- [18] A. Gutierrez, E. Baudet, L. Bodiou, V. Nazabal, E. Rinnert, K. Michel, B. Bureau, F. Colasand, and J. Charrier, "Theoretical study of an evanescent optical integrated sensor for multipurpose detection of gases and liquids in the mid-infrared," *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 242, pp. 842–848, 2017.
- [19] S. Afsahi, M. B. Lerner, J. M. Goldstein, J. Lee, X. Tang, D. A. Bagarozzi, D. Pan, L. Locascio, A. Walker, F. Barron, and B. R. Goldsmith, "Novel graphene-based biosensor for early detection of zika virus infection," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 100, pp. 85–88, 2018.
- [20] R. M. Ostroff, W. L. Bigbee, W. Franklin, L. Gold, M. Mehan, Y. E. Miller, H. I. Pass, W. N. Rom, J. M. Siegfried, A. Stewart, J. J. Walker, J. L. Weissfeld, S. Williams, D. Zichi, and E. N. Brody, "Unlocking biomarker discovery : Large scale application of aptamer proteomic technology for early detection of lung cancer," *PLoS ONE*, vol. 5, no. 12, 2010.
- [21] A. Bodzon-Kulakowska, A. Bierczynska-Krzysik, T. Dylag, A. Drabik, P. Suder, M. Noga, J. Jarzebinska, and J. Silberring, "Methods for samples preparation in proteomic research," *Journal of Chromatography B*, vol. 849, pp. 1–31, 2007.
- [22] A. K. Yocum, K. Yu, T. Oe, and I. A. Blair, "Effect of immunoaffinity depletion of human serum during proteomic investigations," *J. Proteome Res.*, vol. 4, no. 5, pp. 1722–1731, 2005.
- [23] I. Finoulst, M. Pinkse, and W. V. D. P. Verhaert, "Sample preparation techniques for the untargeted lc-ms-based discovery of peptides in complex biological matrices," *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, 2011.
- [24] N. L. Anderson and N. G. Anderson, "The human plasma proteome," *Molecular & Cellular Proteomics*, 2003.
- [25] R. J. Simpson, M. R. Neuberger, and T.-Y. Liu, "Complete amino acid analysis of proteins from a single hydrolysate," *The journal of biological chemistry*, vol. 251, no. 7, pp. 1936–1940, 1976.
- [26] H. Zhao, P. H. Brown, and P. Schuck, "On the distribution of protein refractive index increments," *Biophys J.*, vol. 100, no. 9, pp. 2309–2317, 2011.
- [27] B. Domon and R. Aebersold, "Options and considerations when selecting a quantitative proteomics strategy," *nature biotechnology*, vol. 28, no. 7, 2010.
- [28] F. Rouessac and A. Rouessac, *Analyse Chimique : Modes et techniques instrumentales modernes*. 2004.
- [29] N. J. Anthis and G. M. Clore, "Sequence-specific determination of protein and peptide concentrations by absorbance at 205 nm," *Protein Sci.*, vol. 22, no. 6, pp. 851–858, 2013.
- [30] N. J. Greenfield, "Using circular dichroism spectra to estimate protein secondary structure," *Nat Protoc*, vol. 1, no. 6, pp. 2876–2890, 2006.

-
- [31] M. A. Dessau and Y. Modis, "Protein crystallization for x-ray crystallography," *J Vis Exp.*, no. 47, 2011.
- [32] N. E. Chayen and E. Saridakis, "Protein crystallization : from purified protein to diffraction-quality crystal," *Nature methods*, vol. 5, no. 2, 2008.
- [33] M. O. Reilly, M. Vinkovic, A. Sharff, and H. Jhoti, "High throughput protein crystallography : Developments in crystallisation, data collection and data processing," *Drug Discovery Today : Technologies*, vol. 3, no. 4, 2006.
- [34] P. Damborsky, J. Svitel, and J. Katrlík, "Optical biosensor," *Essays Biochem.*, vol. 60, no. 1, 2016.
- [35] M. B. Murphy, S. T. Fuller, P. M. Richardson, and S. A. Doyle, "An improved method for the in vitro evolution of aptamers and applications in protein detection and purification," *Nucleic Acids Res.*, vol. 31, no. 18, 2003.
- [36] X. Yang, N. Li, and D. G. Gorenstein, "Strategies for the discovery of therapeutic aptamers," *Expert Opin Drug Discov*, vol. 6, no. 1, pp. 75–87, 2012.
- [37] G. Schreiber, G. Haran, and H.-X. Zhou, "Fundamental aspects of protein-protein association kinetics," *Chem Rev.*, vol. 109, no. 3, pp. 839–860, 2009.
- [38] L. G. Fägerstam, A. Frostell-Karlsson, R. Karlsson, B. Persson, and I. Rönnerberg, "Biospecific interaction analysis using surface plasmon resonance detection applied to kinetic, binding site and concentration analysis," *Journal of Chromatography*, vol. 597, pp. 397–410, 1992.
- [39] T. M. Squires, R. J. Messinger, and S. R. Manalis, "Making it stick : convection, reaction and diffusion in surface-based biosensors," *nature biotechnology*, vol. 26, no. 4, 2008.
- [40] D. Kondrashova, A. Lauerer, D. Mehlborn, H. Jobic, A. Feldhoff, M. Thommes, D. Chakraborty, C. Gommers, J. Zecevic, P. de Jongh, A. Bunde, J. Karger, and R. Vliullin, "Scale dependent diffusion anisotropy in nanoporous silicon," *Sci Rep.*, vol. 7, p. 40207, 2017.
- [41] Y. Zhao, G. Gaur, S. T. Retterer, P. E. Laibinis, and S. M. Weiss, "Flow-through porous silicon membranes for real-time label-free biosensing," *Anal. Chem.*, vol. 88, no. 22, pp. 10940–10948, 2016.
- [42] P. Schuck and H. Zhao, "The role of mass transport limitation and surface heterogeneity in the biophysical characterization of macromolecular binding processes by spr biosensing," *Methods Mol Biol*, vol. 627, 2010.
- [43] C-Y. Tan and Y-X. Huang, "Dependence of refractive index on concentration and temperature in electrolyte solution, polar solution, nonpolar solution and protein solution," *Chemical and engineering data*, vol. 60, pp. 2827–2833, 2015.
- [44] R. Karlsson, A. Michaelsson, and L. Mattson, "Kinetic analysis of monoclonal antibody-antigen interactions with a new biosensor based analytical system," *Journal of Immunological Methods*, vol. 145, pp. 229–240, 1991.
- [45] T. A. Morton, D. G. Myszka, and I. M. Chaiken, "Interpreting complex binding kinetics from optical biosensors : A comparison of analysis by linearization, the integrated rate equation, and numerical integration," *Analytical Biochemistry*, vol. 227, no. 176-185, 1995.
-

- [46] S.Spindel and K.E.Sapsford, "Evaluation of optical detection platforms for multiplexed detection of proteins and the need for point-of-care biosensors for clinical use," *Sensors (Basel)*, vol. 14, no. 12, 2014.
- [47] M. Nirschl, F. Reuter, and J. Voros, "Review of transducer principles for label-free biomolecular interaction analysis," *biosensors*, vol. 1, no. 3, pp. 70–92, 2011.
- [48] C. R. Kahna and J. Roth, "Rosalyn sussman yalow (1921 2011)," *Proc Natl Acad Sci U S A*, vol. 109, no. 3, pp. 669–670, 2012.
- [49] E. Engvall and P. Perlmann, "Enzyme-linked immunosorbent assay (elisa) quantitative assay of immunoglobulin g," *Immunochemistry*, vol. 8, pp. 871–874, 1971.
- [50] H. H. Nguyen, J. Park, S. Kang, and M. Kim, "Surface plasmon resonance : A versatile technique for biosensor applications," *Sensors*, 2015.
- [51] H. H. Nguyen, J. Park, and S. K. M. Kim, "Surface plasmon resonance : A versatile technique for biosensor applications," *Sensors*, vol. 15, 2015.
- [52] Reichert, june 2017.
- [53] biosensingUSA, june 2017.
- [54] gelifesciences, june 2017.
- [55] C.Boozer, G.Kim, S.Cong, H.Guan, and T.Londergan, "Looking towards label-free biomolecular interaction analysis in a high-throughput format a review of new surface plasmon resonance technologies," *Current opinion in Biotechnology*, vol. 17, no. 4, pp. 400–405, 2006.
- [56] J.Homola, "Surface plasmon resonance sensors for detection of chemical and biological species," *Chem. Rev.*, no. 108, pp. 462–493, 2008.
- [57] T.Neumann, H.D.Junker, K.Schmidt, and R. Sekul, "Spr-based fragment screening advantages and applications," *Current Topics in Medicinal Chemistry*, vol. 7, no. 1630-1642, 2007.
- [58] D.-P. Tang, R. Yuan, and Y.-Q. Chai, "Novel immunoassay for carcinoembryonic antigen based on protein aconjugated immunosensor chip by surface plasmon resonance and cyclic voltammetry," *Bioprocess Biosyst Eng*, vol. 28, pp. 315–321, 2006.
- [59] G. A.J.Besselink, R. P.H.Kooyman, P. J. Os, G. H.M.Engbers, and R. B.M.Schasfoort, "Signal amplification on planar and gel-type sensor surfaces in surface plasmon resonance-based detection of prostate specific antigen," *Analytical Biochemistry*, vol. 333, no. 1, pp. 165–173, 2004.
- [60] A.Zybin, C.Grunwald, V.M.Mirsky, and J. O. S. K.Niemax, "Double wavelength technique for surface plasmon resonance measurements basic concept and applications for single sensors and two-dimensional sensor arrays," *Anal. Chem.*, vol. 77, no. 8, pp. 2393–2399, 2005.
- [61] R.Slavik and J.Homola, "Ultrahigh resolution long range surface plasmon-based sensor," *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 123, no. 1, pp. 10–12, 2007.
- [62] J. Concepcion, K. Witte, C. Wartchow, S. Choo, D. Yao, H. Persson, J. Wei, P. Li, B. Heidecker, W. Ma, R. Varma, L.-S. Zhao, D. Perillat, G. Carricato, M. Recknor, K. Du, H. Ho, T. Ellis, J. Gamez, M. Howes, J. Phi-Wilson, S. Lockard, R. Zuk, and H. Tan, "Label-free detection of biomolecular interactions using biolayer interferometry for kinetic characterization," *Combinatorial Chemistry & High Throughput Screening*, vol. 12, pp. 791–800, 2009.

-
- [63] Fortebio, june 2017.
- [64] A. Bertucci, A. Manicardi, A. Candiani, S. Giannetti, A. Cucinotta, G. Spoto, M. Konstantaki, S. Pissadakis, S. Selleri, and R. Corradini, "Detection of unamplified genomic dna by a pna-based microstructured optical fiber (mof) bragg-grating optofluidic system," *Biosensors and bioelectronics*, vol. 63, no. 248-254, 2015.
- [65] A. Mechaly, H. Cohen, O. Cohen, and O. Mazor, "A biolayer interferometry-based assay for rapid and highly sensitive detection of biowarfare agents," *Analytical biochemistry*, vol. 506, pp. 22-27, 2016.
- [66] C.M. Maragos, "Signal amplification using colloidal gold in a biolayer interferometry-based immunosensor for the mycotoxin deoxynivalenol," *Food Additives & Contaminants : Part A*, vol. 29, no. 7, 2012.
- [67] S.J. Pearce, M.E. Pollard, S.Z. Oo, R. Chen, and M.D.B. Charlton, "Nanostructured surface enhanced raman scattering sensor platform with integrated waveguide core," *Applied Physics Letters*, vol. 105, p. 181101, 2014.
- [68] C. Kopp, S. Bernabe, B. B. Bakir, J.-M. Fedeli, R. O. F. Schrank, H. Porte, L. Zimmermann, and T. Tekin, "Silicon photonic circuits : On-cmos integration, fiber optical coupling, and packaging," *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 17, no. 3, pp. 498-509, 2011.
- [69] Z. Mengpeng, Z. Yu, and D. Ji-an, "Alignment of integrated photonic devices based on improved particle swarm algorithm," *Applied Mechanics and Materials*, vol. 328, pp. 817-822, 2013.
- [70] genalyte, "<http://www.genalyte.com>," 2017.
- [71] J. Charrier and M. Dribek, "Theoretical study of the factor of merit of porous silicon based optical biosensors," *Journal of Applied Physics*, vol. 107, no. 4, 2010.
- [72] A. Brandenburg, R. Krautera, C. Kunzel, M. Stefan, and H. Schulte, "Interferometric sensor for detection of surface-bound bioreactions," *Applied optics*, vol. 39, no. 34, 2000.
- [73] A. Ymeti, J.S. Kanger, J. Greve, G. P.V. Lambeck, R. Wijn, and R.G. Heideman, "Integration of microfluidics with a four-channel integrated optical young interferometer immunosensor," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 20, pp. 1417-1421, 2005.
- [74] K. Schmitt, B. Schirmer, C. Hoffmann, A. Brandenburg, and P. Meyrueis, "Interferometric biosensor based on planar optical waveguide sensor chips for label-free detection of surface bound bioreactions," *Biosensors and bioelectronics*, vol. 22, pp. 2591-2597, 2007.
- [75] K. Zinoviev, L. Carrascosa, J.S.D. Ri, B. Sepulveda, C. Dominguez, and L.M. Lechuga, "Silicon photonic biosensors for lab-on-a-chip applications," *Advances in Optical Technologies*, vol. 2008, 2008.
- [76] Q. Liu, Y. Shin, J.S. Kee, K.W. Kim, S. M. Rafei, A. X. Tu, G.Q. Lo, E. and M. Colombel, E. Chiong, J.P. Thiery, and M. Park, "Mach-Zehnder interferometer (mzi) point-of-care system for rapid multiplexed detection of micrnas in human urine specimens," *Biosensors and bioelectronics*, vol. 71, pp. 365-372, 2015.
- [77] K. K. Qureshi, Z. Liu, H.-Y. Tam, and M. F. Zia, "A strain sensor based on in-line fiber mach-zehnder interferometer in twin-core photonic crystal fiber," *Optics communication*, vol. 309, pp. 68-70, 2013.
-

- [78] Bruck, Melnik, Muellner, Hainberger, and Lammerhofer, “Integrated polymer-based mach-zehnder interferometer label-free streptavidin biosensor compatible with injection molding,” *Biosens Bioelectron.*, vol. 26, no. 9, 2011.
- [79] N. Zhao, G. Qian, X.-C. Fu, L.-J. Zhang, W. Hu, R.-Z. Li, and T. Zhang, “Integrated optical displacement sensor based on asymmetric machzehnder interferometer chip,” *Opt. Eng.*, vol. 56, no. 2, 2017.
- [80] Q.Liu, X.Tu, K. W. Kim, J.S.Kee, Y.Shina, K.Han, Y.J.Yoon, G.Q.Lo, and M.K.Park, “Highly sensitive machzehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide,” *Sensors and actuators B chemical*, vol. 188, pp. 681–688, 2013.
- [81] X.Tu, J.Song, T.-Y.Liow, M.K.Park, J.Q.Yiying, J.S.Kee, M.Yu, and G.-Q.Lo, “Thermal independent silicon-nitride slot waveguide biosensor with high sensitivity,” *Optics Express*, vol. 20, no. 3, pp. 2640–2648, 2012.
- [82] Y.N.Zhang, Y.Zhao, and R.Q.Lva, “A review for optical sensors based on photonic crystal cavities,” *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 233, no. 374-389, 2015.
- [83] M. S. Mohamed, M. F. O. Hameed, N. F. F. Areed, M. M. El-Okr, and S. S. A. Obayya, “Analysis of highly sensitive photonic crystal biosensor for glucose monitoring,” *ACES Journal*, vol. 31, no. 7, pp. 836–842, 2016.
- [84] A.D.Falco, L.O.Faolain, and T.F.Krauss, “Chemical sensing in slotted photonic crystal heterostructure cavities,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, 2009.
- [85] S. Chakravarty, Y. Zou, Wei-ChengLai, and R. T.Chen, “Slow light engineering for high q high sensitivity photonic crystal microcavity biosensors in silicon,” *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 38, no. 1, 2012.
- [86] E.Chow, A.Grot, L.W.Mirkarimi, M.Sigalas, and G.Girolami, “Ultracompact biochemical sensor built with two-dimensional photonic crystal microcavity,” *Optics Letters*, vol. 29, no. 10, 2004.
- [87] S. Zlatanovic, L. W. Mirkarimi, M. M. Sigalas, M. A. Bynum, E. Chow, K. M. Robotti, G. W. Burr, S. Esener, and A. Grot, “Photonic crystal microcavity sensor for ultracompact monitoring of reaction kinetics and protein concentration,” *Sensors and actuators B : Chemical*, vol. 141, 2009.
- [88] Y. Zou, S. Chakravarty, D. N. Kwong, W.-C. Lai, X. Xu, and A. H. Ray T. Chen Xiaohui Lin, “Cavity-waveguide coupling engineered high sensitivity silicon photonic crystal microcavity biosensors with high yield,” *IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS*, vol. 20, no. 4, 2014.
- [89] S. Jahns, M. Brau, B.-O. Meyer, T. Karrock, S. B. Gutekunst, L. Blohm, C. Selhuber-Unkel, R. Buhmann, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, “Handheld imaging photonic crystal biosensor for multiplexed, label-free protein detection,” *Biomedical Optics Express*, vol. 6, no. 10, pp. 3724–3736, 2015.
- [90] S. M. Grist, S. A. Schmidt, J. Flueckiger, V. Donzella, W. Shi, S. T. Fard, J. T. Kirk, D. M. Ratner, K. C. Cheung, and L. Chrostowski, “Silicon photonic micro-disk resonators for label-free biosensing,” *Optics express*, vol. 21, no. 7, 2013.
- [91] T. Lipka, J. Amthor, H. Trieu, and J. Muller, “On-chip biosensing with high-q amorphous silicon microdisk resonators,” *AMA Conferences 2013 - SENSOR 2013, OPTO 2013, IRS 2013*, pp. 535–539, 2013.

-
- [92] E. Krioukov, D. J. W. Klunder, A. Driessen, J. Greve, and C. Otto, "Sensor based on an integrated optical microcavity," *Optics Letters*, vol. 27, no. 7, 2002.
- [93] S. F. Wondimu, M. Hippler, C. Hussal, A. Hofmann, S. Krämer, J. Lahann, H. Kalt, W. Freude, and C. Koos, "Robust label-free biosensing using microdisk laser arrays with on-chip references," *Opt. Express*, vol. 26, no. 3, pp. 3161–3173, 2018.
- [94] A. Schweinsberg, S. Hocdé, N. N. Lepeshkin, R. W. Boyd, C. Chase, and J. E. Fajardo, "An environmental sensor based on an integrated optical whispering gallery mode disk resonator," *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 123, no. 2, pp. 727 – 732, 2007.
- [95] S. Lee, S. C. Eom, J. S. Chang, C. Huh, G. Y. Sung, and J. H. Shin, "Label-free optical biosensing using a horizontal air-slot sinx microdisk resonator," *Opt. Express*, vol. 18, pp. 20638–20644, Sep 2010.
- [96] M.L.Gorodetsky, A.A.Savchenkov, and V.S.Ilchenko, "Ultimate q of optical microsphere resonators," *Optics Letters*, vol. 21, no. 7, 1996.
- [97] N. M. Hanumegowda, C. J. Stica, B. C. Patel, I. White, and X. Fan, "Refractometric sensors based on microsphere resonators," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, 2007.
- [98] F.Vollmer, S.Arnold, D.Braun, I.Teraoka, and A.Libchaber, "Multiplexed dna quantification by spectroscopic shift of two microsphere cavities," *Biophys J.*, vol. 85, no. 3, pp. 1974–1979, 2003.
- [99] S. Arnold, D. Keng, S. I. Shopova, S. Holler, W. Zurawsky, and F. Vollmer, "Whispering gallery mode carousel a photonic mechanism for enhanced nanoparticle detection in biosensing," *Optics express*, vol. 17, no. 8, 2009.
- [100] F. Vollmer and S. Arnold, "Whispering-gallery-mode biosensing : label-free detection down to single molecules," *Nature methods*, vol. 5, no. 7, 2008.
- [101] C. E. Soteropulos, H. K. Hunt, and A. M. Armani, "Determination of binding kinetics using whispering gallery mode microcavities," *Applied Physics Letters*, vol. 99, 2011.
- [102] R.Guidar, D.Gandolfi, T.Chalyan, L.Pasquardini, A.Samusenko, C.Pederzoli, G.Pucker, and L.Pavesi, "Sensitivity and limit of detection of biosensors based on ring resonators," *Sensing and Bio-Sensing Research*, vol. 6, pp. 99–102, 2015.
- [103] M.Iqbal, M.A.Gleeson, B.Spaugh, F.Tybor, W.G.Gunn, M.Hochberg, T.B.Jones, R.C.Bailey, and L.C.Gunn, "Label-free biosensor arrays based on silicon ring resonators and high-speed optical scanning instrumentation," *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics*, vol. 16, no. 3, 2010.
- [104] K.D.Vos, J.Girones, S.Popelka, E.Schacht, R.Baets, and P.Bienstman, "Soi optical microring resonator with poly(ethylene glycol) polymer brush for label-free biosensor applications," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 24, no. 2528-2533, 2009.
- [105] M.S.Luchansky, A.L.Washburn, T.A.Martin, M.Iqbal, L. Gunn, and R.C.Bailey, "Characterization of the evanescent field profile and bound mass sensitivity of a label-free silicon photonic microring resonator biosensing platform," *Biosensors and bioelectronics*, vol. 16, no. 19, 2010.
- [106] D.X.Xu, A. Densmore, A. Delage, P. Waldron, R. McKinnon, S. Janz, J. Lapointe, G. Lopinski, T. Mischki, E. Post, P. Cheben, and J. H. Schmid, "Folded cavity soi
-

- microring sensors for high sensitivity and real time measurement of biomolecular binding,” *Optics Express*, vol. 16, no. 19, 2008.
- [107] C.F.Carlborg, K.B.Gylfason, A.Kazmierczak, F.Dortu, M. Polo, A. Catala, G.M.Kresbach, H.Sohlstrm, T.Moh, L.Vivien, J.Popplewell, G.Ronan, C. Barrios, G.Stemme, and W.V.DWijngaart, “A packaged optical slot-waveguide ring resonator sensor array for multiplex label-free assays in labs-on-chips,” *Lab on a Chip*, vol. 10, no. 3, 2010.
- [108] C. A. Barrios, M. J. Banuls, V. Gonzales-Pedro, K. B. Gylfason, B. Sanchez, A. Griol, A. Maquieira, H. Sohlstrm, M. Holgado, and R. Casquel, “Label-free optical biosensing with slot-waveguides,” *Optics Letters*, vol. 33, pp. 708–710, 2008.
- [109] G.D.Kim, G.S.Son, H.S.Lee, K.D.Kim, and S.S.Lee, “Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers,” *Optics Communications*, vol. 287, p. 4644, 2008.
- [110] G.A.Rodriguez, S.Hu, and M.Weiss, “Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications,” *Optics Express*, vol. 23, no. 6, pp. 7111–7119, 2015.
- [111] P.Girault, P.Azuelos, N.Lorrain, L.Poffo, J.Lemaitre, P.Pirasteh, I.Hardy, M.Thual, M.Guendouz, and J.Charrier, “Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application,” *Optical Materials*, vol. 72, pp. 569–601, 2017.
- [112] T.Claes, W.Bogaerts, and P.Bienstman, “Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the vernier-effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit,” *Optics Express*, vol. 18, no. 22, p. 2274722761, 2010.
- [113] J. Hu and D.Dai, “Cascaded-ring optical sensor with enhanced sensitivity by using suspended si-nanowires,” *IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS*, vol. 23, no. 13, pp. 842–844, 2011.
- [114] M. L. Notte, B. Troia, T. Muciaccia, C. E. Campanelle, and F. D. L. V. M. Passaro, “Recent advances in gas and chemical detection by vernier effect-based photonic sensors,” *Sensors*, vol. 14, no. 3, pp. 4831–4855, 2014.
- [115] V.Zamora, P. Lutzow, M. "Weiland", and D. Pergande, “A highly sensitive refractometric sensor based on cascaded sin microring resonators,” *Sensors*, vol. 13, no. 11, p. 1460114610, 2013.
- [116] B. Troia, A. Z. Khokhar, M. Nedeljkovic, S. A. Reynolds, Y. Hu, G. Z. Mashanovich, and V. M. N. Passaro, “Design procedure and fabrication of reproducible silicon vernier devices for high-performance refractive index sensing,” *Sensors*, vol. 15, no. 6, pp. 13548–13567, 2015.
- [117] H. Yi, D. Citrin, Y. Chen, and Z. Zhou, “Dualmicroring-resonator interference sensor,” *Applied Physics Letters*, vol. 95, no. 191112, 2009.
- [118] X. Jiang, Y. Chen, F. Yu, L. Tang, M. Li, and J. He, “High-sensitivity optical biosensor based on cascaded machzehnder interferometer and ring resonator using vernier effect,” *Optics Letters*, vol. 39, no. 22, pp. 6363–6366, 2014.
- [119] X.Jiang, Y.Chend, F.Yu, L.Tang, M.Li, and JJ.He, “High-sensitivity optical biosensor based on cascaded mach-zehnder interferometer and ring resonator using vernier effect.,” *Optics Letters*, vol. 39, no. 22, pp. 6363–6366, 2014.

- [120] J.Hu and D.Dai, "Cascaded-ring optical sensor with enhanced sensitivity by using suspended si-nanowires," *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 23, no. 13, 2011.
- [121] H.Yi, D.S.citrin, Y.Chen, and Z.Zhou, "Dual-microring-resonator interference sensor," *Applied Physics Letters*, vol. 95, 2009.

CHAPITRE 2

CAPTEURS OPTIQUES À MICRORÉSONATEUR SIMPLE

Sommaire

2.1	Généralités sur la lumière	70
2.1.1	Propagation de la lumière dans un matériau diélectrique	70
2.1.2	Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces	72
2.1.3	La réflexion totale interne	74
2.2	Notion de propagation en optique guidée	75
2.2.1	Confinement 1D : propagation guidée dans un guide plan	75
2.2.2	Propagation guidée à confinement 2D	78
2.2.3	Principales techniques de calcul des modes	80
2.2.4	Couplage entre guides	82
2.2.5	Pertes dans les guides intégrés	88
2.3	Théorie sur les micro-résonateurs	91
2.3.1	Principe d'un micro-résonateur	91
2.3.2	Fonction de transfert d'un micro-résonateur	91
2.3.3	Détail de la fonction de transfert	94
2.3.4	Outils pour l'étude expérimentale de la fonction de transfert d'un MR	99
2.4	Les MRs pour la bio-détection	102
2.4.1	Techniques de détection avec un MR	102
2.4.2	Limite de détection du transducteur	104
2.5	Caractérisations optiques du MR	108
2.5.1	Mesures par source accordable	108
2.5.2	Couplage bout à bout entre fibre optique et guide intégré	109
2.5.3	Étalonnage du banc	113
2.5.4	Pistes d'améliorations du banc optique et perspectives sur les MRs simples pour la biodétection	125
2.6	Conclusion	127
	Bibliographie	127

Dans ce chapitre, les principes physiques permettant de réaliser la propagation de la lumière dans les guides intégrés sont tout d'abord détaillés. La compréhension du confinement et de la propagation de la lumière dans les guides intégrés permet ensuite de présenter des structures plus complexes comme les coupleurs évanescents utilisés pour les microrésonateurs étudiés dans cette thèse.

L'intérêt des microrésonateurs (MRs) pour la biodétection est ensuite présenté en détaillant tout d'abord la réponse d'un MR à un signal optique, puis en observant l'évolution de la réponse pour différentes perturbations, notamment avec la présence d'analytes à proximité des guides.

Les notions de sensibilité du transducteur et de limite de détection du capteur sont alors présentées.

La notion d'incertitude de mesure pour l'évaluation de la limite de détection (LD) est abordée en fin de chapitre. Pour cela, une liste des principales perturbations qui peuvent modifier la réponse d'un MR est réalisée et l'influence de ces perturbations sur l'incertitude totale est quantifiée à l'aide de la méthode de Monte-Carlo. La quantification des différentes sources d'incertitudes a été réalisée en caractérisant les performances du banc de mesure. L'intérêt du traitement du signal mesuré pour la réduction des incertitudes est aussi présenté.

2.1 Généralités sur la lumière

2.1.1 Propagation de la lumière dans un matériau diélectrique

2.1.1.1 Les équations de Maxwell

Les équations de Maxwell permettent de décrire la propagation de la lumière dans un matériau, elles sont données par [1] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \\ \nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \\ \nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \\ \nabla \cdot \mathbf{D} = \rho \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.1a) \\ (2.1b) \\ (2.1c) \\ (2.1d) \end{array}$$

Les vecteurs sont exprimés en **gras** dans ce manuscrit. \mathbf{E} et \mathbf{H} sont les amplitudes des champs électrique et magnétique, \mathbf{D} et \mathbf{B} sont les densités de flux électrique et magnétique, \mathbf{J} et ρ sont les densités de courant et de charge. Les densités de flux \mathbf{D} et \mathbf{B} sont reliées aux champs \mathbf{E} et \mathbf{H} par les relations constitutives :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \\ \mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E} \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.2a) \\ (2.2b) \end{array}$$

Avec ϵ et μ la permittivité diélectrique et la perméabilité magnétique du milieu. Dans cette thèse les matériaux utilisés sont linéaires, i.e, ϵ et μ sont indépendantes de l'amplitude de \mathbf{E} . Dans le vide, les valeurs de ϵ et μ sont :

$$\begin{cases} \epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m} & (2.3a) \\ \mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ H/m} & (2.3b) \end{cases}$$

Dans un matériau, les expressions de la permittivité et de la perméabilité ne sont pas forcément scalaires, mais représentées par des tenseurs. Pour des matériaux amorphes comme les verres, la permittivité est dite isotrope, i.e, elle ne dépend pas de l'orientation du matériau. Alors que pour certains matériaux cristallins, la valeur de la permittivité dépend de l'orientation cristalline du matériau. On parle alors de biréfringence. On peut noter que certains matériaux composites, comme le silicium poreux, font apparaître une biréfringence due à l'orientation particulière des matériaux (cristallites de silicium dans le silicium poreux) [2]. Pour les matériaux diélectriques ne présentant pas d'effet magnéto-optiques, on assimile la perméabilité du matériau à celle du vide ($\mu = \mu_0$).

2.1.1.2 L'équation d'onde

Nous nous plaçons dans le cas d'un matériau diélectrique qui ne présente pas de source de courant et qui est non chargé ($\sigma = 0$ et $J = 0$), isotrope et linéaire. Les équations de Maxwell s'écrivent :

$$\begin{cases} \nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} & (2.4a) \\ \nabla \times \mathbf{H} = \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} & (2.4b) \\ \nabla \cdot \mathbf{B} = 0 & (2.4c) \\ \nabla \cdot \mathbf{D} = 0 & (2.4d) \end{cases}$$

Les équations 2.4a et 2.4b sont découplées afin d'obtenir l'équation d'onde pour les champs électrique et magnétique :

$$\begin{cases} \nabla^2 \mathbf{E} - \mu\epsilon \frac{\partial^2 \mathbf{E}}{\partial t^2} = 0 & (2.5a) \\ \nabla^2 \mathbf{H} - \mu\epsilon \frac{\partial^2 \mathbf{H}}{\partial t^2} = 0 & (2.5b) \end{cases}$$

2.1.1.3 Solutions de l'équation d'onde

Les équations d'onde 2.5a et 2.5b peuvent être écrites sous forme scalaire pour chaque composante du champ E_i et H_i avec $i=x, y, z$ pour un système de coordonnées cartésiennes :

$$\begin{cases} \nabla^2 E_i - \mu\epsilon \frac{\partial^2 E_i}{\partial t^2} = 0 & (2.6a) \\ \nabla^2 H_i - \mu\epsilon \frac{\partial^2 H_i}{\partial t^2} = 0 & (2.6b) \end{cases}$$

Pour trouver une solution aux équations 2.6a et 2.6b, on utilise la technique de la séparation des variables :

$$E_i(\mathbf{r}, t) = E_i(\mathbf{r}) \cdot E_i(t) = E_0 e^{j(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})} + \text{comp.conj.} \quad (2.7)$$

E_0 est l'amplitude de $E_i(\mathbf{r}, t)$, \mathbf{k} est le vecteur d'onde et \mathbf{r} est le vecteur correspondant au point de coordonnées (x, y, z) dans le repère. Le vecteur d'onde dont le signe définit le sens de propagation, est dirigé suivant la direction de propagation. ω est la pulsation angulaire de l'onde. La norme du vecteur d'onde est définie par :

$$|\mathbf{k}| = \omega \sqrt{\mu\epsilon} = k_0 n \quad (2.8)$$

Avec n l'indice de réfraction du matériau de permittivité diélectrique ϵ tel que $n = \sqrt{\frac{\epsilon}{\epsilon_0}}$ quand $\omega = \omega_0$. Le champ E_i présente une variation spatiale périodique dont la période est nommée longueur d'onde λ . On peut vérifier que :

$$k_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (2.9)$$

2.1.2 Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces

Afin de comprendre les phénomènes de réflexion et réfraction à l'interface séparant deux matériaux notés (1) et (2) de permittivités diélectriques différentes, on utilise à nouveau les équations de Maxwell. Ces équations permettent de calculer l'évolution d'un champ électrique incident \mathbf{E}_i arrivant avec un angle θ_i à l'interface des matériaux. Les conditions aux interfaces peuvent être déduites des équations de Maxwell et doivent vérifier :

$$\begin{cases} \mathbf{s} \cdot (\mathbf{E}_2 - \mathbf{E}_1) = 0 & (2.10a) \\ \mathbf{s} \cdot (\mathbf{H}_2 - \mathbf{H}_1) = 0 & (2.10b) \\ \mathbf{s} \cdot (\mathbf{B}_2 - \mathbf{B}_1) = 0 & (2.10c) \\ \mathbf{s} \cdot (\mathbf{D}_2 - \mathbf{D}_1) = 0 & (2.10d) \end{cases}$$

Avec \mathbf{s} le vecteur unitaire normal à l'interface. Il y a deux orientations possibles pour le champ électrique par rapport à l'interface : il peut être parallèle ou perpendiculaire au plan d'incidence défini par (\mathbf{s}, \mathbf{k}) . Quand le champ électrique est perpendiculaire au plan

d'incidence (Figure 2.1.a)) on parle d'onde Transverse Electric (TE), alors que quand le champ électrique est parallèle au plan d'incidence on parle de Transverse Magnétique (TM) (Figure 2.1.b)).

L'équation d'onde dans les matériaux (1) et (2) est connectée à l'interface par les relations 2.10a - 2.10d. Les champs incidents \mathbf{E}_i et \mathbf{H}_i arrivant avec un angle θ_i et un vecteur d'onde \mathbf{k}_i à l'interface, se répartissent alors entre un champ transmis \mathbf{E}_t et \mathbf{H}_t et un champ réfléchi \mathbf{E}_r et \mathbf{H}_r , de vecteurs d'onde \mathbf{k}_t et \mathbf{k}_r représentés en Figure 2.1. Dans le cas TE, les solutions aux équations d'onde dans chaque matériau s'écrivent sous la forme :

$$E_q(\mathbf{r}, t) = E_q \exp^{-j(\mathbf{k}_q \cdot \mathbf{r} - \omega t)} \quad (2.11)$$

Avec $q = i, t, r$. Les vecteurs d'onde $\mathbf{k}_i, \mathbf{k}_t$ et \mathbf{k}_r des champs électriques $\mathbf{E}_i, \mathbf{E}_t$ et \mathbf{E}_r sont fonction des angles θ_i, θ_t et θ_r respectivement et s'écrivent :

$$\begin{cases} \mathbf{k}_i = k_0 \cdot n_1 (\mathbf{z} \cos(\theta_i) - \mathbf{y} \sin(\theta_i)) & (2.12a) \\ \mathbf{k}_t = k_0 \cdot n_2 (\mathbf{z} \cos(\theta_t) - \mathbf{y} \sin(\theta_t)) & (2.12b) \\ \mathbf{k}_r = k_0 \cdot n_1 (-\mathbf{z} \cos(\theta_r) - \mathbf{y} \sin(\theta_r)) & (2.12c) \end{cases}$$

Le champ \mathbf{H} peut être déduit du champ \mathbf{E} à l'aide des équations de Maxwell 2.4a-2.4d. On cherche alors à trouver la valeur des angles θ_r et θ_t ainsi que l'amplitude des champs transmis et réfléchi.

Afin de calculer ces variables, on utilise les expressions 2.10a-2.10d. On déduit la loi de Snell Descartes entre les angles θ_i et θ_t ainsi que les rapports entre les amplitudes des champs, E_r et E_i , E_t et E_i :

$$\begin{cases} \theta_r = \theta_i & (2.13a) \end{cases}$$

$$\begin{cases} n_1 \sin(\theta_i) = n_2 \sin(\theta_t) & (2.13b) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_1 \cos(\theta_i) - n_2 \cos(\theta_t)}{n_1 \cos(\theta_i) + n_2 \cos(\theta_t)} & (2.13c) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_1 \cos(\theta_i)}{n_2 \cos(\theta_i) + n_1 \cos(\theta_t)} & (2.13d) \end{cases}$$

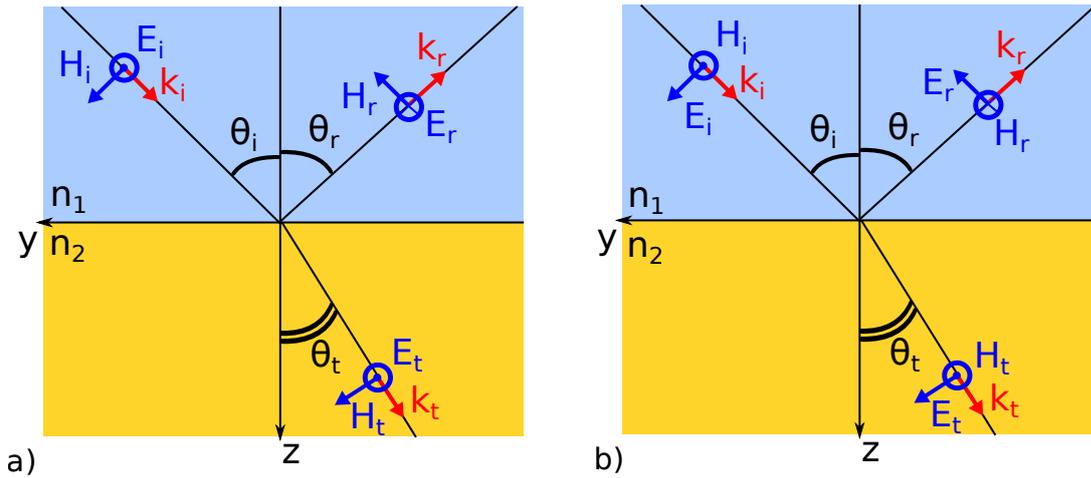


FIGURE 2.1 – a) Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces pour une onde TE b) Phénomènes de réflexion/réfraction aux interfaces pour une onde TM.

2.1.3 La réflexion totale interne

Le phénomène de Réflexion Totale Interne (RTI) apparaît lorsque la lumière est totalement réfléchi. Afin d'obtenir une RTI, il est nécessaire que l'indice de réfraction n_1 du milieu incident soit plus élevé que l'indice de réfraction n_2 du milieu dans lequel l'onde est transmise (Figure 2.2.a)). Dans ce cas, $\theta_i < \theta_t$, il existe donc un angle critique $\theta_c = \arcsin(\frac{n_2}{n_1})$ pour lequel $\theta_t = \frac{\pi}{2}$ (Figure 2.2.b)). Pour $\theta_i > \theta_c$, la réflexion est totale (Figure 2.2.c)).

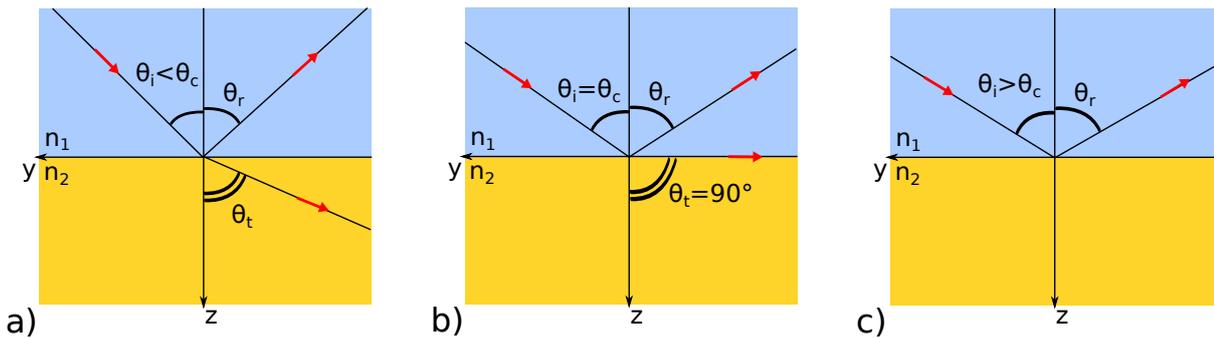


FIGURE 2.2 – a) $\theta_i < \theta_c$ b) Angle critique $\theta_i = \theta_c$ c) $\theta_i > \theta_c$ réflexion totale interne

La RTI rend possible la propagation guidée de la lumière dans un milieu d'indice élevé placé entre deux milieux d'indices plus faibles, quand l'angle d'incidence à l'interface entre les matériaux est supérieur à θ_c pour chaque interface.

2.2 Notion de propagation en optique guidée

L'optique guidée utilise la réflexion totale interne dans des structures à une ou deux dimensions afin de confiner et de maîtriser la propagation de la lumière. Les guides d'onde optiques sont fabriqués à l'aide de matériaux diélectriques transparents dans la gamme de longueur d'onde à propager. Le guide d'onde le plus simple est le guide plan qui possède un confinement optique suivant une dimension.

2.2.1 Confinement 1D : propagation guidée dans un guide plan

Un guide d'onde plan est constitué de trois couches de matériaux : une couche de guidage appelée coeur d'indice optique n_c , une couche de confinement optique supérieure appelée superstrat d'indice optique n_{sup} et une couche de confinement optique inférieure appelée substrat d'indice optique n_{sub} (Figure 2.3). Afin d'obtenir la condition de RTI dans le coeur, il est nécessaire que $n_{sup} < n_c$ et $n_{sub} < n_c$. La couche de coeur est de hauteur h et les couches de substrat et de superstrat s'étendent de part et d'autre du coeur à l'infini. Comme dans le cas de la réflexion simple présenté en section 2.1.2, la polarisation du champ électrique peut être orientée perpendiculairement au plan de propagation défini par la normale à l'interface et le vecteur d'onde \mathbf{k} . Dans ce cas, le champ est transverse électrique (TE), quand le champ magnétique est orienté perpendiculairement au plan de propagation on parle de transverse magnétique (TM) (les deux polarisations sont illustrées en Figure 2.3).

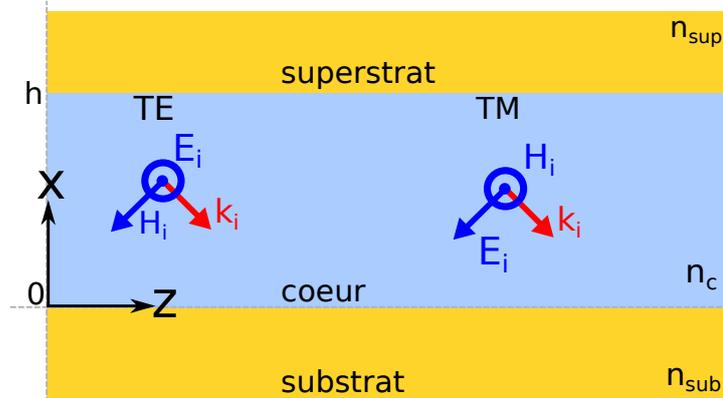


FIGURE 2.3 – Polarisations TE et TM dans un guide plan

Lorsque la lumière se propage dans le guide plan, les composantes transverses des champs ne sont pas couplées ; on peut donc traiter la propagation de la lumière indépendamment pour les polarisations TE et TM.

Lorsqu'on cherche à trouver les conditions de propagation d'une onde EM de pulsation ω_0 et de polarisation TE injectée dans le guide, on résout l'équation d'onde et on applique les conditions aux limites présentées en section 2.10a-2.10d sur les deux interfaces substrat-coeur et superstrat-coeur. L'équation d'onde s'écrit dans chaque région sous la forme :

$$\nabla^2 E_y(x, z) + k_0^2 n_i^2 E_y(x, z) = 0 \quad (2.14)$$

Avec $n_i = n_{sub}, n_c, n_{sup}$ suivant la région.

Le champ E_y dépend de x et z , son amplitude ne dépend pas de z due à la symétrie du guide mais sa phase varie suivant l'axe z . On peut écrire une solution de l'équation 2.14 sous la forme :

$$E_y(x, z) = E_y(x)e^{-j\beta z} \quad (2.15)$$

β est la constante de propagation suivant z tel que $\beta = \frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}$, avec n_{eff} l'indice effectif. L'équation 2.14 peut être réécrite avec la solution 2.15 et en tenant compte de l'invariance suivant y :

$$\frac{\partial E_y(x, z)^2}{\partial x^2} + (k_0^2 n_i^2 - \beta^2)E_y(x, z) = 0 \quad (2.16)$$

La solution de l'équation 2.16 dépend de la valeur de β par rapport aux valeurs de $k_0 n_i$. Si $\beta > k_0 n_i$, la solution de 2.16 est de la forme d'une exponentielle réelle :

$$E_y(x) = E_0 e^{\pm(\sqrt{\beta^2 - k_0^2 n_i^2})x} \quad (2.17)$$

Avec E_0 l'amplitude du champ à $x = 0$, on définit le coefficient d'atténuation $\gamma = \sqrt{\beta^2 - k_0^2 n_i^2}$. On choisit l'expression exponentielle décroissante afin que la solution reste physique. Dans le cas où $\beta < k_0 n_i$, la solution est sinusoidale :

$$E_y(x) = E_0 e^{\pm j(\sqrt{k_0^2 n_i^2 - \beta^2})x} \quad (2.18)$$

On peut définir un vecteur d'onde transverse $\kappa = \sqrt{k_0^2 n_i^2 - \beta^2}$ tel que $k^2 = \kappa^2 + \beta^2$. Afin d'assurer la propagation dans le coeur, on cherche une solution oscillante dans la zone du coeur et des solutions décroissantes dans le substrat et le superstrat. Pour cela, si $n_{sub} \leq n_{sup}$, on choisit β tel que :

$$k_0 n_{sub} < \beta < k_0 n_c \quad (2.19)$$

Dans ce cas l'amplitude du champ électrique s'écrit dans chacune des régions identifiées par leur position suivant l'axe x présentée en Figure 2.3 sous la forme :

$$\begin{cases} E_y(x) = A e^{-\gamma_{sup}x} & x > h & (2.20a) \\ E_y(x) = B \cos(\kappa_c x) + C \sin(\kappa_c x) & 0 < x < h & (2.20b) \\ E_y(x) = D e^{-\gamma_{sub}(x+h)} & x < 0 & (2.20c) \end{cases}$$

Avec A,B,C et D les amplitudes des champs à déterminer, γ_{sub} et γ_{sup} sont les coefficients d'atténuation dans le substrat et le superstrat et κ_c est la composante transverse du vecteur d'onde \mathbf{k} dans le coeur. β est liée à κ_c , γ_{sup} et γ_{sub} par les relations :

$$\beta = \sqrt{k^2 n_c^2 - \kappa_c^2} \quad (2.21a)$$

$$\gamma_{sup} = \sqrt{\beta^2 - k^2 n_{sup}^2} \quad (2.21b)$$

$$\gamma_{sub} = \sqrt{\beta^2 - k^2 n_{sub}^2} \quad (2.21c)$$

Après l'application des conditions aux limites, l'amplitude du champ électrique dans chaque région prend la forme :

$$\begin{cases} E_y(x) = E_0 e^{-\gamma_{sup}x} & x > h & (2.22) \\ E_y(x) = E_0 \left(\cos(\kappa_c x) - \frac{\gamma_{sup}}{\kappa_c} \sin(\kappa_c x) \right) & 0 < x < h & (2.23) \\ E_y(x) = E_0 \left(\cos(\kappa_c h) + \frac{\gamma_{sub}}{\kappa_c} \sin(\kappa_c h) \right) e^{-\gamma_{sub}(x+h)} & x < 0 & (2.24) \end{cases}$$

De plus, l'application des conditions aux limites permet de mettre en évidence une équation aux valeurs propres pour calculer les valeurs de κ_c et de déduire les valeurs de $\gamma_{sup}, \gamma_{sub}$ et β par l'intermédiaire des relations 2.21a-2.21c.

Pour la polarisation TE, l'équation aux valeurs propres s'écrit :

$$\tan(h\kappa_c) = \frac{(\gamma_{sub} + \gamma_{sup})}{\kappa_c \left(1 - \frac{\gamma_{sup}\gamma_{sub}}{\kappa_c^2} \right)} \quad (2.25)$$

L'équation aux valeurs propres pour TM s'écrit :

$$\tan(h\kappa_c) = \frac{\kappa_c \left(\frac{n_c^2}{n_{sub}^2} \gamma_{sub} + \frac{n_c^2}{n_{sup}^2} \gamma_{sup} \right)}{\kappa_c^2 - \frac{n_c^4}{n_{sup}^2 n_{sub}^2} \gamma_{sup} \gamma_{sub}} \quad (2.26)$$

La résolution numérique des équations 2.25 et 2.26 se fait sur l'intervalle borné :

$$\kappa_c \in [0; \sqrt{k^2 n_c^2 - \min(k^2 n_{sup}^2; k^2 n_{sub}^2)}] \quad (2.27)$$

La condition de propagation résumée par la relation 2.19 permet de trouver les valeurs de β vérifiant les équations aux valeurs propres 2.25-2.26.

La résolution numérique de l'équation aux valeurs propres 2.25 est présentée en Figure 2.4.a). Chaque valeur propre de β vérifiant aussi l'équation 2.19 correspond à un mode guidé dans le guide plan. L'amplitude des solutions peut alors être tracée en Figure 2.4.b). L'analyse de la Figure 2.4.b) permet de mettre en évidence certaines propriétés simples de la répartition de l'amplitude du champ dans un guide. Pour commencer, le champ pénètre plus dans le substrat que dans le superstrat. En effet, le contraste d'indice entre le coeur et le substrat est plus faible qu'entre le coeur et le superstrat. De plus le déconfinement des modes d'ordre supérieur dans le substrat et le superstrat est plus élevé. Nous verrons par la suite que l'étude du confinement est particulièrement important pour le couplage entre les guides et l'utilisation des guides intégrés pour la biodétection.

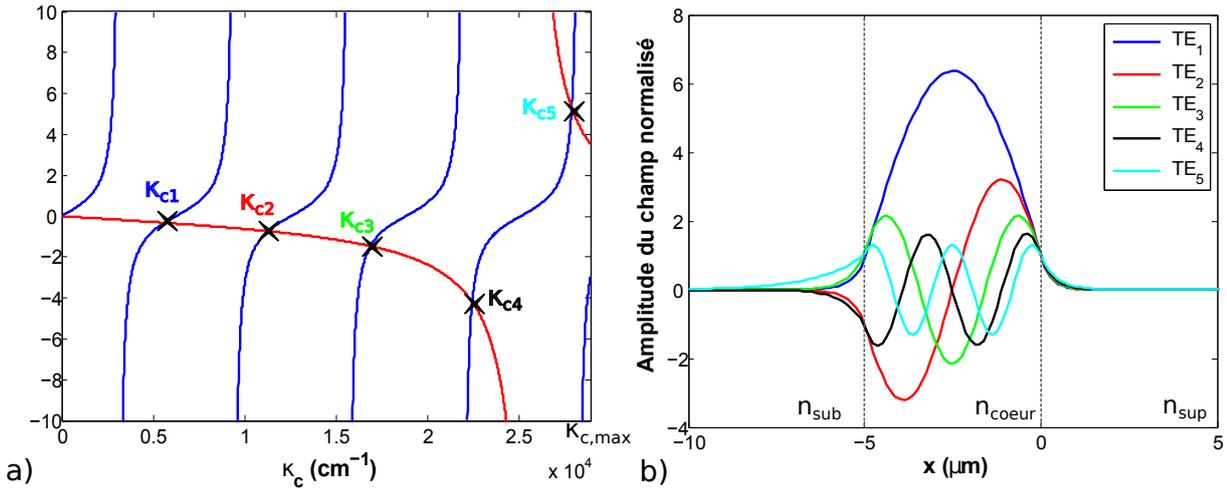


FIGURE 2.4 – a) Résolution graphique de l'équation aux valeurs propres (eq.2.25) pour le mode TE pour $n_{sup} = 1.31$, $n_c = 1.57$, $n_{sub} = 1.41$ et $h = 5 \mu m$ pour la polarisation TE
 b) Tracé de l'amplitude des modes TE pour les valeurs propres correspondantes

Enfin, on peut s'intéresser au nombre de modes qui peuvent être guidés ainsi qu'aux paramètres qui peuvent faire varier le nombre de modes guidés. Pour cela, on peut observer l'effet de chacun des paramètres sur l'équation aux valeurs propres, ou utiliser des paramètres de normalisation décrits dans [1]. En effet, nous verrons pour l'application biocapteur que les guides ne laissant se propager qu'un seul mode (monomode) sont particulièrement intéressants.

2.2.2 Propagation guidée à confinement 2D

Afin de confiner la lumière latéralement et pour faciliter sa manipulation à la surface d'un substrat, on réduit le coeur suivant deux dimensions. Les guides d'onde rectangulaires permettent de réaliser des structures plus complexes comme les micro-résonateurs présentés par la suite. En Figure 2.5, quatre types de guides courants sont présentés : les guides rectangulaires enterrés (Figure 2.5.a)), les guides affleurant possédant une interface avec le milieu extérieur (solutions contenant des analytes dans le cas d'un transducteur) (Figure 2.5.b)), les guides ridges (Figure 2.5.c)) et les guides rubans (rib) (Figure 2.5.d)). Nous verrons par la suite que des variantes de ces guides ont été adaptées spécifiquement pour améliorer la sensibilité de transducteurs optiques intégrés.

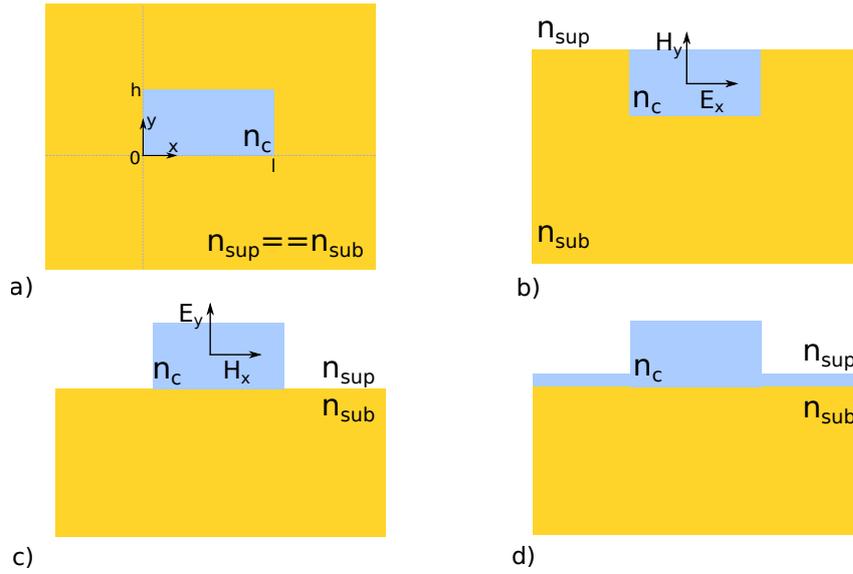


FIGURE 2.5 – a) Guide rectangulaire enterré b) Guide affleurant avec un champ quasi-TE orienté suivant x c) Guide ridge avec un champ quasi-TM orienté suivant y d) Guide ruban

Comme pour les guides plans, il est nécessaire de connaître la structure modale de ces guides afin de prédire leurs conditions de propagation et leur sensibilité aux analytes dans le cas d'applications capteurs développées dans cette thèse. L'ajout d'une deuxième dimension augmente la complexité de la résolution de l'équation d'onde et ne permet pas de résoudre analytiquement le contenu modal du guide.

Cependant des méthodes analytiques approchées, comme la méthode des indices effectifs utilisée dans cette thèse, ont été développées pour calculer le contenu modal d'un guide rectangulaire. Pour des guides plus complexes, il est nécessaire de passer par une résolution numérique vectorielle du contenu modal comme la méthode des différences finies. Cette méthode qui a été implémentée sous Matlab par l'équipe de Thomas E. Murphy de l'Université du Maryland [3] est utilisée pour évaluer les indices effectifs dans cette thèse. Comme pour le guide plan, on désigne les modes d'un guide à confinement 2D par le nombre d'extrema dans l'amplitude du champ électrique. Dans le cas du confinement 2D, il existe des extrema suivant les deux directions de confinement x et y . Contrairement aux guides plans, le champ électrique n'est pas strictement aligné suivant x ou y . En effet, les conditions aux limites sur les coins extérieurs du guide imposent un couplage entre les composantes x et y du champ. Les modes sont donc désignés par E_{nm}^x pour un champ électrique orienté préférentiellement suivant x et possédant $n - 1$ et $m - 1$ extrema suivant l'axe x et y respectivement. Dans ce cas on parle aussi de mode quasi-TE (composantes E_x et H_y du champ dominant) en référence au guide plan. De même, un champ électrique orienté majoritairement suivant y est noté E_{nm}^y et peut être désigné comme un mode quasi-TM (composantes E_y et H_x du champ dominant). Le mode fondamental possédant un extremum est donc noté E_{00}^x ou E_{00}^y pour TE et TM. Puis les modes TE d'ordre 1 présentent 2 maxima suivant x pour E_{10}^x ou suivant y pour E_{01}^x . Pour les modes d'ordre supérieur, des modes dégénérés peuvent apparaître notamment pour les guides carrés enterrés.

2.2.3 Principales techniques de calcul des modes

Les techniques de modélisation optique utilisées dans cette thèse pour calculer le contenu modal d'un guide sont la méthode des indices effectifs et la méthode des différences finies (FDM) implémentées sur Matlab par l'équipe de Murphy [3], ainsi que sur le logiciel commercial FIMMWAVE [4].

2.2.3.1 Modèles analytiques

La méthode des indices effectifs convertit le problème à deux dimensions du guide rectangulaire en une résolution successive de deux guides plans. On calcule d'abord la constante de propagation (eq.2.15) d'un guide plan équivalent horizontal puis on utilise l'indice effectif calculé pour résoudre le guide plan vertical. On repart ensuite de l'équation d'onde 2.16 développée dans le cas du guide plan polarisé préférentiellement suivant l'axe y . Cependant, dans le cas du confinement 2D, la condition de symétrie suivant y n'est plus vraie, on a donc :

$$\frac{\partial E_y^2}{\partial x^2} + \frac{\partial E_y^2}{\partial y^2} + (k_0^2 n^2(x, y) - \beta^2) E_y = 0 \quad (2.28)$$

On suppose que le champ E_y peut être exprimé en séparant les composantes du champ suivant x et y :

$$E_y(x, y) = X(x)Y(y) \quad (2.29)$$

Dans le cas où la séparation des variables n'est plus valable, la méthode des indices effectifs n'est plus adéquate pour calculer la structure modale du guide. On peut réécrire l'équation 2.29 en la divisant par XY . On obtient :

$$\frac{1}{X} \frac{\partial X^2}{\partial x^2} + \frac{1}{Y} \frac{\partial Y^2}{\partial y^2} + (k_0^2 n^2(x, y) - \beta^2) E_y = 0 \quad (2.30)$$

On sépare alors l'équation 2.30 en faisant apparaître une distribution d'indices effectifs dépendant de y qui sera ensuite injectée dans l'équation du plan y . La résolution peut aussi se faire en évaluant une distribution d'indice effectif suivant x . Le choix du sens de la résolution est important car l'erreur introduite par la méthode des indices effectifs est différente dans un sens ou dans l'autre [5] :

$$\begin{cases} \frac{1}{X} \frac{\partial X^2}{\partial x^2} + (k_0^2 n^2(x, y) - k_0^2 n_{eff,y}^2(y)) E_y = 0 & (2.31a) \\ \frac{1}{Y} \frac{\partial Y^2}{\partial y^2} + (k_0^2 n_{eff,y}^2(y) - \beta^2) E_y = 0 & (2.31b) \end{cases}$$

La résolution de l'équation 2.31a revient à trouver l'indice effectif de trois guides plans horizontaux dont les indices effectifs sont ensuite notés $n_{eff,sup,y}$ pour le superstrat, $n_{eff,c,y}$

pour le coeur et $n_{eff,sub,y}$ pour le substrat et présentés en Figure.2.6 pour chaque section de guide. On a donc une distribution d'indices effectifs suivant y telle que :

$$\begin{cases} n_{eff,y} = n_{eff,sup,y} & y > h \\ n_{eff,y} = n_{eff,c,y} & 0 < y < h \\ n_{eff,y} = n_{eff,sub,y} & y < 0 \end{cases} \quad \begin{matrix} (2.32a) \\ (2.32b) \\ (2.32c) \end{matrix}$$

En fonction du type de guide utilisé, il est possible de simplifier le calcul. Par exemple, pour un guide ridge on a $n_{eff,sup,y} = n_{sup}$ et $n_{eff,sub,y} = n_{sub}$. Puis, dans la deuxième étape, la distribution d'indices effectifs $n_{eff,y}(y)$ est injectée dans l'équation 2.31b pour calculer la constante de propagation β du guide équivalent.

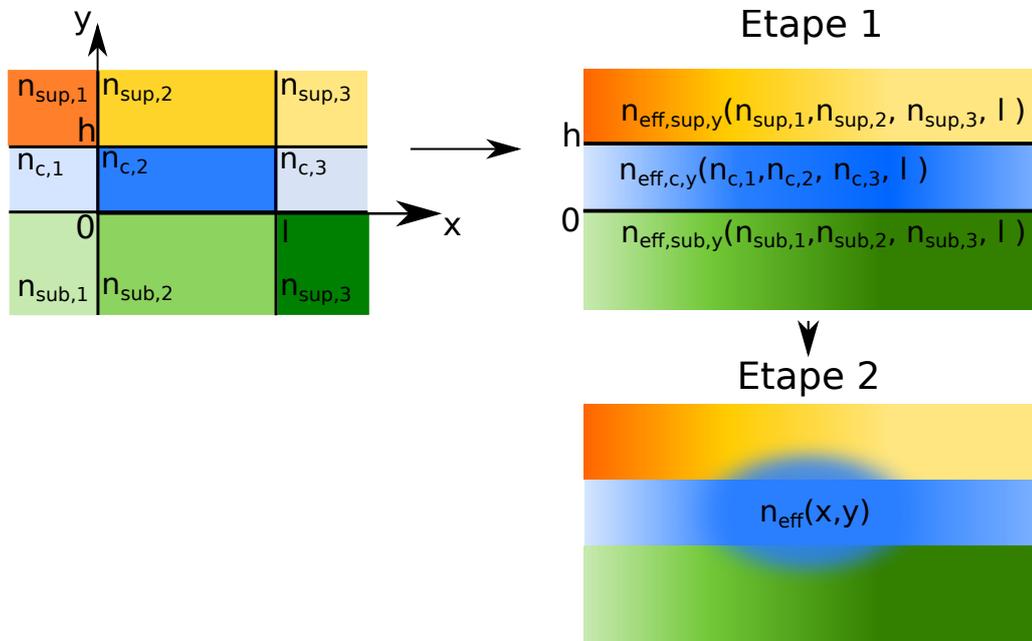


FIGURE 2.6 – Méthode des indices effectifs : étape 1 résolution de 3 guides plans horizontaux, étape 2 résolution d'un guide plan vertical

2.2.3.2 Modèles numériques

La méthode des différences finies implémentée sous Matlab [3] permet de calculer le contenu modal d'un guide de section quelconque. Cette méthode a été privilégiée pour évaluer les zones monomodales des guides, par exemple en fonction des dimensions des guides en Figure 2.7. Elle a notamment été adaptée pour effectuer des "mappings" d'indices effectifs en fonction de la hauteur et de la largeur du guide. La FDM a aussi été utilisée pour étudier la propagation du champ dans des coupleurs et sera présentée en Annexe n°1.

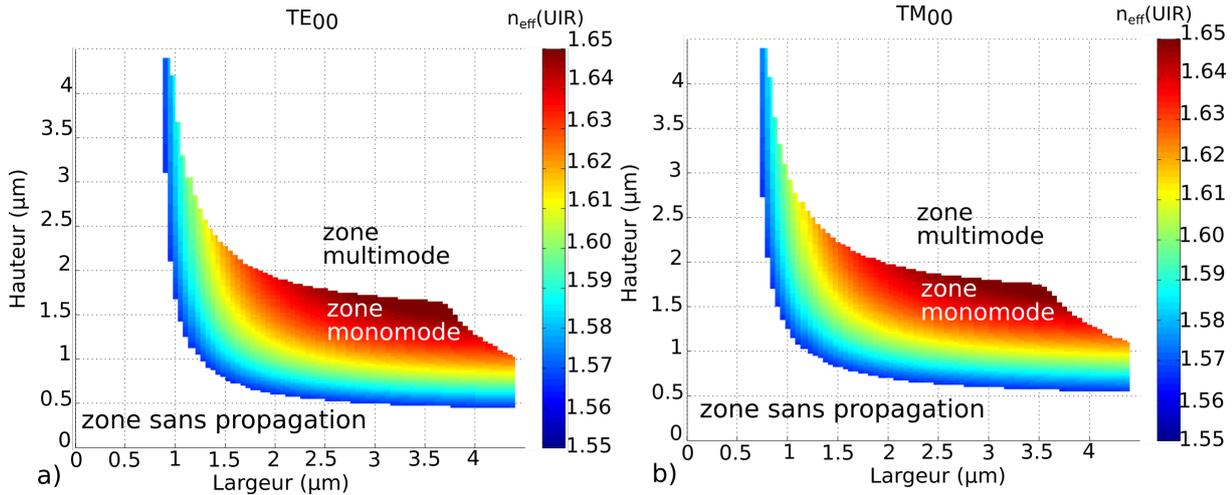


FIGURE 2.7 – Indice effectif de la zone monomode pour un guide ridge en fonction des dimensions du guide pour un indice de coeur $n_c = 1,7$, un substrat d'indice $n_{sub} = 1,57$ et un superstrat d'eau ($n_{sup} = 1,31$) @ $1,55 \mu m$, a) Pour le mode TE_{00} , b) Pour le mode TM_{00}

2.2.4 Couplage entre guides

Le couplage évanescent entre deux guides intégrés est décrit par la théorie de couplage de modes "*Coupled Mode Theory*" (CMT) [6]. La CMT repose sur l'apparition d'un échange d'énergie entre les modes par l'intermédiaire d'une perturbation. Cette dernière peut provenir d'une variation de la constante diélectrique de la structure suivant l'axe de propagation. Cette perturbation peut être utile comme dans le cas des réseaux de diffraction, mais elle est aussi à l'origine de pertes optiques comme les pertes de rugosité de surface des guides décrites plus loin. Le deuxième type de perturbation est un champ électrique venant d'une seconde source qui vient exciter un mode guidé. Cette perturbation est utilisée pour le couplage entre deux guides soit par couplage évanescent, soit par couplage bout-à-bout. Nous nous intéressons ici aux types de couplage entre les guides qui seront utilisés dans les capteurs optiques développés dans le cadre de la thèse.

2.2.4.1 Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés par l'approche perturbative

Le couplage évanescent entre deux guides intégrés identiques, représenté et décrit en Figure 2.8, est une solution privilégiée pour effectuer des couplages dans les structures intégrées lorsqu'il est nécessaire de maîtriser précisément le taux de couplage entre les deux guides. Ce type de couplage est décrit en Figure 2.8. Une interaction entre les modes EM des deux guides apparaît. Si les profils des modes ne varient pas significativement pendant le couplage, l'évolution de la propagation dans le coupleur peut être étudiée à l'aide de la théorie des perturbations. Cette méthode est décrite dans [7], et le développement est rappelé après.

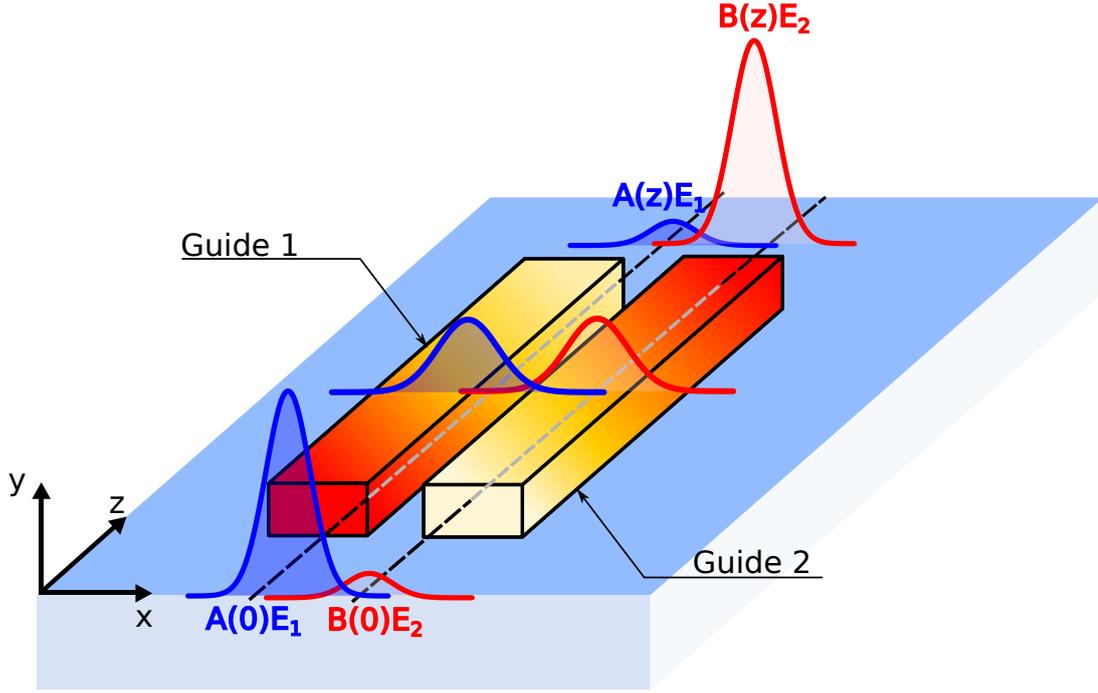


FIGURE 2.8 – Echange d'énergie entre deux guides par couplage évanescent

Les modes des guides 1 et 2 vérifient les équations de Maxwell. Lorsque les guides sont mis à proximité l'un de l'autre, on suppose que le champ EM dans le coupleur (E_c, H_c) formé par les deux guides sera une somme des champs EM de chaque guide ($E_{1,2}, H_{1,2}$) pris séparément pondérée par des coefficients $A(z)$ et $B(z)$ évoluant suivant z et définis par la relation :

$$\begin{cases} E_c = A(z)E_1 + B(z)E_2 & (2.33a) \\ H_c = A(z)H_1 + B(z)H_2 & (2.33b) \end{cases}$$

Les champs E_c et H_c doivent aussi vérifier les équations de Maxwell. Le développement des équations de Maxwell permet de mettre en relation $A(z)$, $B(z)$, et les constantes de propagation β_1 et β_2 sous la forme :

$$\begin{cases} \frac{dA}{dZ} + c_{12} \frac{dB}{dZ} \exp(-j(\beta_2 - \beta_1)z) + j\chi_1 A + j\kappa_{12} B \exp(-j(\beta_2 - \beta_1)z) = 0 & (2.34a) \\ \frac{dB}{dZ} + c_{21} \frac{dA}{dZ} \exp(-j(\beta_2 - \beta_1)z) + j\chi_2 B + j\kappa_{21} A \exp(-j(\beta_2 - \beta_1)z) = 0 & (2.34b) \end{cases}$$

Faisant intervenir κ_{pq} , c_{pq} et $\chi_{p,q}$ qui sont respectivement le coefficient de couplage évanescent, le coefficient de couplage bout à bout et le déphasage entre les deux guides :

$$\left\{ \begin{array}{l} \kappa_{pq} = \frac{\omega\mu_0 \int_{-\infty}^{+\infty} (N(x,y)^2 - N_q^2) \mathbf{E}_p \mathbf{E}_q^* dx dy}{\int_{-\infty}^{+\infty} \mathbf{u}_z \cdot (\mathbf{E}_p^* \times \mathbf{H}_p + \mathbf{E}_p \times \mathbf{H}_p^*) dx dy} \\ c_{pq} = \frac{\int_{-\infty}^{+\infty} \mathbf{u}_z (\mathbf{E}_p^* \times \mathbf{H}_q + \mathbf{E}_q \times \mathbf{H}_p^*) dx dy}{\int_{-\infty}^{+\infty} \mathbf{u}_z \cdot (\mathbf{E}_p^* \times \mathbf{H}_p + \mathbf{E}_p \times \mathbf{H}_p^*) dx dy} \\ \chi_{p,q} = \frac{\omega\mu_0 \int_{-\infty}^{+\infty} (N(x,y)^2 - N_{p,q}^2) \mathbf{E}_{p,q} \mathbf{E}_{p,q}^* dx dy}{\int_{-\infty}^{+\infty} \mathbf{u}_z \cdot (\mathbf{E}_{p,q}^* \times \mathbf{H}_{p,q} + \mathbf{E}_{p,q} \times \mathbf{H}_{p,q}^*) dx dy} \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.35a) \\ (2.35b) \\ (2.35c) \end{array}$$

avec (p,q)=(1,2) ou (2,1) dans les équations 2.34a et 2.34b, N(x,y) le profil d'indice et $N_{p,q}$ l'indice dans le coeur du guide (p,q) respectivement.

Dans la suite de cette étude, nous nous intéresserons particulièrement à des guides faiblement couplés et avec des désaccords de constantes de propagation faibles. Dans ce cas, il a été montré que $c_{pq}, \chi_{p,q} \ll \kappa_{pq}$ [7]. L'évolution des amplitudes $A(z)$ et $B(z)$ des champs dans chaque guide est donc régie par le coefficient de couplage κ_{pq} et le désaccord modal $\beta_2 - \beta_1$. Le désaccord modal peut être calculé facilement en évaluant l'indice effectif dans chaque guide à l'aide des méthodes décrites en parties 2.2.3.1 ou 2.2.3.2. Le calcul du coefficient de couplage κ_{pq} nécessite d'évaluer le profil du champ dans le coupleur, il est détaillé en Annexe n°1. Aussi, nous pouvons simplifier les équations 2.34a et 2.34b qui s'écrivent alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dA}{dz} + j\kappa_{12} B \exp(-j(\beta_2 - \beta_1)z) = 0 \\ \frac{dB}{dz} + j\kappa_{21} A \exp(j(\beta_2 - \beta_1)z) = 0 \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.36a) \\ (2.36b) \end{array}$$

Dans la suite nous nous intéresserons d'abord au cas où le désaccord de phase est non nul, puis au cas simplifié de deux guides identiques où $\beta_1 = \beta_2$.

2.2.4.2 Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés différents ou modes différents

Dans le cas de deux guides intégrés différents ou du couplage d'un guide à l'autre sur des modes différents, les constantes de propagation des modes diffèrent de $\Delta = \beta_2 - \beta_1$. La description du couplage entre les guides présentée avec les relations 2.36a et 2.36b peut être réécrite :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dA}{dz} = -j\kappa_{12} B e^{-j\Delta z} \\ \frac{dB}{dz} = -j\kappa_{21} A e^{j\Delta z} \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (2.37a) \\ (2.37b) \end{array}$$

Les solutions $A(z)$ et $B(z)$ de cette équation sont donc des combinaisons linéaires des amplitudes initiales des champs $A(0)$ et $B(0)$ et s'écrivent :

$$\begin{pmatrix} A(z) \\ B(z) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t(z) & -j\kappa(z) \\ -j\kappa^*(z) & t^*(z) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A(0) \\ B(0) \end{pmatrix} \quad (2.38)$$

Avec $A(0)$ et $B(0)$ les amplitudes à l'entrée du coupleur ; κ et t les taux de couplage et de transmission sur la distance z respectivement. Ils dépendent des coefficients de couplage κ_{12} , κ_{21} et du désaccord modal Δ .

Dans le cas d'un couplage faiblement dissymétrique, on a ($\kappa_{21} = \kappa_{12} = \kappa$) et on peut exprimer κ et t :

$$\begin{cases} t(z) = [\cos(\gamma z) + j\frac{\Delta}{2\gamma}\sin(\gamma z)]\exp(-j\frac{\Delta}{2}z) & (2.39a) \\ \kappa(z) = \frac{\kappa}{\gamma}\sin(\gamma z)\exp(-j\frac{\Delta}{2}z) & (2.39b) \end{cases}$$

Avec $\gamma = \sqrt{\kappa^2 + (\frac{\Delta}{2})^2}$. Dans le cas où la lumière est injectée seulement dans le guide A, on peut introduire les amplitudes normalisées $A(0) = 1$ et $B(0) = 0$. La puissance optique dans chacun des guides 1 (P_a) et 2 (P_b) varie suivant z avec :

$$\begin{cases} P_a(z) \propto \frac{|A(z)|^2}{|A_0|^2} = 1 - E\sin^2(\gamma z) & (2.40a) \\ P_b(z) \propto \frac{|B(z)|^2}{|B_0|^2} = E\sin^2(\gamma z) & (2.40b) \end{cases}$$

Avec E l'efficacité du couplage :

$$E = \frac{1}{1 + (\frac{\Delta}{2\kappa})^2} \quad (2.41)$$

La longueur caractéristique de la période du battement de puissance entre les deux guides s'écrit :

$$L_\pi = \frac{\pi}{2\sqrt{\kappa^2 + (\frac{\Delta}{2})^2}} \quad (2.42)$$

L'évolution de la puissance optique pour un désaccord de phase faible est représentée en Figure 2.9. On peut observer qu'un faible désaccord de phase Δ entre les deux guides est critique pour l'obtention d'un couplage évanescent suffisant. Cette observation est importante dans le cas où l'on souhaite coupler deux guides en matériaux différents ou de dimensions différentes qui n'ont pas le même indice effectif n_{eff} . Cette problématique définira en partie le choix du design des guides hybrides silicium poreux - polymères qui seront présentés dans le Chapitre 4.

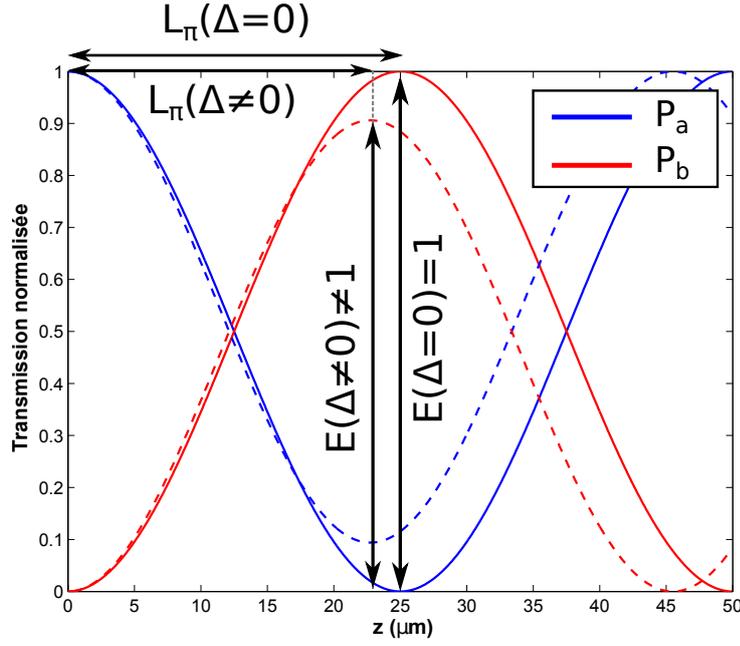


FIGURE 2.9 – Evolution de la puissance dans deux guides droits couplés par couplage évanescent en fonction de la distance de propagation z pour $\Delta = 0.0405 \mu\text{m}^{-1}$ et $\kappa = \frac{2\pi}{100} \mu\text{m}^{-1}$

2.2.4.3 Couplage co-propagatif évanescent entre deux guides intégrés identiques

Dans le cas d'un couplage co-propagatif entre deux guides intégrés identiques, les modes de chaque guide possèdent une constante de propagation identique, $\beta_1 = \beta_2$. Dans ce cas $\Delta = 0$ et $\gamma = \kappa$, les équations 2.36a et 2.36b peuvent être simplifiées :

$$\begin{cases} \frac{dA}{dz} = -j\kappa_{12}B \\ \frac{dB}{dz} = -j\kappa_{21}A \end{cases} \quad (2.43a)$$

$$\begin{cases} \frac{dA}{dz} = -j\kappa_{12}B \\ \frac{dB}{dz} = -j\kappa_{21}A \end{cases} \quad (2.43b)$$

Comme pour le cas général, les équations peuvent s'écrire sous la forme :

$$\begin{pmatrix} A(z) \\ B(z) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t(z) & -j\kappa(z) \\ -j\kappa^*(z) & t^*(z) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A(0) \\ B(0) \end{pmatrix} \quad (2.44)$$

Les taux de couplage et de transmission $\kappa(z)$ et $t(z)$ respectivement, s'écrivent simplement en fonction de κ_{12} :

$$\begin{cases} t(z) = \cos(\kappa_{12} z) \\ \kappa(z) = \sin(\kappa_{12} z) \end{cases} \quad (2.45a)$$

$$\begin{cases} t(z) = \cos(\kappa_{12} z) \\ \kappa(z) = \sin(\kappa_{12} z) \end{cases} \quad (2.45b)$$

Dans ce cas, nous voyons que κ et t sont liés par la relation $|\kappa|^2 + |t|^2 = 1$. L'énergie est alors transférée périodiquement d'un guide à l'autre avec une période spatiale $L_\pi = \frac{\pi}{2\kappa}$.

Dans le cas où la lumière est injectée seulement sur le guide A, on peut introduire les amplitudes normalisées $A(0) = 1$ et $B(0) = 0$. La puissance optique dans chacun des guides varie suivant z selon :

$$\begin{cases} P_a(z) \propto \frac{|A(z)|^2}{|A_0|^2} = t^2(z) & (2.46a) \\ P_b(z) \propto \frac{|B(z)|^2}{|B_0|^2} = \kappa^2(z) & (2.46b) \end{cases}$$

Dans le cas d'un couplage avec des guides dont l'espacement $e(z)$ évolue suivant l'axe de propagation z , le coefficient de couplage κ_{12} dépend de z . Pour un couplage entre deux portions de guide circulaire de rayon R et une portion de guide droit, présenté en Figure 2.10, la séparation $e(z)$ entre les guides s'écrit :

$$e(z) = g + R(1 - \cos(\theta)) \quad (2.47)$$

Avec $\theta = \arcsin(\frac{z}{R})$ défini entre $z \in [0; R]$ (Figure 2.10) et g l'écart (ou gap) entre les deux guides pour $\theta = \frac{\pi}{2}$. Les taux de couplage et de transmission sur l'ensemble de la section s'écrivent alors en intégrant les coefficients $\kappa_{12}(z)$ et $t_{12}(z)$ suivant z :

$$\begin{cases} t = \cos(2 \int_0^R \kappa_{12}(e(z)) dz + L_c \kappa(g)) & (2.48a) \\ \kappa = \sin(2 \int_0^R \kappa_{12}(e(z)) dz + L_c \kappa(g)) & (2.48b) \end{cases}$$

Nous observons que le taux de couplage et de transmission κ et t dépendent de paramètres géométriques du coupleur : R , L_c et g ainsi que des indices de réfraction et de la géométrie du guide à travers la répartition du champ EM nécessaire au calcul des coefficients de couplage (équation 2.35a). Le calcul du taux de couplage par la méthode analytique de Marcatali [8] ou par méthode numérique en utilisant l'expression des champs calculés par FDM [3] est détaillé en Annexe n°1.

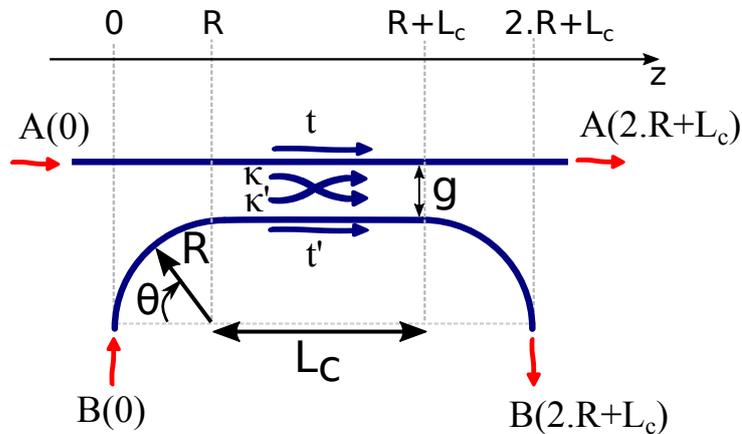


FIGURE 2.10 – Illustration du couplage entre deux guides

2.2.5 Pertes dans les guides intégrés

Les pertes jouent un rôle important dans les guides intégrés. Elles limitent la distance sur laquelle le signal peut être propagé et réduisent les performances des capteurs. Les pertes optiques linéaires sont données en cm^{-1} ou dB/cm et suivent la relation :

$$\begin{cases} P_s = P_e \cdot 10^{\frac{-\alpha_{dB/cm} L}{10}} & (2.49a) \\ P_s = P_e \cdot e^{-\alpha_{cm^{-1}} L} & (2.49b) \end{cases}$$

avec P_e et P_s les puissances optiques en entrée et en sortie du guide, L la longueur de propagation dans le guide et α les pertes de propagation optique. Pour α , la conversion entre cm^{-1} et dB/cm s'écrit donc :

$$\alpha_{cm^{-1}} = \frac{\ln(10)}{10} \alpha_{dB/cm} \quad (2.50)$$

Dans les fibres optiques pour les télécommunications, les pertes sont de l'ordre de 0,1 dB/km [9] et sont limitées par les pertes d'absorption liées aux matériaux et aux impuretés. Dans le cas des guides intégrés de géométrie rectangulaires ou ruban (Figure 2.5), les pertes sont souvent de l'ordre du dB/cm et sont limitées par les rugosités du guide apparaissant lors de sa fabrication. Cependant les pertes les plus faibles sont inférieures à 1 dB/m [10] pour les guides en Si et Si_3N_4 et sont limitées par les pertes du matériau comme la silice dans le cas de la fibre. Les différentes contributions des pertes sont l'absorption des matériaux, l'absorption due aux impuretés, la diffusion volumique, la diffusion de surface, les pertes par courbure du guide présentées en Figure 2.11. L'origine des différentes contributions des pertes est décrite ci-dessous. Leur classification par ordre d'importance est spécifique à chaque type de guide et à son utilisation. Le calcul détaillé des pertes est réalisé en Chapitres 3 et 4 pour les cas spécifiques des guides en polymères et des guides en silicium poreux, les différentes contributions des pertes seront quantifiées dans le cas de ces guides.

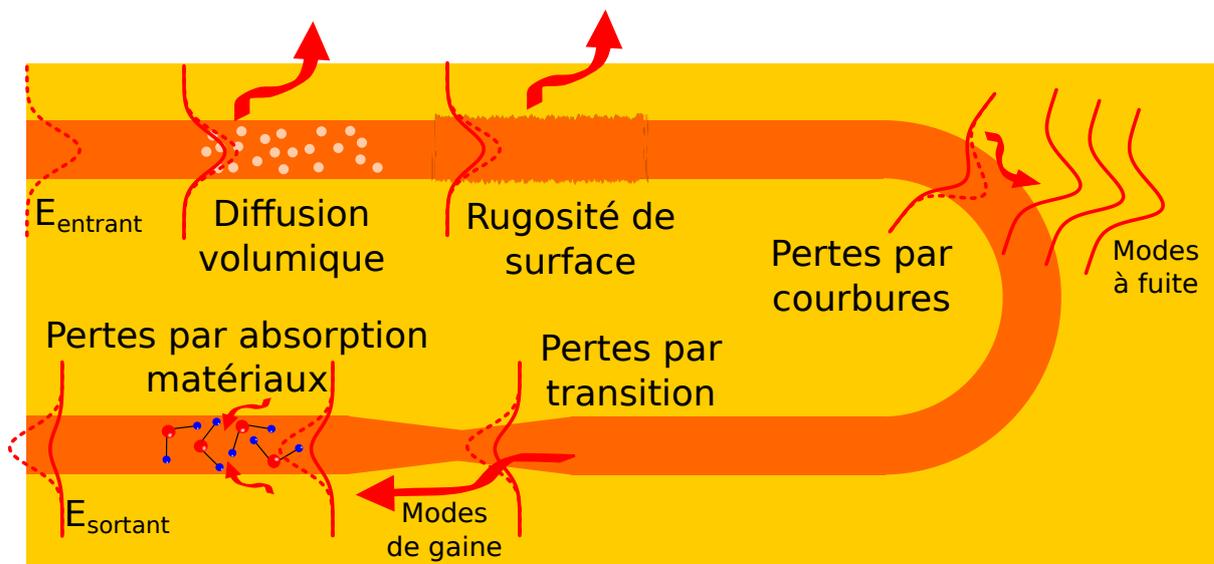


FIGURE 2.11 – Illustration des différentes contributions des pertes

2.2.5.1 Pertes par absorption des matériaux

Les pertes par absorption dépendent des matériaux utilisés. Elles peuvent venir de l'excitation vibrationnelle des molécules, du réseau cristallin, de l'absorption des porteurs libres ou des transitions électroniques dans le cas d'un solide.

Les pertes par absorption à étudier sont celles des matériaux constituant les guides optiques, qui seront les polymères dans le chapitre 3 ainsi que le silicium dopé et la silice (matériaux constitutifs du silicium poreux) dans le chapitre 4. On peut regarder dorénavant en Figure 2.12.a) les pertes d'absorption de l'eau [11], [12] qui est le solvant dans lequel se trouvent les analytes à détecter. L'absorption de la lumière par l'eau est très forte sur les gammes de longueurs d'onde couramment utilisées en optique intégrée (visible et proche infrarouge). Dans la gamme 1500-1650 nm (Figure 2.12.b)) utilisée dans cette thèse, l'eau présente une absorption forte et son absorption décroît avec la longueur d'onde. L'absorption de l'eau est donc une contrainte importante pour la fabrication de transducteurs optiques dans le proche infrarouge.

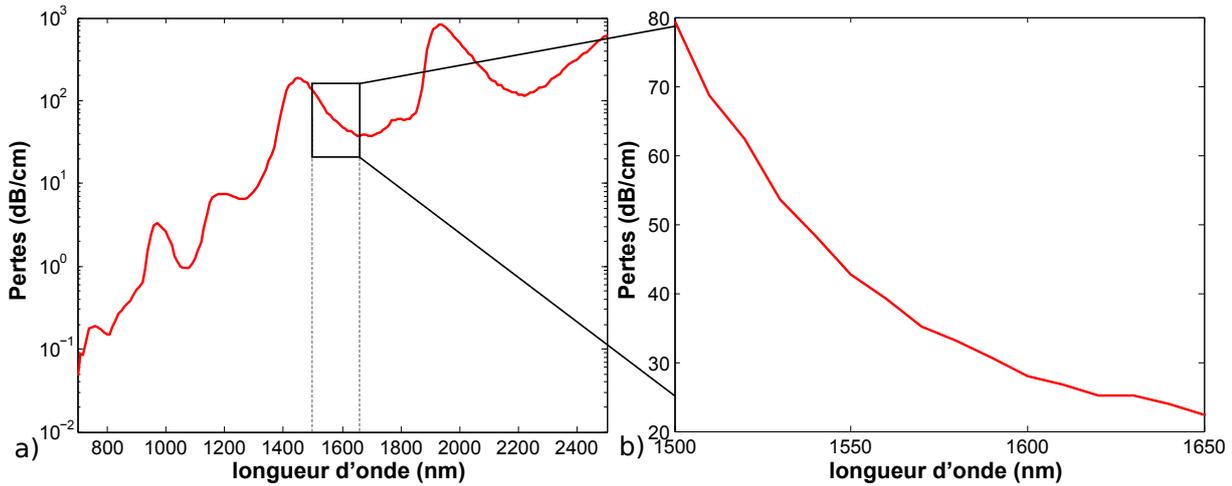


FIGURE 2.12 – a) Pertes de l'eau entre 700 nm et 2500 nm b) Zoom sur les pertes de l'eau entre 1500 nm et 1650 nm

2.2.5.2 Pertes par diffusion aux interfaces

Les pertes par diffusion aux interfaces sont dues aux rugosités du guide qui sont inhérentes au matériau utilisé (comme dans le cas d'un matériau poreux [13]) ou qui apparaissent lors de la fabrication du guide (lors des étapes de photolithographie ou de gravure [14]). Des modèles analytiques de calcul de pertes par diffusion aux interfaces existent, ils prennent en compte les rugosités ainsi que les paramètres optiques et géométriques du guide.

2.2.5.3 Pertes par diffusion de volume

Les pertes par diffusion de volume peuvent apparaître si le matériau présente des impuretés ou des hétérogénéités d'indice de réfraction au sein du guide. Le modèle doit être adapté spécifiquement à chaque cas en fonction du type d'impuretés (caractéristiques physiques (absorption et indice de réfraction) et géométrique (taille, forme)). Un modèle analytique qui permet de calculer les pertes par diffusion de volume dans un matériau poreux présentant des pores colonnaires sera utilisé en Chapitre 4.

2.2.5.4 Pertes par transition

Les pertes par transition apparaissent lorsque le profil axial du guide évolue, notamment dans les *tapers*, dans les transitions entre guides droits et guides courbés et dans les guides courbés. Ces pertes sont dues au couplage entre le mode guidé et d'autres modes guidés ou des modes radiatifs. Les pertes par courbures seront évaluées dans le chapitre 3 et le chapitre 4 à l'aide du logiciel FIMMWAVE. Les pertes induites par des *tapers* seront calculées dans le chapitre 4.

2.2.5.5 Pertes par courbures

Les pertes par courbures sont des pertes liées au couplage entre le mode guidé et des modes radiatifs. Ces pertes peuvent être calculées numériquement en fonction du rayon de courbure, afin de déterminer un rayon de courbure pour lequel les pertes de courbure sont faibles devant les autres composantes des pertes. Les paramètres opto-géométriques du guide (géométrie et indices de réfraction) peuvent aussi être optimisés dans le cas où de faibles rayons de courbure sont nécessaires.

2.2.5.6 Pertes non-linéaires

Dans le cas où la puissance dans les guides intégrés ne suit pas la relation 2.49a relatives aux pertes linéaires, un modèle incluant la contribution des pertes non-linéaires peut être ajouté. Dans le chapitre 4, la contribution de l'absorption à deux photons dans le silicium poreux sera comparée aux différentes contributions des pertes linéaires.

2.3 Théorie sur les micro-résonateurs

Les micro-résonateurs (MRs) sont utilisés comme transducteurs optiques pour la bio-détection parce qu'ils permettent une faible limite de détection et une grande capacité d'intégration afin d'effectuer des mesures multiplexées. Les notions théoriques importantes associées aux MRs sont présentées dans cette partie.

2.3.1 Principe d'un micro-résonateur

Les MRs consistent en un ou plusieurs guides d'onde d'accès couplés à un guide en forme d'anneau ou d'hippodrome (ou *racetrack*). Lorsqu'on injecte de la lumière, dont la longueur de cohérence est suffisante en entrée d'un des guides d'onde d'accès, on observe qu'il existe une relation entre l'intensité de la lumière injectée en entrée et l'intensité de la lumière en sortie en fonction de la longueur d'onde qui est décrite par une fonction de transfert détaillée ci-dessous. L'apparition de pics de résonance s'explique par un phénomène d'interférences entre la lumière circulant dans l'anneau et celle circulant dans le guide d'accès sans avoir été couplée.

2.3.2 Fonction de transfert d'un micro-résonateur

Les MRs présentés en Figure 2.13 sont composés d'un guide d'accès couplé à un guide en forme d'anneau à l'aide du couplage inter-guide présenté en 2.2.4. Lorsque l'on souhaite maîtriser le taux de couplage entre les guides d'accès et le MR, nous avons vu en partie 2.2.4 que le gap entre le guide d'accès et le MR peut être adapté. Technologiquement, nous verrons qu'il est difficile de réaliser des gaps de largeur inférieure à $0,5 \mu m$ par photolithographie classique. C'est pour cela que nous introduisons une longueur de couplage droite L_c ajustable dans la zone de couplage afin de contrôler le taux de couplage. Le MR prend alors une forme d'hippodrome ou "*racetrack*". La fonction de transfert peut être adaptée directement à partir de celle du MR seul en changeant le

périmètre de l'anneau par celui de l'hippodrome et en recalculant les taux de couplage, en tenant compte de la longueur de couplage L_c supplémentaire. Une adaptation de la fonction de transfert (pertes et phase) est possible afin de prendre en compte la longueur de couplage [15] [16] [17].

Le calcul de la fonction de transfert peut être réalisé à l'aide du formalisme matriciel du couplage détaillé en partie 2.2.4 dont la relation est adaptée avec les notations des amplitudes des champs présentées en Figure 2.13. Dans le cas du couplage entre des guides identiques et sans pertes de couplage, on peut adapter l'équation 2.44 :

$$\begin{pmatrix} E_{t1} \\ E_{t2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t & -j\kappa \\ -j\kappa^* & t^* \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{i1} \\ E_{i2} \end{pmatrix} \quad (2.51)$$

Dans le cas du MR, on peut aussi écrire une relation entre E_{t2} et E_{i2} [18] :

$$E_{t2} = e^{-\frac{\alpha}{2}L} e^{-j\phi} E_{i2} \quad (2.52)$$

En utilisant les équations 2.51 et 2.52 on en déduit la fonction de transfert pour un anneau simple dans le cas d'un couplage symétrique et sans pertes :

$$t_p(\lambda) = \frac{E_{t1}}{E_{i1}} = \frac{t - e^{-\alpha L} e^{j\phi}}{1 - t^* e^{-\alpha L} e^{j\phi}} \quad (2.53)$$

On définit le déphasage ϕ introduit par le champ EM après un tour de résonateur par rapport au champ non couplé dans le MR :

$$\phi = L\beta \quad (2.54)$$

Et les pertes par tour ("*round trip loss*") qui correspondent au coefficient de transmission en amplitude du champ après un tour dans le résonateur :

$$a = e^{(-L\frac{\alpha}{2})} \quad (2.55)$$

Avec L le périmètre du résonateur, α les pertes optiques de propagation dans le MR, $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot n_{eff}$ la constante de propagation dans le MR. n_{eff} est l'indice effectif du mode propagé dans le guide constituant le MR.

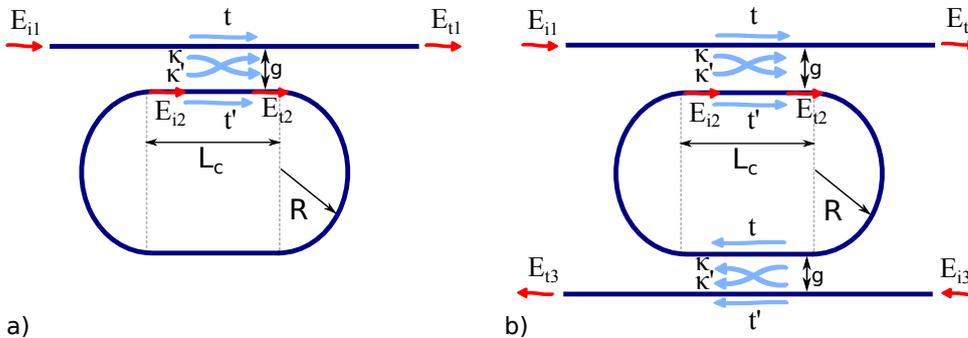


FIGURE 2.13 – a) Micro-résonateur de forme racetrack avec un seul guide d'accès (configuration "*pass*") b) Micro-résonateur avec un guide d'accès et un guide de sortie (configuration "*add-drop*")

De même, on peut calculer la fonction de transfert pour un MR présentant deux guides d'accès (configuration add-drop Figure.2.13.b)) dont les zones de couplage sont identiques :

$$t_{add-pass}(\lambda) = \frac{E_{t1}}{E_{i1}} = \frac{t(1 - e^{-\alpha L} e^{j\phi})}{1 - t^2 e^{-\alpha L} e^{j\phi}} \quad (2.56)$$

Lorsque le MR est couplé à un guide d'accès et un guide de sortie, la fonction de transfert devient :

$$t_{add-drop}(\lambda) = \frac{E_{t3}}{E_{i1}} = \frac{-\kappa^2 e^{-\frac{\alpha L}{2}} e^{j\frac{\phi}{2}}}{1 - t^2 e^{-\alpha L} e^{j\phi}} \quad (2.57)$$

La transmission normalisée correspondant au rapport entre les puissances optiques d'entrée et de sortie du MR peut être déduite en prenant le module au carré des fonctions de transfert calculées pour les champs électriques. Pour un MR en configuration pass, la transmission normalisée est tracée en Figure 2.14.a) :

$$T_p = |t_p(\lambda)|^2 = \frac{|E_{t1}|^2}{|E_{i1}|^2} = \frac{a^2 + |t|^2 - 2a|t|\cos(\phi)}{1 + a^2|t|^2 - 2a|t|\cos(\phi)} \quad (2.58)$$

Pour un MR avec deux guides d'accès, la transmission normalisée est tracée en Figure 2.14.b) :

$$T_{add-pass} = |t_{add-pass}(\lambda)|^2 = \frac{|E_{t1}|^2}{|E_{i1}|^2} = \frac{|t|^2 + |t|^2 a^2 - 2|t|^2 a \cos(\phi)}{1 + |t|^4 a^2 - 2|t|^2 a \cos(\phi)} \quad (2.59)$$

$$T_{add-drop} = |t_{add-drop}(\lambda)|^2 = \frac{|E_{t3}|^2}{|E_{i1}|^2} = \frac{(1 - |t|^2)^2 a}{1 + |t|^4 a^2 - 2|t|^2 a \cos(\phi)} \quad (2.60)$$

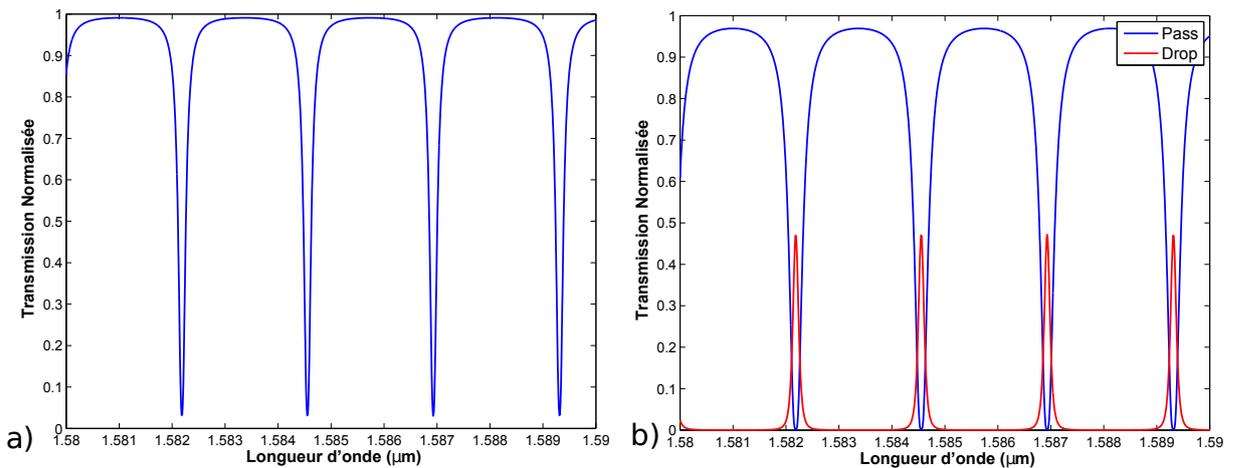


FIGURE 2.14 – a) Transmission en configuration pass b) Transmission en configuration add-drop (MR circulaire de rayon $100 \mu m$, guide ridge polymères SU8/PMATRIFE voir Chapitre 3)

2.3.3 Détail de la fonction de transfert

Afin d'étudier la fonction de transfert, différents paramètres peuvent être déduits de la fonction de transfert comme les longueurs d'onde de résonance, la Largeur à Mi-Hauteur (LMH), l'Intervalle Spectral Libre (ISL) entre deux résonances successives ainsi que le contraste de la résonance, le facteur de qualité et la finesse.

— **Longueur d'onde de résonance** λ_{res}

La position des résonances correspond à un déphasage ϕ par rapport à l'onde incidente multiple de 2π introduit par le MR comme illustré sur la Figure 2.15 :

$$\phi = \beta L = p \times 2\pi = L \frac{2\pi}{\lambda_{res}} n_{eff} \quad (2.61)$$

Avec p un entier.

On a donc :

$$p\lambda_{res} = Ln_{eff} \quad (2.62)$$

avec n_{eff} l'indice effectif du guide constituant le microrésonateur.

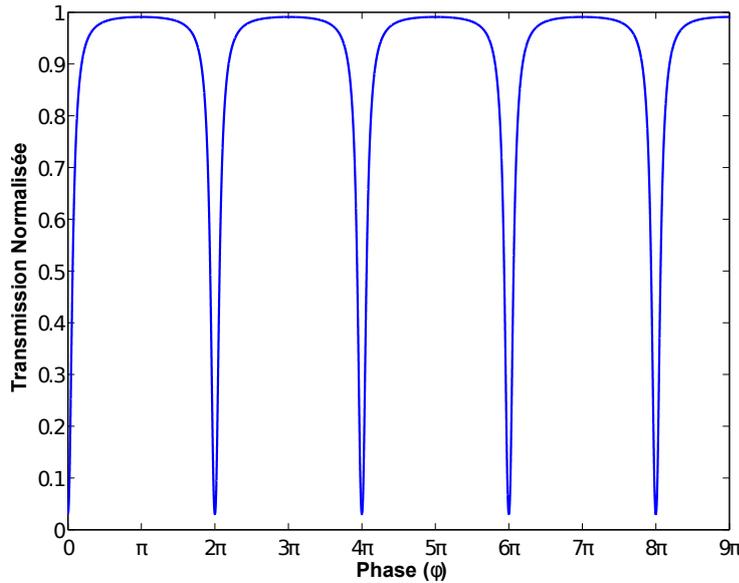


FIGURE 2.15 – Fonction de transfert d'un MR en configuration pass en fonction de la phase ϕ

— **Contraste**

Le contraste normalisé du MR s'écrit :

$$C = \frac{T_{max} - T_{min}}{T_{max} + T_{min}} \quad (2.63)$$

Avec T_{max} et T_{min} les maxima et minima de la fonction de transfert. Ils peuvent être définis analytiquement. Pour un MR en configuration pass, les minima sont

atteints pour la condition d'accord de phase $\phi = 2m\pi$ et les maxima sont atteints pour le désaccord de phase $\phi = 2m\pi + 1$ comme illustré sur la Figure 2.15 :

$$T_{p,min} = P_p(\phi = 2m\pi) = \frac{(a - |t|)^2}{(1 - a|t|)^2} \quad (2.64a)$$

$$T_{p,max} = P_p(\phi = (2m + 1)\pi) = \frac{(a + |t|)^2}{(1 + a|t|)^2} \quad (2.64b)$$

$$T_{add-pass,min} = P_{adp}(\phi = 2m\pi) = \frac{|t|^2(1 - a)^2}{(1 - |t|^2a)^2} \quad (2.64c)$$

$$T_{add-pass,max} = P_{adp}(\phi = (2m + 1)\pi) = \frac{|t|^2(1 + a)^2}{(1 + |t|^2a)^2} \quad (2.64d)$$

Le contraste peut être tracé analytiquement pour les deux configurations en fonction du taux de transmission $|t|$ et des pertes par tour a . Il est représenté en Figure 2.16. On observe pour les deux configurations que pour chaque valeur des pertes, il est possible de choisir une valeur de $|t|$ critique appelée $|t_{crit}|$ qui maximise le contraste. Lorsque $|t| < |t_{crit}|$, le MR est sur-couplé et lorsque $|t| > |t_{crit}|$, le MR est sous-couplé.

Nous observons que quand la valeur de a diminue, i.e, les pertes ou la longueur dans le résonateur augmentent, la puissance maximale transmise diminue pour un contraste équivalent. En effet il est nécessaire de coupler une amplitude de champ plus importante dans le MR pour contrecarrer l'effet des pertes.

Il est donc important de limiter les pertes optiques α ou le périmètre du résonateur L pour obtenir un bon contraste sans perdre trop de puissance. De plus, nous verrons qu'il est difficile d'observer expérimentalement des résonances dont la valeur du contraste est faible. Ainsi, si les pertes sont connues, on peut déterminer des longueurs maximales de résonateurs au-delà desquelles la puissance maximale transmise ne sera plus suffisante (quelle que soit la valeur du coefficient de couplage) pour observer correctement les résonances. En effet, l'écart entre la puissance transmise et le seuil de détection du détecteur sera trop faible.

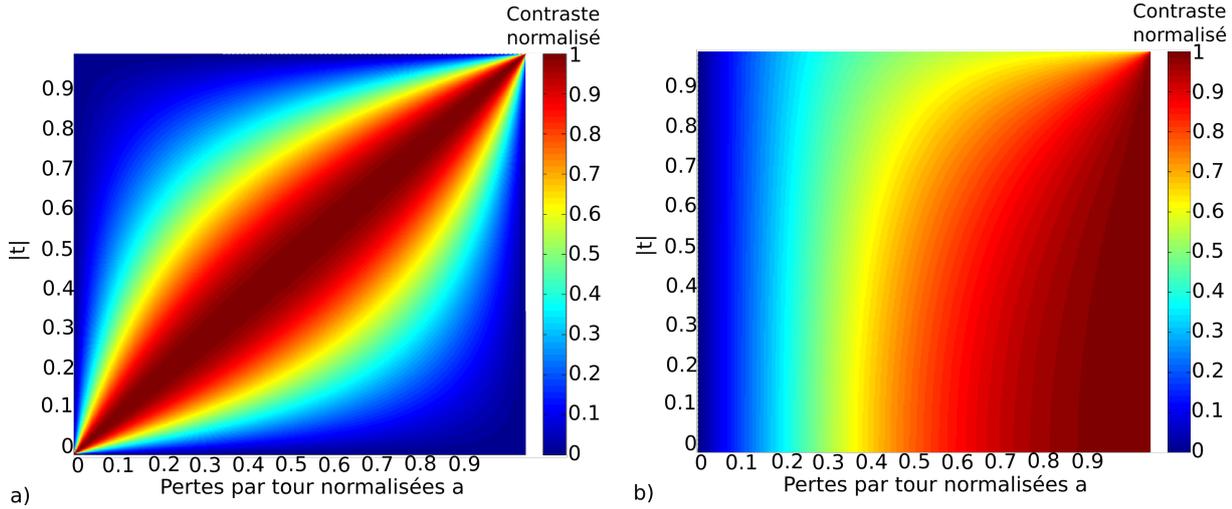


FIGURE 2.16 – Evolution du contraste calculé analytiquement en fonction des pertes par tour et du coefficient de transmission $|t|$ a) pour un MR en configuration pass b) pour un MR en configuration add-drop

— Taux d’extinction

Le taux d’extinction correspond au rapport entre les puissances minimales et maximales :

$$E_{ext} = \frac{T_{max}}{T_{min}} \quad (2.65)$$

Il est souvent donné en dB :

$$E_{ext}(dB) = 10 \log_{10} \left(\frac{T_{max}}{T_{min}} \right) \quad (2.66)$$

— Intervalle Spectral libre (ISL)

L’Intervalle Spectral Libre (ISL) (ou Free spectral range (FSR)) est l’écart spectral entre deux longueurs d’onde de résonance consécutives. Pour le calculer, on cherche l’écart entre deux résonances situées à $\phi = 2m\pi$ et $\phi = 2(m+1)\pi$.

En partant de la relation 2.61 on écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \beta(k) = \frac{2m\pi}{L} \\ \beta(k + \Delta k) = \frac{2(m+1)\pi}{L} \end{array} \right. \quad (2.67a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \beta(k) = \frac{2m\pi}{L} \\ \beta(k + \Delta k) = \frac{2(m+1)\pi}{L} \end{array} \right. \quad (2.67b)$$

avec $k + \Delta k$ le nombre d’onde pour $\phi = 2(m+1)\pi$. Dans le cas d’un MR, le chemin optique Ln_{eff} est grand devant la longueur d’onde et la variation du nombre d’onde $|\Delta k|$ est donc faible devant le nombre d’onde k . On a donc :

$$\frac{d\beta}{dk} \Delta k = \frac{2m\pi}{L} \quad (2.68)$$

avec :

$$\frac{d\beta}{dk} = n_{eff} + k \frac{dneff}{dk} = n_{eff} + k \frac{d\lambda}{dk} \frac{dneff}{d\lambda} = n_g \quad (2.69)$$

avec n_g l'indice de groupe du mode guidé et $\frac{\lambda}{dk} = -\frac{\lambda^2}{2\pi}$, on a :

$$n_g = n_{eff} - \lambda \frac{dneff}{d\lambda} \quad (2.70)$$

L'équation 2.68 devient :

$$\Delta k = \frac{2\pi}{Ln_g} \quad (2.71)$$

En fonction de λ , on peut écrire :

$$\Delta\lambda = ISL_{MR}(\lambda) = \frac{\lambda_{res}^2}{L.n_g} \quad (2.72)$$

L'intervalle spectral libre ISL_{MR} dépend donc de la longueur d'onde lorsqu'on tient compte de la variation de n_{eff} avec la longueur d'onde.

— Largeur à Mi-Hauteur (LMH)

La largeur à mi-hauteur de la résonance (ou "*Full Width at Half Maximum*" (FWHM)) dépend du type de résonateur que l'on utilise. Dans le cas d'un résonateur avec un seul guide d'accès (configuration pass) (Figure 2.13.a)), la largeur à mi-hauteur est plus faible que dans le cas d'un MR avec un guide d'accès et un guide de sortie (configuration add-drop) (Figure 2.13.b)). En effet, dans le cas d'un MR avec un guide d'accès et un guide de sortie, on introduit des pertes supplémentaires lors du couplage avec le guide de sortie. Pour un MR en configuration pass, la largeur à mi-hauteur est donnée par [19] :

$$LMH_p = \frac{\lambda_{res}^2}{\pi n_g L} \cdot \frac{(1 - a \cdot |t|)}{\sqrt{a \cdot |t|}} \quad (2.73)$$

Pour un MR en configuration add-drop :

$$LMH_{add-pass} = \frac{\lambda_{res}^2}{\pi n_g L} \cdot \frac{(1 - a \cdot |t|^2)}{|t| \cdot \sqrt{a}} \quad (2.74)$$

On a toujours $LMH_p < LMH_{add-pass}$ pour des pertes et un taux de couplage donnés.

— Finesse (F)

La finesse d'un MR est le rapport entre l'ISL et la LMH :

$$F = \frac{ISL}{LMH} \quad (2.75)$$

Elle peut être développée pour les deux configurations du MR :

— en configuration pass :

$$F_p = \frac{\pi\sqrt{a|t|}}{1 - a|t|} \quad (2.76)$$

— Avec deux guides d'accès (configuration add-drop) :

$$F_{add-pass} = \frac{\pi|t|\sqrt{a}}{1 - a|t|^2} \quad (2.77)$$

L'évolution des expressions 2.76 et 2.77 en fonction du taux de transmission $|t|$ et des pertes par tour a est donnée en Figure 2.17. La finesse est plus élevée, quel que soit le couple $|t|$ et a , pour un MR en configuration pass que pour un MR en configuration add-drop. La finesse augmente lorsque $|t|$ et a augmentent. Pour un a donné, la finesse est plus élevée en prenant une valeur de $|t|$ élevée. On a donc une finesse plus importante en sous-couplage qu'en sur-couplage. Nous pouvons aussi noter que contrairement au contraste, il n'existe pas de valeur maximale de $|t|$ pour un a donné qui maximise la finesse. En dehors de $|t| = 1$, la valeur de la finesse est croissante avec $|t|$ pour a constant. Le couplage critique identifié pour un contraste optimal ne correspond donc pas au maximum de finesse. Le choix du couplage est donc différent si l'on veut optimiser le contraste ou la finesse.

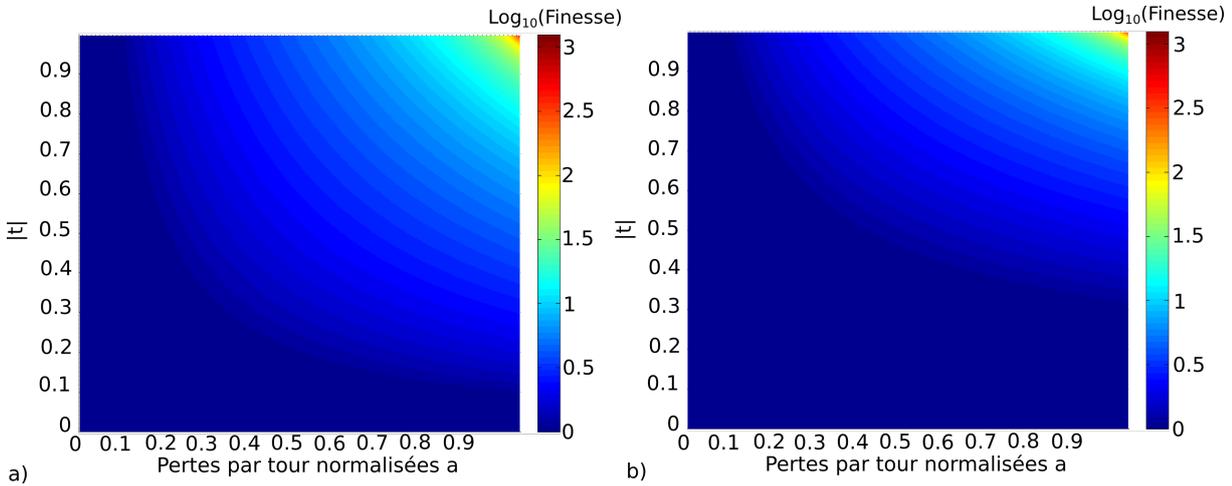


FIGURE 2.17 – Évolution de la Finesse calculée analytiquement en fonction des pertes par tour a et du coefficient de transmission $|t|$: a) pour un MR en configuration pass b) pour un MR en configuration add-drop

— Facteur de qualité (Q)

Le facteur de qualité définit le rapport entre la quantité d'énergie contenue dans le MR et la quantité d'énergie perdue à l'issue de chaque tour. Il est défini par :

$$Q = \frac{\lambda_{res}}{LMH} \quad (2.78)$$

Son expression analytique est proche de celle de la finesse et son évolution suit celle de la finesse tracée en Figure 2.17.

2.3.4 Outils pour l'étude expérimentale de la fonction de transfert d'un MR

L'analyse de la fonction de transfert expérimentale du MR permet de remonter aux paramètres de propagation importants comme l'indice de groupe n_g , et dans certains cas, aux pertes par tour a et au taux de transmission $|t|$. De plus, le caractère multimodal et/ou la présence des polarisations TE et TM dans le guide peuvent être identifiés par l'apparition de pics secondaires de plus faible contraste et d'ISL différents dans la fonction de transfert expérimentale.

L'extraction des paramètres caractéristiques de la fonction de transfert nécessite l'utilisation d'outils de traitement du signal après l'acquisition du spectre expérimental d'un MR. Ce traitement permet de gérer l'effet des différents bruits de mesure détaillés par la suite et de la dépendance en longueur d'onde du système de mesure. En effet, la détection de la position des longueurs d'onde de résonance, des maxima des résonances et de leur largeur à mi-hauteur permet d'évaluer les paramètres de propagation intervenant dans la fonction de transfert d'un MR.

Ces outils ont été développés et mis en œuvre pour des MRs en polymères et en silicium poreux étudiés respectivement dans les Chapitres 3 et 4 et la mise en place de l'outil d'analyse est décrite en Annexe 2.

2.3.4.1 Nécessité du contrôle de polarisation

Lors de l'injection de la lumière entre la fibre et le guide, dans le cas d'une polarisation linéaire en entrée du guide et d'un guide monomode, la lumière se couple aux deux modes transverses TE et TM. La fonction de transfert du MR T_{tot} correspond alors à la superposition des fonctions de transfert T_{TE} et T_{TM} de chacun des modes pondérés par la fraction de chacun des modes injectés η_{TE} et η_{TM} avec $\eta_{TE} + \eta_{TM} = 1$:

$$T_{tot} = \eta_{TE} T_{TE} + \eta_{TM} T_{TM} \quad (2.79)$$

La fonction de transfert présente souvent des résonances de différentes amplitudes (Figure 2.18) liées aux valeurs de η_{TE} et η_{TM} . De plus, l'écart entre les positions des résonances des fonctions de transfert T_{TE} et T_{TM} varie car l'évolution des constantes de propagation des deux polarisations avec la longueur d'onde est différente. On peut alors observer un effet de modulation en amplitude. L'analyse de l'effet de la fonction de transfert du MR peut être rendue difficile lorsque le montage n'est pas maintenu en polarisation dans le temps ou en fonction de la longueur d'onde. Dans ce cas, les valeurs de contraste et de largeur à mi-hauteur mesurées divergent des valeurs théoriques. Il est donc important de

vérifier le maintien en polarisation du montage sur la gamme de longueur d'onde et la stabilité dans le temps avant l'injection dans le MR. Une autre solution consiste à réaliser des guides monomodes et mono-polarisation "*Single Mode Single Polarisation*" (SMSP) (n'acceptant que le mode fondamental et une polarisation donnée) [20], ou des coupleurs séparateurs de polarisation pour éliminer l'une des deux contributions [21].

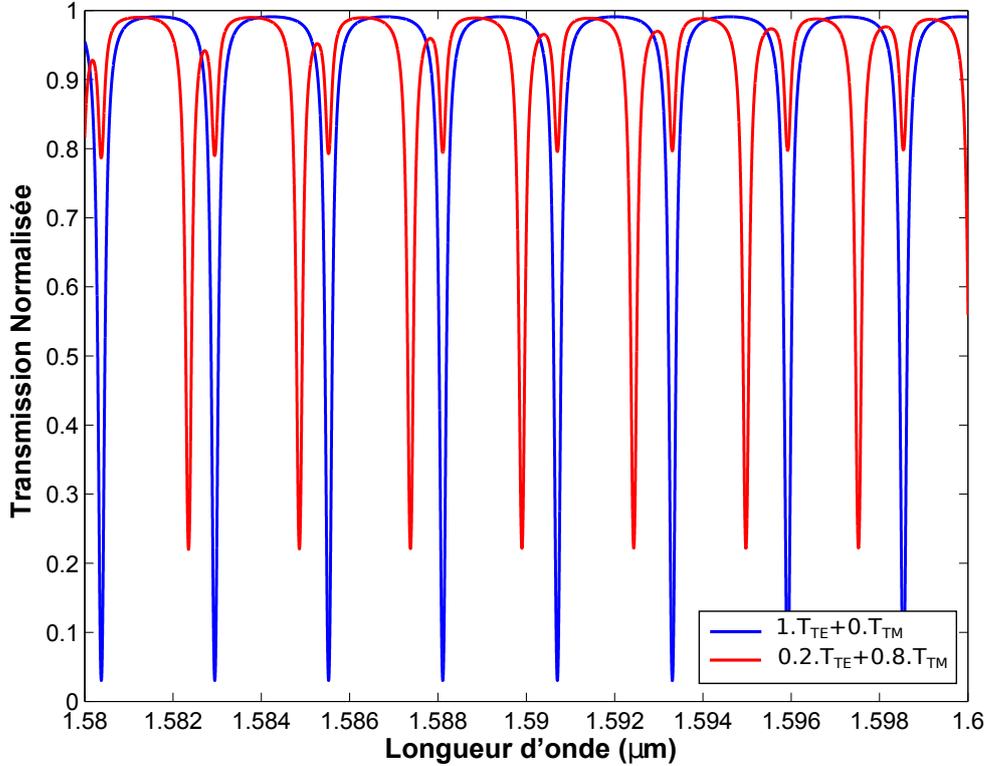


FIGURE 2.18 – Effet de la présence des modes TE et TM (MR circulaire de rayon $100 \mu m$, guide ridge polymères SU8/PMATRIFE voir Chap.3)

2.3.4.2 Effets thermo-optiques

Le coefficient électro-optique des matériaux utilisés dans la conception de circuits intégrés permet de contrôler la position des résonances des MRs en appliquant une tension, ce qui permet de réaliser des filtres intéressants pour les télécommunications [22]. Les effets thermiques [23] et les contraintes mécaniques [24] permettent de réaliser des capteurs et sont à prendre en compte lorsque l'on souhaite stabiliser la réponse spectrale du MR. La fonction de transfert des MRs dépend de la température. En effet, la variation de température induit une variation des indices des matériaux [25] :

$$n_i(T_0 + \Delta T, \lambda_0) = n_i(T_0, \lambda_0) + \left. \frac{\partial n_i}{\partial T} \right|_{\lambda_0, T_0} \Delta T \quad (2.80)$$

avec $\left. \frac{\partial n_i}{\partial T} \right|_{\lambda_0, T_0}$ le coefficient thermo-optique du matériau i dont le signe dépend du matériau.

Les coefficients thermo-optiques des matériaux utilisés dans cette thèse sont détaillés dans

les chapitres 3 et 4. La dépendance de l'indice effectif à la température dépend des coefficients thermo-optiques des matériaux constituant le guide avec :

$$n_{eff}(T_0 + \Delta T, \lambda_0) = n_{eff}(T_0, \lambda_0) + \sum_{i=1}^n \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_i} \frac{\partial n_i}{\partial T} \Big|_{\lambda_0, T_0} \Delta T \quad (2.81)$$

L'utilisation de matériaux présentant des coefficients thermo-optiques de signes opposés permet de fabriquer des guides athermiques dont l'indice effectif ne dépend pas de la température en annulant le coefficient thermo-optique du guide qui est défini par [25] :

$$\frac{\partial n_{eff}}{\partial T} \Big|_{\lambda_0, T_0} = \sum_{i=1}^n \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_i} \frac{\partial n_i}{\partial T} \Big|_{\lambda_0, T_0} \quad (2.82)$$

La conception de guides athermiques permet de réduire la contribution du bruit thermique, ce qui est un avantage important pour la réduction des incertitudes de mesure avec les MRs.

2.3.4.3 Modification du matériau à proximité du guide

La présence de matériaux diélectriques à proximité du guide fait aussi évoluer les conditions de propagation. Pour un superstrat liquide et un guide ridge massif constitué d'une couche guidante (coeur) et d'une couche de confinement optique, comme celui présenté en Figure 2.19, on peut distinguer deux cas. Le premier cas, appelé *détection homogène*, correspond à la variation d'indice du superstrat induit par l'évolution de la concentration d'analytes dont l'indice de réfraction est différent de celle du solvant représenté en Figure 2.19.a). Dans le deuxième cas, appelé *détection surfacique*, le greffage d'analytes à la surface du guide Figure 2.19.b) correspond à l'apparition d'une couche de matériau d'épaisseur et d'indice de réfraction caractéristique de l'analyte à détecter. Par la suite, nous nous intéressons à ces deux cas pour des applications en bio-détection. Concrètement, la détection surfacique est à privilégier pour sa spécificité dans le domaine du proche infrarouge, cependant, la détection homogène est plus facile à mettre en place expérimentalement, elle sera utilisée dans le Chapitre 3. La détection homogène est plus appropriée pour d'autres domaines de longueur d'onde pour lesquels la détection est fondée sur le principe d'absorption [26].

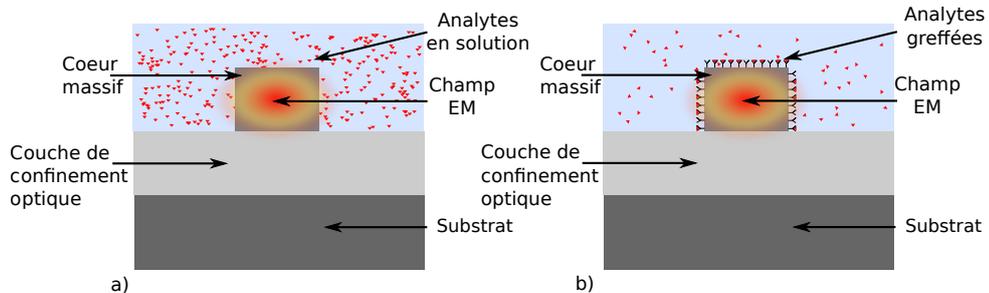


FIGURE 2.19 – a) Détection homogène b) Détection surfacique

2.4 Les MRs pour la bio-détection

La variation d'indice de réfraction d'un des matériaux constituant le guide ou son entourage entraîne une évolution des différents paramètres caractéristiques de la fonction de transfert du MR. L'évolution de la fonction de transfert entraîne un décalage spectral des longueurs d'onde de résonance et une évolution de la finesse et du contraste de la résonance. Deux types de mesures sont utilisés pour observer l'évolution de la fonction de transfert d'un MR. La première est la mesure par variation d'intensité (ΔI) à longueur d'onde fixée et la deuxième est l'observation du décalage de la longueur d'onde de résonance ($\Delta\lambda_{res}$) à l'aide d'un montage expérimental permettant d'observer la réponse du résonateur sur une plage définie de longueurs d'onde supérieure à l'ISL du résonateur. Les informations qui caractérisent la présence d'analytes sont décrites en Figure 2.20.

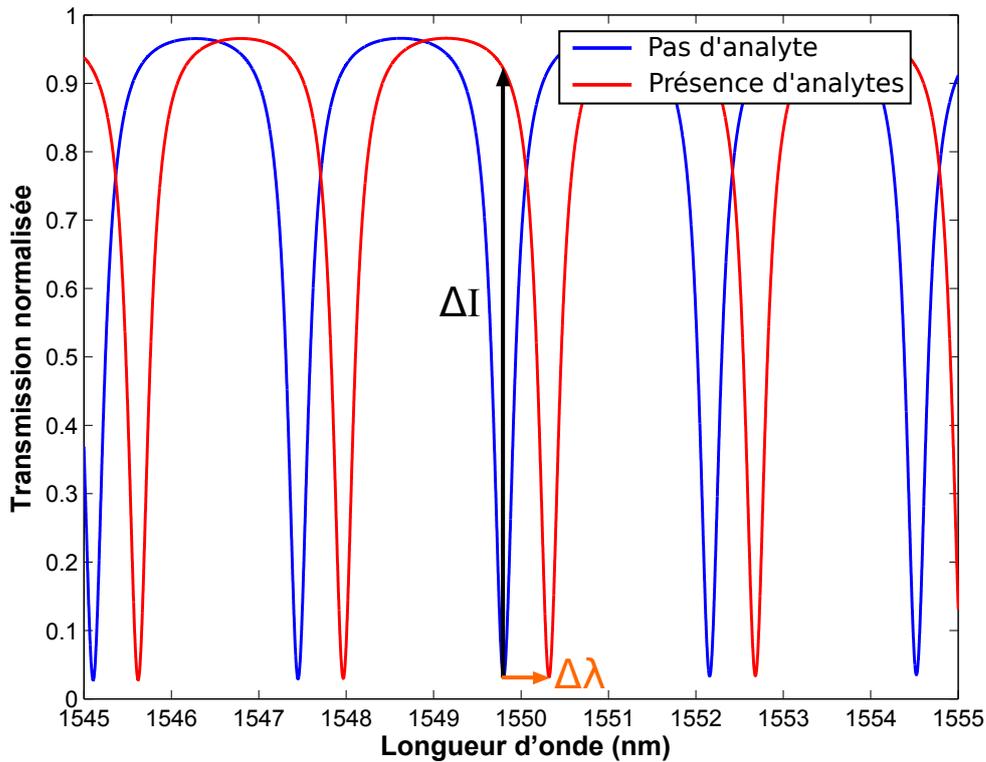


FIGURE 2.20 – Évolution de la fonction de transfert avec la présence d'un analyte

2.4.1 Techniques de détection avec un MR

Deux techniques de détection sont utilisées pour les transducteurs optiques intégrés. La première consiste à mesurer l'évolution de l'intensité lumineuse à la sortie du transducteur à longueur d'onde fixée (Figure 2.20). Cette technique est particulièrement utilisée pour les transducteurs de type Mach-Zehnders (MZs présentés en Chapitre 1. La deuxième technique consiste à observer le spectre en sortie du transducteur et à mesurer la variation d'une caractéristique du spectre qui dépend fortement et linéairement de l'analyte à détecter. Dans le cas d'un MR, on mesure l'évolution de la position des résonances.

— Variation de la transmission à longueur d'onde fixée

La mesure expérimentale la plus simple permettant de détecter la présence d'analytes consiste à injecter une onde monochromatique et à détecter la variation de puissance liée à la variation du spectre de transmission du MR vu en partie 2.3.4.3. Cependant, ce type de mesure présente plusieurs inconvénients. Le premier inconvénient correspond à l'incertitude sur la mesure de puissance engendrée sur toute la chaîne de mesure. En effet, plusieurs éléments dans la chaîne de mesure peuvent entraîner des variations de puissance difficiles à contrôler comme l'évolution du couplage entre la fibre et le guide maintenu par des éléments piézoélectriques (cet inconvénient est un des problèmes des MZs présentés en Chapitre 1). De plus, la variation de transmission du MR à longueur d'onde λ_0 fixée va dépendre de l'évolution de la fonction de transfert T_p (dans le cas d'un MR en configuration pass (eq.2.58)) :

- **Variation du taux de couplage**

Dans le cas où l'indice du superstrat varie, le profil du mode guidé évolue et le profil de champ évanescence à l'extérieur du guide change. Pour cette raison, le taux de couplage t change lorsque l'indice du superstrat varie. La variation du taux de couplage avec l'indice du superstrat est donnée par :

$$t \Big|_{\lambda_0} = t(n_{sup}^0) + \frac{\partial t}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} \Delta n_{sup} \quad (2.83)$$

- **Variation des pertes du guide**

Les différentes contributions des pertes de propagation dépendent aussi de la répartition du champ dans le guide qui évolue lorsque l'indice du superstrat change. L'évolution des pertes du guide en fonction de l'indice du superstrat peut être reliée aux pertes par tour a par :

$$a \Big|_{\lambda_0} = a(n_{sup}^0) + \frac{\partial a}{\partial \alpha} \frac{\partial \alpha}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} \Delta n_{sup} = a(n_{sup}^0) + \frac{-L}{2} \cdot a \cdot \frac{\partial \alpha}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} \Delta n_{sup} \quad (2.84)$$

Avec α les pertes de propagation dans le guide.

- **Variation de l'indice effectif**

L'indice effectif avec une variation de l'indice du superstrat s'écrit dans le cas d'une variation homogène du superstrat :

$$n_{eff} \Big|_{\lambda_0} = n_{eff}(n_{sup}^0) + \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} \Delta n_{sup} \quad (2.85)$$

Lorsque l'on cherche à simuler la réponse d'un MR à longueur d'onde fixée, il convient de prendre en compte les différentes composantes :

$$\Delta T_{\lambda_0} = \left(\frac{\partial T_p}{\partial a} \frac{\partial a}{\partial \alpha} \frac{\partial \alpha}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} + \frac{\partial T_p}{\partial t} \frac{\partial t}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} + \frac{\partial T_p}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{sup}} \Big|_{\lambda_0, T_0} \right) \Delta n_{sup} \quad (2.86)$$

Il est donc nécessaire de connaître parfaitement l'évolution du taux de couplage,

des pertes et de l'indice effectif pour prévoir correctement l'évolution de l'intensité. La mesure de la variation d'intensité est généralement non linéaire du fait de la forme de la résonance, l'intervalle de mesure linéaire est restreint à proximité de la longueur d'onde de résonance (de l'ordre de grandeur de la LMH). La plage de mesure de la variation de l'indice du superstrat sera donc faible.

— **Variation de la longueur d'onde de résonance**

Dans ce travail, la mesure de la variation de la position de la longueur d'onde de résonance est utilisée. Dans le cas, on peut reprendre l'expression de la longueur d'onde de résonance dans un MR définie par l'équation 2.61 :

$$\Delta\lambda_{res} = \frac{\Delta n_{eff} L}{p} \quad (2.87)$$

avec L le périmètre du MR et p un entier.

Pour une détection homogène, la variation de l'indice effectif peut être développée avec sa dépendance à l'indice du superstrat et à la longueur d'onde :

$$\Delta\lambda_{res} = \frac{\left(\frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{env}} \Big|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} \Delta n_{env} + \frac{\partial n_{eff}}{\partial \lambda} \Big|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} \Delta\lambda_{res} \right) L}{p} \quad (2.88)$$

En utilisant les relations 2.69 et 2.70, on arrive à une expression synthétique de la variation de la longueur d'onde de résonance avec l'indice du superstrat :

$$\Delta\lambda_{res} = \frac{\lambda_{res}}{n_g} \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{env}} \Big|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} \Delta n_{env} \quad (2.89)$$

La variation de la longueur d'onde de résonance avec la variation de l'indice du superstrat correspond à la sensibilité homogène en longueur d'onde du MR.

Nous allons voir que le paramètre important à optimiser pour ce type de transduction est la quantité minimale d'analytes détectable par le dispositif de mesure que l'on appelle Limite de Détection (LD). Deux leviers permettent d'optimiser la LD : l'augmentation de la sensibilité du transducteur et la réduction de l'incertitude σ sur la position de la longueur d'onde de résonance.

2.4.2 Limite de détection du transducteur

La limite de détection est exprimée en $pg.mm^{-2}$ pour la détection surfacique ou en Unité d'Indice de Réfraction *UIR* pour la détection homogène. La LD peut-être estimée à l'aide de σ , la résolution du capteur qui correspond à l'écart type du bruit du capteur et de la sensibilité (S) [27] :

$$LD = \frac{3\sigma}{S} \quad (2.90)$$

2.4.2.1 Optimisation de la sensibilité du transducteur

Pour la détection homogène, l'expression de la sensibilité ($S_{hom.}$) du transducteur identifiée à l'aide de l'équation 2.89 peut être écrite :

$$S_{hom.} = \left. \frac{\partial \lambda_{res}}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{analytes}} \right|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} = S_{struct.} \cdot S_{w,h} \quad (2.91)$$

avec $n_{analytes}$, l'indice des analytes à détecter et n_{env}^0 l'indice du solvant sans les analytes (par exemple l'eau). La sensibilité est donc le produit d'une sensibilité structurelle liée au MR dont l'expression est définie en équation 2.89 ($S_{struct.} = \frac{\partial \lambda_{res}}{\partial n_{eff}} = \frac{\lambda_{res}}{n_g}$), fixée par la géométrie du transducteur et de la variation d'indice effectif en présence d'analytes que l'on appelle sensibilité homogène du guide $S_{w,h}$ qui dépend de la géométrie et de la composition du guide.

Dans le cas de la détection surfacique (Figure 2.19.b)), on peut écrire l'expression de la sensibilité surfacique de manière similaire :

$$S_{Surf.} = \left. \frac{\lambda_{res}}{n_g} \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{analytes}} \right|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} = S_{struct.} \cdot S_{w,s} \quad (2.92)$$

Avec $M_{greffage}$ ($pg.mm^{-2}$) la quantité de biomarqueurs greffés par unité de surface du transducteur. La sensibilité surfacique est le produit de la sensibilité structurelle $S_{struct.}$ par la sensibilité surfacique du guide. Dans le cas de la détection surfacique, il convient d'étudier le greffage des molécules pour remonter à la sensibilité volumique du capteur pour chaque analyte :

$$S_{Surf.,vol.} = \left. \frac{\lambda_{res}}{n_g} \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{analytes}} \frac{\partial M_{analytes}}{\partial C_{analytes}} \right|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} \quad (2.93)$$

Avec $C_{analytes}$ la concentration molaire d'analytes. La grandeur $S_{Surf.,vol.}$ n'est pas étudiée ici, en effet, elle dépend des constantes de cinétiques de greffage propres à chaque couple biomarqueur-biorécepteur.

Pour un transducteur à base de guide d'onde comme le MR en détection en homogène, la sensibilité du guide peut être réécrite en fonction du recouvrement de la densité de champ EM avec les analytes [28, 29] selon :

$$S_{w,h} = \left. \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{analytes}} \right|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} = n_{env}^0 \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \frac{\iint_{env} |E(x, y)|^2 dx dy}{\iint_{\infty} [\mathbf{E} \times \mathbf{H}^* + \mathbf{E}^* \times \mathbf{H}] \cdot \mathbf{z}, dx dy} \Big|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} \quad (2.94)$$

Avec $\Gamma_{eva.}$ le taux de champ évanescant :

$$\Gamma_{eva.} = \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \frac{\iint_{env} |E(x, y)|^2 dx dy}{\iint_{\infty} [\mathbf{E} \times \mathbf{H}^* + \mathbf{E}^* \times \mathbf{H}] \cdot \mathbf{z}, dx dy} \quad (2.95)$$

Pour la sensibilité du guide en détection surfacique, on peut développer une expression similaire [28] :

$$S_{w,s} = \left. \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{analytes}} \right|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} = (n_{mol.} - n_{env}^0) \Gamma_m \Big|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} \frac{1}{M_{greffage}} \quad (2.96)$$

Avec n_{mol} . l'indice de réfraction de la molécule étudiée.

Le taux de champ recouvrant les analytes, $\Gamma_m \Big|_{\lambda_{res}, M_{greffage}}$ se développe :

$$\Gamma_m \Big|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} = \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \frac{\iint_m |E(x, y)|^2 dx dy}{\iint_{\infty} [\mathbf{E} \times \mathbf{H}^* + \mathbf{E}^* \times \mathbf{H}] \cdot \mathbf{z}, dx dy} \Big|_{\lambda_{res}, M_{greffage}} \quad (2.97)$$

La sensibilité est donc optimisée en contrôlant l'interaction entre le champ EM et les analytes.

La géométrie du guide d'onde et sa composition influent donc fortement sur la sensibilité du dispositif. En effet, pour un guide d'onde en matériau massif dans le cas de la détection homogène (Figure 2.19.a)), on cherche à augmenter la partie évanescente du champ (eq. 2.95) afin d'augmenter l'interaction entre le champ et les analytes à détecter, on parle alors de déconfinement du champ. Pour la détection surfacique à l'aide d'un matériau massif (Figure 2.19.b)), on cherche à augmenter le taux de champ évanescent à la surface du guide où les analytes sont greffés (eq. 2.97).

Pour la détection à l'aide d'un guide d'onde en matériau poreux (Figure 2.21.a)), on peut modifier la porosité du matériau dans le cas d'une détection homogène ou sa surface spécifique pour la détection surfacique (Figure 2.21.b)) afin d'augmenter l'interaction entre le champ et les analytes. Pour ce type de guide, l'étude théorique de l'optimisation de la sensibilité est réalisée en chapitre 4.

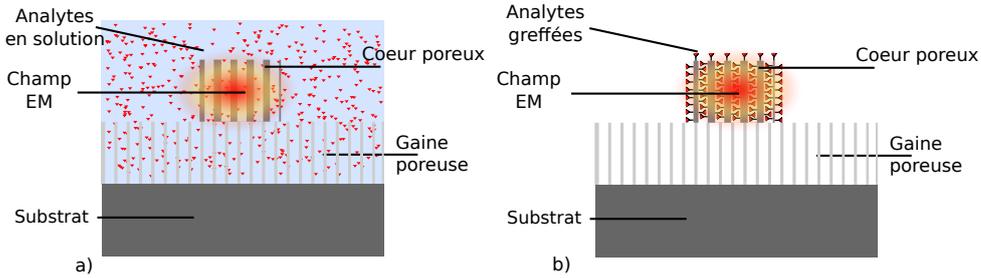


FIGURE 2.21 – a) Détection homogène b) Détection surfacique

La sensibilité homogène théorique maximale dans le proche infrarouge pour un MR seul est atteinte pour une sensibilité de guide $S_{w,h} \simeq 1$, cependant, il est possible dans certains cas d'optimiser le guide pour dépasser légèrement l'unité [29] :

$$S_{max,hom.} = \frac{\partial \lambda_{res}}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{analytes}} \Big|_{\lambda_{res}, n_{env}^0} \simeq \frac{\bar{\lambda}}{n_{analytes}} \quad (2.98)$$

La sensibilité maximale, pour $\lambda = 1550$ nm dans un milieu aqueux, peut être estimée par :

$$S_{max,eau} \simeq \frac{\bar{\lambda}}{n_{eau}} = 1200 \text{ nm}/UIR \quad (2.99)$$

L'augmentation de la sensibilité engendre des problèmes de propagation (confinement du mode, taille de mode...) et de pertes optiques. Il existe donc souvent un compromis en sensibilité à trouver afin d'améliorer la limite de détection que nous détaillerons par la

suite. Nous verrons dans le Chapitre 4 que certains types de guides, comme les guides en silicium poreux, permettent néanmoins de s'approcher fortement de cette limite théorique.

Dans le cas de la sensibilité surfacique, la sensibilité maximale dépend de la molécule, en effet, $M_{greffage}$ et $n_{mol.}$ sont propres à chaque molécule, ainsi que de l'indice n_{env}^0 du solvant utilisé.

2.4.2.2 Diminution du bruit du capteur

L'écart type du bruit du capteur σ peut être défini en fonction des différentes composantes des bruits et des paramètres intervenant au niveau du transducteur et du système de mesure par :

$$\sigma = f(\sigma_{intensité}, \sigma_{thermique}, \sigma_{\lambda}, \sigma_{polarisation}, T_{MR}, \lambda_{res}, res_{\lambda}) \quad (2.100)$$

Avec $\sigma_{intensité}$ le bruit d'intensité dans le système de mesure, $\sigma_{thermique}$ le bruit thermique, σ_{λ} le bruit de fréquence, $\sigma_{polarisation}$ le bruit de polarisation et res_{λ} la résolution de la mesure en longueur d'onde. Dans le cas d'une mesure au moyen d'une source large bande et d'un analyseur de spectre optique, l'écart type du bruit du système de mesure est souvent ramené à la somme du bruit d'intensité, du bruit thermique et de la résolution de l'appareil pris indépendamment [30] :

$$\sigma \approx \sqrt{\sigma_{intensité}^2 + \sigma_{thermique}^2 + res_{\lambda}^2} \quad (2.101)$$

Dans le cas d'un montage stabilisé en température, on néglige la contribution de la température devant les deux autres composantes [31]. Le bruit d'intensité peut être estimé à l'aide de la largeur à mi-hauteur de la résonance du MR et du rapport signal sur bruit SNR ("*Signal to Noise Ratio*") du montage [30] :

$$\sigma_{intensité}^2 = f(T_{MR}) = \frac{LMH}{4.5(SNR^{0,25})} \quad (2.102)$$

Pour un système de mesure au moyen d'une source accordable, il convient d'étudier plus en détail l'effet du système de mesure sur la LD. De plus, nous allons voir qu'un traitement du signal approprié permet de diminuer fortement certaines contributions de σ .

2.4.2.3 Compromis entre sensibilité et pertes de propagation

Nous avons vu que l'amélioration de la LD se fait en améliorant la sensibilité et en diminuant les bruits de la mesure. Au niveau du MR seul, ces deux paramètres peuvent évoluer en optimisant le design du guide.

Dans le cas d'un guide ridge massif pour la détection homogène, la stratégie consiste à augmenter la part du champ pénétrant dans le superstrat sans augmenter significativement les pertes du guide. Toutefois, la contribution des pertes de l'eau (α_{eau}) est souvent la

principale contribution des pertes totales dans un guide intégré immergé dans l'eau, et la contribution des pertes liées à l'eau est proportionnelle au taux de champ évanescent du guide $\Gamma_{eva.}$. Dans ce cas on a :

$$\alpha \simeq \alpha_{eau} \Gamma_{eva.} \propto S_{w,h} \quad (2.103)$$

En détection surfacique, on cherche à augmenter l'interaction entre les analytes greffés à la surface et le champ EM, cette fois-ci, en plus des pertes à l'eau, il est nécessaire de tenir compte des pertes par rugosité du guide, en effet dans le cas d'un guide ridge classique les analytes se greffent sur les pourtours du guide qui présentent des rugosités :

$$\alpha_{rug.} \propto \Gamma_{rugo.} \simeq \Gamma_m. \propto S_{w,s} \quad (2.104)$$

Il existe donc un compromis entre optimisation de la sensibilité et diminution des pertes de propagation.

2.5 Caractérisations optiques du MR

2.5.1 Mesures par source accordable

Afin de caractériser le transducteur optique, il convient de l'insérer dans un montage qui permet d'injecter le signal, de le récupérer et de limiter les perturbations extérieures. Pour caractériser les transducteurs optiques intégrés, un banc de couplage est mis en place et présenté en Figure 2.22. Le banc est utilisé pour injecter la lumière générée par un laser accordable à cavité externe large bande fibré Yenista TUNICS HP 100-S de plage spectrale 1500-1625 nm dans les guides intégrés. La lumière est récupérée en sortie de guide à l'aide d'une autre fibre optique reliée au détecteur CT400 de résolution 1 pm. Cependant, deux autres types de montages sont couramment utilisés pour la caractérisation des transducteurs optiques intégrés :

- **Source large bande et analyseur de spectre optique**

Les sources large bande et les analyseurs de spectre optique (OSA) sont souvent utilisés afin de caractériser des composants passifs. Cependant, l'utilisation d'une source large bande nécessite souvent d'augmenter la puissance optique totale dans le composant ce qui peut faire apparaître des phénomènes non-linéaires ou l'échauffement des guides.

- **Diode laser DFB**

Les diodes laser DFB ("*Distributed FeedBack*") accordables présentent souvent des bandes d'accordabilité plus faibles (quelques nanomètres) que les sources laser accordables à cavité externe. Cependant, elles remplissent plusieurs critères intéressants pour l'application commerciale des plateformes de caractérisation de transducteurs intégrés comme leur compacité ou leur plus faible coût. En effet, ces sources sont à considérer pour le développement de plateformes de détection "tout intégré" avec source, transducteur et détecteur sur la même puce.

Le banc de caractérisation peut être adapté pour des mesures spectrales ou des mesures de puissance en modifiant le laser et le détecteur.

Afin de caractériser les transducteurs avec des analytes biologiques en solution, les dérives thermiques sont limitées par un thermostat Peltier placé sous le porte échantillon. Un banc de micro-fluidique a été réalisé au cours de cette thèse afin de déposer facilement les différentes solutions sur les transducteurs intégrés. Ce montage est décrit en Annexe 4.

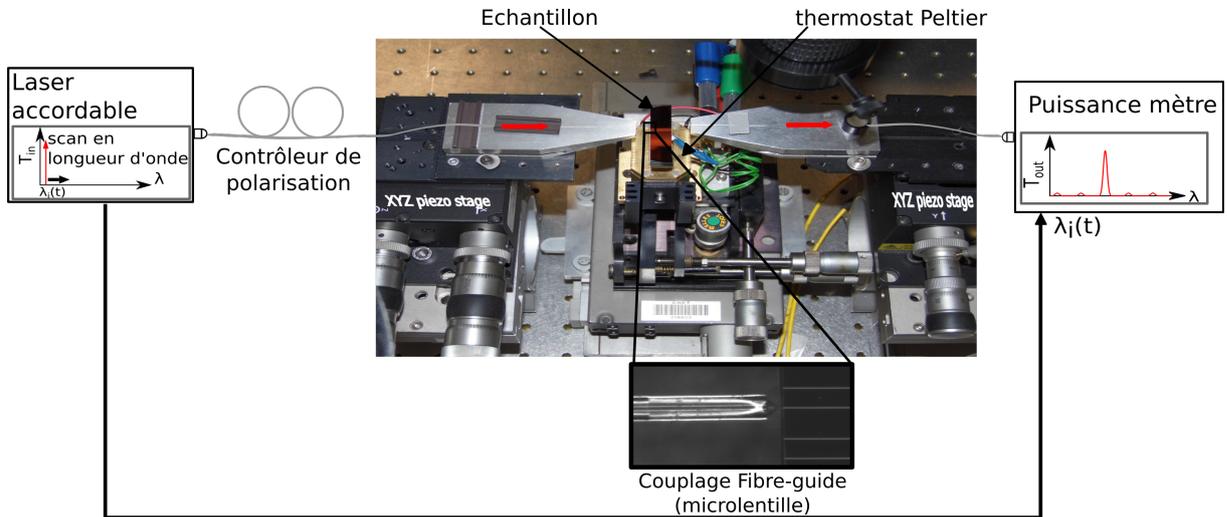


FIGURE 2.22 – Banc optique utilisé pour la caractérisation des capteurs optiques intégrés

2.5.2 Couplage bout à bout entre fibre optique et guide intégré

Afin d'exciter le mode fondamental du guide d'onde intégré, on utilise le champ EM provenant d'une fibre optique. Le couplage fibre à guide est réalisé par l'intermédiaire d'une micro-lentille afin d'adapter la taille du mode. Ce type de couplage est représenté en Figure 2.23. Le couplage par réseau de diffraction peut aussi être envisagé pour réaliser le couplage entre une fibre optique et un guide intégré. Cependant, ce type de couplage présente plusieurs inconvénients limitant son utilisation dans le cadre de ces travaux :

- **Complexité du design et de la fabrication pour un réseau large bande**
La fabrication du réseau nécessite d'utiliser des techniques de lithographies avancées du fait de la faible taille des motifs. Les réseaux de diffraction ont des largeurs de bande de couplage fortement variables et toujours inférieures à 100 nm [32]. Les réseaux de diffraction large bande et à fort couplage font appel à des réseaux apodisés [32].
- **Largeur de la bande de couplage**
Pour un réseau de diffraction, la largeur de la bande de couplage (limitée par une coupure à 50 % ou 3 dB) est de 50 nm comparée à une valeur supérieure à 100 nm pour une micro-lentille.
- **Réseau avec des guides à faibles indices de réfraction**
La fabrication d'un réseau pour un couplage dans des guides à faibles indices de réfraction a été étudiée [33]. Elle nécessite d'ajouter des étapes technologiques supplémentaires et l'efficacité du couplage est faible (12 %) et de faible largeur de bande (32 nm).

Lorsque l'on s'intéresse au couplage sur le mode fondamental d'un guide monomode, on cherche à calculer le coefficient de couplage entre ce mode et le champ incident d'une fibre monomode η_{tot} qui est le rapport entre la puissance du mode fondamental excité et la puissance incidente apportée par la fibre monomode. On cherche souvent à maximiser η_{tot} afin de limiter les pertes du système optique. Pour cela, on utilise une fibre micro-lentillée fabriquée au laboratoire [34] qui maximise l'accord modal $\eta_{guide-mode}$. Dans le cas d'une fibre micro-lentillée, η_{tot} se décompose entre les coefficients de couplage aux interfaces dans la fibre et à l'entrée du guide : $\eta_{SMF-grad}$, $\eta_{grad-air}$ et $\eta_{air-guide}$, ainsi que le coefficient de couplage entre le champ rayonné par la fibre et le mode guidé $\eta_{guide-mode}$ détaillés en Figure 2.23. η_{tot} se calcule alors par :

$$\eta_{tot} = \eta_{SMF-grad} \cdot \eta_{grad-air} \cdot \eta_{air-guide} \cdot \eta_{guide-mode} \quad (2.105)$$

Parmi les différentes composantes de η_{tot} , les pertes $\eta_{SMF-grad}$ et $\eta_{grad-air}$ dans la fibre sont fixées lors de la fabrication de la microlentille. Les pertes de couplage sont souvent données en dB avec $\eta(dB) = -10 \log_{10}(\eta)$.

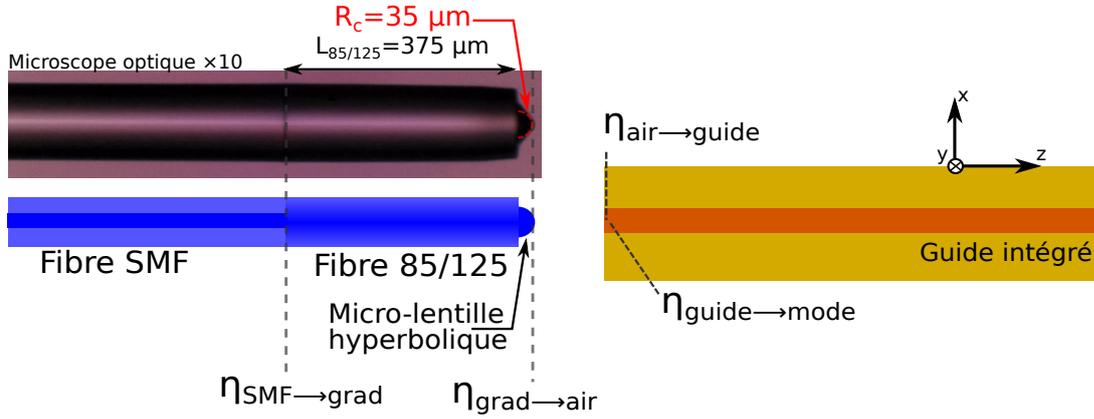


FIGURE 2.23 – Couplage entre une microlentille et un guide

Pour maximiser η_{tot} , on minimise les pertes entre la fibre SMF et la sortie de la lentille lors de la fabrication de la microlentille réalisée au laboratoire [35], *i.e.*, $\eta_{SMF-grad} = \eta_{grad-air} \simeq 1$. Le coefficient de réflexion à l'interface guide-air peut être approximé par le coefficient de réflexion de Fresnel $\eta_{air-guide} = \frac{4n_{coeur}}{(1 + n_{coeur}^2)}$ [1] ou calculé numériquement [36] [37]. Ensuite on cherche à réaliser une microlentille dont l'accord modal à l'entrée du guide intégré avec le mode fondamental du guide intégré $\eta_{guide-mode}$ est important. $\eta_{guide-mode}$ calculé en Figure 2.25 pour différents types de désaccords entre la fibre et le guide (présentés en Figure 2.24) correspond à l'intégrale de recouvrement, entre les champs du guide et de la fibre, calculés à l'entrée du guide intégré :

$$\eta_{guide-mode} = \frac{\left[\iint_{-\infty}^{+\infty} E_{fibre}(x, y) E_{guide}^*(x, y) dx dy \right]^2}{\iint_{-\infty}^{+\infty} E_{fibre}(x, y) E_{fibre}^*(x, y) dx dy \iint_{-\infty}^{+\infty} E_{guide}(x, y) E_{guide}^*(x, y) dx dy} \quad (2.106)$$

La lentille est fabriquée avec une symétrie circulaire. L'accord modal est maximal pour des guides intégrés dont la taille et la forme du mode fondamental sont proches de la taille du pincement minimal ω_0 de la microlentille. Dans ce cas, on peut approximer le mode du guide par un faisceau gaussien et utiliser les formules de désaccord modaux développées pour les fibres [38] :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_{fibre}(x, y) = E_0 e^{(-\frac{x^2 + y^2}{w_f^2(z)} - jkn_f \frac{x^2 + y^2}{2R_f(z)})} \\ E_{guide}(x, y) = E_0 e^{(-\frac{x^2}{w_{gx}^2(z)} - \frac{y^2}{w_{gy}^2(z)} - jkn_g (\frac{x^2}{2R_{gx}(z)} + \frac{y^2}{2R_{gy}(z)}))} \end{array} \right. \quad (2.107a)$$

$$(2.107b)$$

Avec R_f et R_g les rayons de courbure des surfaces d'onde de la fibre et du guide. ω_f , ω_{gx} et ω_{gy} sont les pincements des faisceaux, n_g est la répartition d'indice dans le guide. Les pincements ω_{gx} et ω_{gy} du guide intégré sont ceux du mode fondamental à l'entrée du guide, ils peuvent être pris égaux dans le cas de guides présentant une symétrie suivant les axes x et y.

La relation entre les rayons de courbure des surfaces d'onde et la largeur du faisceau est donnée suivant z_0 la distance au foyer :

$$\frac{1}{R(z)} - \frac{2i}{kn_g w^2(z)} = \frac{1}{z + i \frac{kn_g w_f^2}{2}} \quad (2.108)$$

Le pincement (waist) minimal du mode de la fibre micro-lentillée ω_f à la distance z_f de la sortie de la microlentille, est dérivé des lois de propagation de Kogelnik [38] d'un faisceau gaussien dans la fibre à gradient d'indice [34] suivant :

$$\omega_f(\omega_0, R) = \sqrt{\frac{\omega_0^2}{1 + (\frac{\pi \omega_0^2}{\lambda R} (n - 1))^2}} \quad (2.109)$$

Avec R le rayon de la microlentille, $2\omega_0$ le diamètre de mode dans la fibre et n l'indice de réfraction du matériau de la microlentille, ici la silice ($n=1.4$).

La distance de travail est donnée par :

$$z_f(\omega_0, R) = \frac{R}{(n - 1)} \frac{1}{1 + \frac{R\lambda}{(n - 1)\pi\omega_0^2}} \quad (2.110)$$

On peut alors observer l'effet d'un désalignement axial ou angulaire de la microlentille sur le taux de couplage $\eta_{guide-mode}$ à l'aide des équations du champ en sortie de la fibre et du guide monomode 2.107a et 2.107b ainsi que de l'efficacité du couplage 2.106 représentée en Figure 2.25. Cette figure nous renseigne sur la précision de l'alignement nécessaire pour un couplage acceptable. Lorsque l'approximation du champ gaussien n'est plus acceptable pour le guide intégré, il faut résoudre l'équation 2.106 avec la répartition du champ EM

du mode dans le guide en utilisant un des solveurs modaux décrit plus haut.

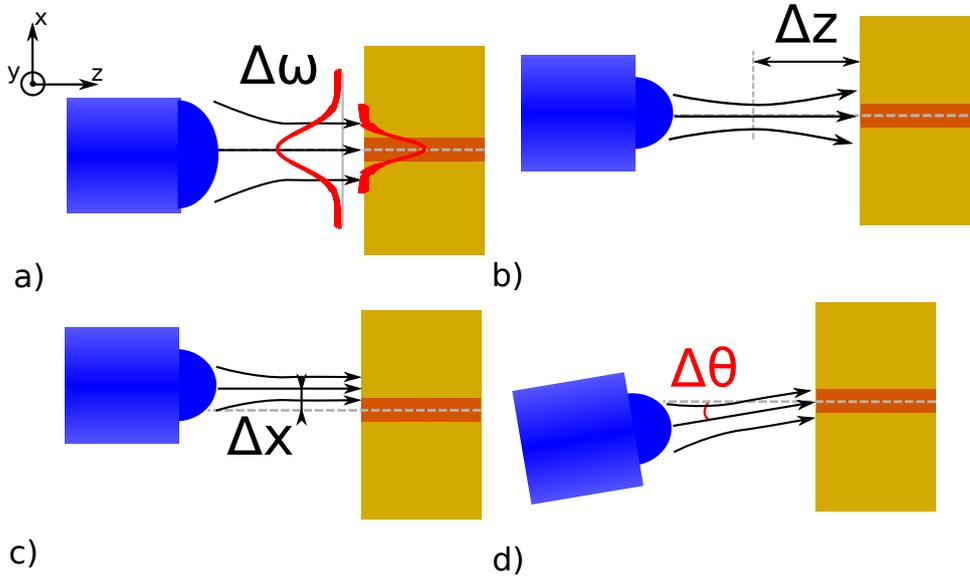


FIGURE 2.24 – a) Tailles de modes différentes b) Défocalisation suivant l’axe z c) Désalignement suivant l’axe x ou y d) Défaut angulaire autour des axes x ou y

L’équation 2.106 est calculée pour différentes valeurs de ω_{gx} , ω_{gy} et ω_f en Figure 2.25. Pour l’alignement axial Δx présenté en Figure 2.25.a, nous observons que des alignements latéraux micrométriques sont nécessaires pour obtenir un couplage important, ce qui justifie l’utilisation de platines piézoélectriques pour le couplage fibre-guide intégré. De plus, nous verrons par la suite que l’évolution du taux de couplage liée à la dérive de l’alignement avec le temps peut être critique pour l’utilisation des transducteurs avec la méthode de détection en variation d’intensité.

Nous observons en Figure 2.25.b l’effet d’un écart lié à un défaut d’alignement Δz entre la fibre et le guide intégré sur le taux de couplage $\eta_{guide-mode}$. Lorsque l’accord modal entre la fibre et le guide est total, il est possible d’obtenir un couplage $\eta_{guide-mode} = 100\%$ dans le cas où les guides sont correctement alignés. Nous pouvons observer que le couplage baisse rapidement avec le désalignement, ce qui justifie aussi l’utilisation d’éléments de micro-alignements suivant z pour aligner correctement la fibre et les guides.

Enfin, en Figure 2.25.c, le désalignement angulaire entre la fibre et les guides est tracé pour différentes tailles de modes. Nous observons que plus le mode est grand, plus l’alignement angulaire est critique pour obtenir un bon couplage. Cependant, pour des diamètres de modes de l’ordre de $2 \mu m$, le couplage reste acceptable pour des angles de plusieurs degrés. L’angle entre la fibre et les guides est donc moins critique pour un couplage bout à bout entre fibre et guide intégré.

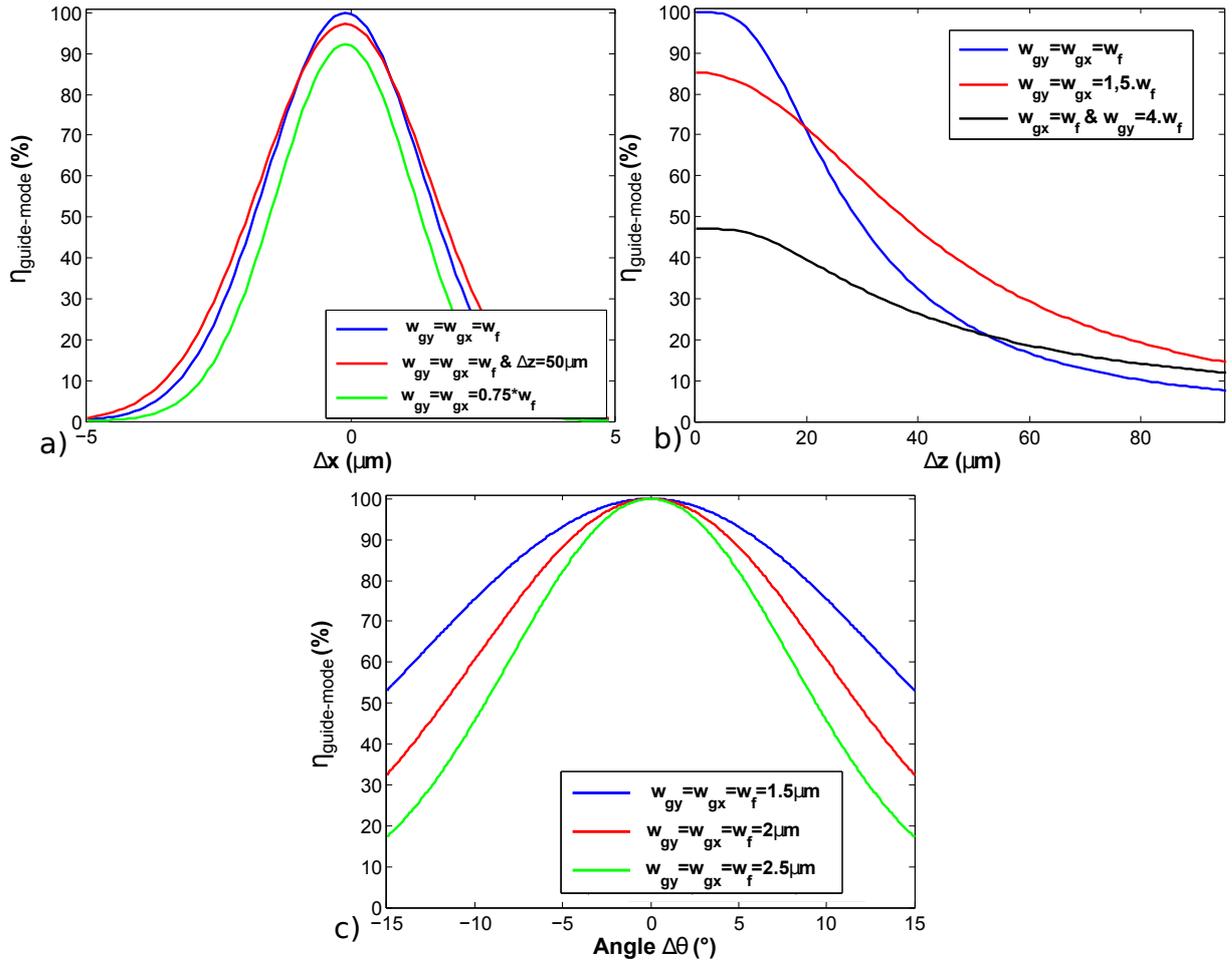


FIGURE 2.25 – a) Effet de la défocalisation suivant l’axe x sur $\eta_{\text{guide-mode}}$ pour $\omega_f = 2.5 \mu\text{m}$. b) Effet d’un décalage suivant l’axe z sur $\eta_{\text{guide-mode}}$ pour $\omega_f = 2.5 \mu\text{m}$. c) Effet d’un défaut angulaire entre les deux modes.

2.5.3 Étalonnage du banc

L’étalonnage du banc de caractérisation présenté en Figure 2.22 permet de se familiariser avec la technique de mesure, la manipulation des données et d’envisager les améliorations futures du banc de caractérisation.

2.5.3.1 Bruit d’intensité à basses fréquences du banc de caractérisation sur la plage d’accordabilité

Le bruit d’intensité du banc de caractérisation complet peut être évalué. Pour évaluer le bruit réel correspondant à une mesure de transduction, la puissance du laser est fixée et le banc est mis en position de référence : microlentilles d’entrée et de sortie mises bout à bout. Le contrôle de l’écartement des microlentilles permet de simuler l’effet des pertes de puissances induites dans le dispositif intégré placé entre les microlentilles à tester (Figure 2.26.a)), sur le bruit d’intensité. Le bruit d’intensité est supposé indépendant du bruit de polarisation puisque la réponse du photodétecteur dépend faiblement de la

polarisation. Le bruit d'intensité est généralement donné pour une fréquence de laser fixe. Dans le cas d'une mesure de bruit sur une plage de fréquence, il convient de retirer la dépendance du banc de caractérisation en longueur d'onde. Pour cela, la puissance optique reçue en fonction de la longueur d'onde pour différents écartements de microlentilles a été moyennée sur 50 acquisitions (Figure 2.26.a)). La vitesse de balayage du laser étant de 10 nm/s avec un point d'acquisition de 1 pm sur la plage d'accordabilité (1500-1625 nm), la durée d'acquisition d'un spectre est de 12,5 s et le temps de mesure d'un point est de 0,1 ms (10 kHz) (ce temps comprend le temps de mesure effectif du détecteur et le temps de déplacement du laser en fréquence). La Densité Spectrale de Puissance (DSP) peut donc être évaluée (Figure 2.27) sur l'intervalle 0.1 Hz-10 kHz :

$$DSP(f) = \frac{2}{P(\lambda)^2} FFT(\delta P(t)^2) \Rightarrow DSP_{dB}(f) = 10 \log_{10}(DSP(f)) \quad (2.111)$$

Le rapport signal sur bruit (SNR) est donné en fonction de la DSP et présenté en Figure 2.26.b) après l'application de différents filtres passe bas :

$$SNR_{dB} = 10 \log_{10} \left(\frac{\overline{P(\lambda)}}{\sigma_{Int}} \right) = 10 \log_{10} \left(\frac{1}{\sqrt{\int_{f_{min}}^{f_{max}} DSP(f)}} \right) \quad (2.112)$$

Dans le cas où aucun filtrage n'est effectué, on peut ramener le rapport signal sur bruit à :

$$SNR_{dB} = 10 \log_{10} \sqrt{\frac{1}{50} \sum_{i=1}^{50} \frac{\overline{P(\lambda)}^2}{(\overline{P(\lambda)} - P_i(\lambda, t))^2}} \quad (2.113)$$

Avec $\overline{P(\lambda)}$ la puissance moyennée sur 50 acquisitions et $P_i(\lambda, t)$ la puissance pour l'acquisition i .

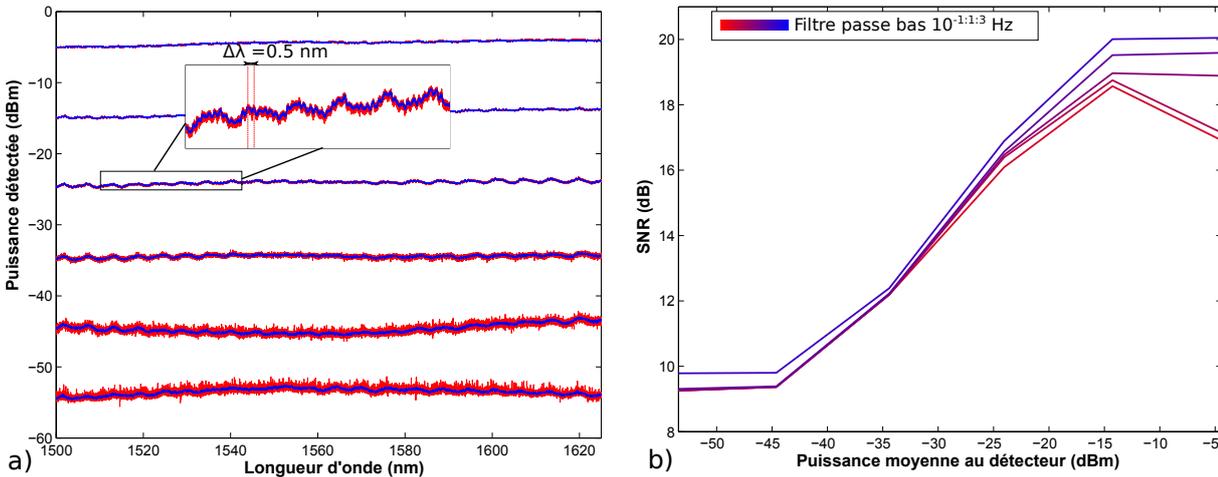


FIGURE 2.26 – a) Mesure de puissance en fonction de la longueur d'onde pour différents écartements de microlentille. b) Extraction du rapport signal sur bruit par intégration de la DSP présentée en Figure 2.27.

Dans le cas d'une source accordable, la DSP présentée en Figure 2.27 peut se lire à la fois en fonction de la fréquence temporelle liée à la vitesse de balayage de la source (échelle

2.27.a)), en plage spectrale ($\Delta\lambda$) (échelle 2.27.b)) ou être reliée au facteur de qualité d'un microrésonateur (échelle 2.27.c)) dont la largeur à mi-hauteur est calculée à partir de la plage spectrale (échelle 2.27.b)).

La diminution du SNR pour les faibles puissances observée en Figure 2.26.b) peut s'interpréter en observant la dépendance en puissance de la DSP en Figure 2.27. En effet, on observe que pour les plus faibles puissances, la DSP s'assimile à un bruit blanc caractéristique du plancher de bruit d'un photodétecteur ("*shot noise*"). Une remontée du bruit apparaît dans la DSP autour de 25 Hz et correspond au bruit induit par les éléments mécaniques dans la source accordable. Dans le cas de plus fortes puissances optiques correspondant à un alignement précis des microlentilles, on observe une remontée du bruit à très basses fréquences qui correspond à la dérive des éléments piézoélectriques dans le temps. La dérive des éléments piézoélectriques peut être contrôlée par la mise en place d'une boucle de contrôle sur la puissance à basses fréquences.

En observant l'échelle (Figure 2.27.c)), on peut comparer la proximité des différents bruits avec le facteur de qualité d'un MR. Globalement, il sera facile d'appliquer un filtre passe bas ou passe haut sur les bruits éloignés du facteur de qualité du MR étudié. Par exemple, on voit que pour des facteurs de qualité de MR de l'ordre de $10^3 - 10^4$ étudiés dans cette thèse, le bruit induit par les éléments mécaniques de la source accordable peut être un problème mais les dérives basse fréquence piézoélectriques et le bruit haute fréquence pourront être plus facilement gérés.

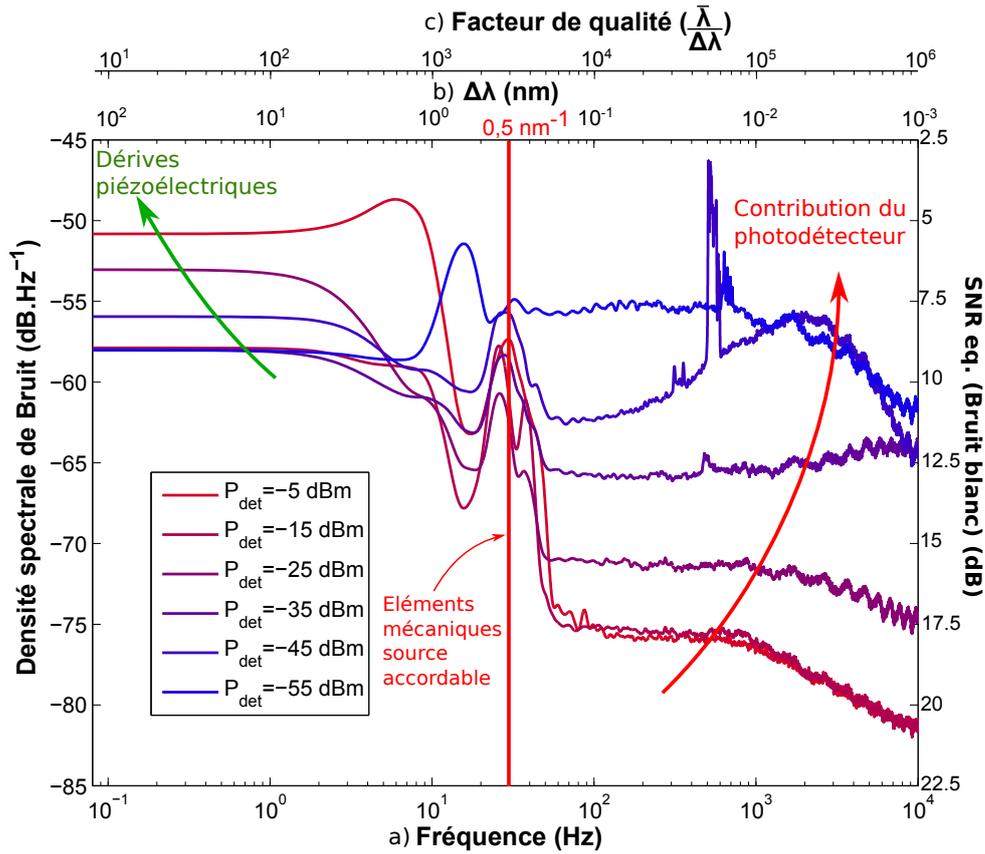


FIGURE 2.27 – Densité spectrale de bruit du montage expérimental pour différentes puissances reçues. a) En fonction de la fréquence. b) En fonction de la plage spectrale de balayage. c) En fonction du facteur de qualité ($\bar{\lambda} = 1550$ nm)

Un rapport signal sur bruit (SNR) de l'ordre de 20 dB est trouvé pour les intensités supérieures à -25 dBm (en accord avec le constructeur), cependant le SNR diminue en deçà de cette intensité. Par la suite, le bruit d'intensité est assimilé à un bruit blanc dont l'écart type correspond à la densité spectrale de bruit intégrée sur toute la plage de fréquence étudiée.

2.5.3.2 Incertitude en longueur d'onde et finesse spectrale de la source

Le bruit de fréquence du laser correspond aux incertitudes relative et absolue sur la position en fréquence du laser. Ce bruit a un effet important sur l'incertitude de la position de la longueur d'onde de résonance. Afin de limiter l'effet de ce bruit, il est nécessaire d'utiliser une référence spectrale. Dans un dispositif intégré, la référence peut être réalisée à l'aide d'un résonateur de référence. Additionnée à ce bruit, la finesse spectrale de la source doit être prise en compte dans le cas où elle ne peut pas être négligée par rapport à la finesse des résonances à mesurer.

— Incertitude absolue et relative du détecteur

Le détecteur CT400 pilote le balayage en longueur d'onde de la source et contrôle

en même temps la position de la longueur d'onde émise. Pour cela, une référence interne est utilisée. La précision du référencement en longueur d'onde du CT400 est de $\sigma_{\lambda,abs.} = 5 \text{ pm}$ en valeur absolue et $\sigma_{\lambda,rel.} = 1 \text{ pm}$ en valeur relative (i.e. entre deux mesures consécutives).

La densité spectrale de bruit de fréquence correspondant à l'écart $\sigma_{\lambda,rel.} = 1 \text{ pm}$ n'est pas donnée par le constructeur et n'est pas mesurée ici ; par la suite on estimera la répartition de l'incertitude par un bruit blanc gaussien. La relation entre la longueur d'onde réelle et la longueur d'onde théorique est donc :

$$\lambda_{aff.} = \lambda_{réelle} \pm \sigma_{\lambda,abs.} \pm \sigma_{\lambda,rel.}(t) \quad (2.114)$$

— Finesse spectrale et taux d'extinction

La finesse spectrale de la source est de 100 MHz (0,1 pm @ 1550 nm) et le taux d'extinction est de 145 dB. On peut considérer la source comme une source mono-fréquence tant que la largeur de la résonance est très supérieure à la largeur de raie de la source ($\Delta\lambda_{LMH} \gg \Delta\lambda_{source}$).

— Ajout d'un amplificateur (EDFA)

Dans certains cas, il peut être nécessaire d'ajouter un amplificateur dopé Erbium afin d'augmenter la puissance en entrée du transducteur intégré (dans le cas de guides présentant de fortes pertes). Dans ce cas, il est important de vérifier l'évolution des caractéristiques du signal (taux d'extinction, largeur de raie, taux d'extinction en polarisation) avant et après l'amplificateur. En effet, certains amplificateurs présentent des taux d'émission spontanée importants (taux d'extinction < 20 dB) qui dégradent les performances de la source. Dans ce cas, il est nécessaire d'effectuer un produit de convolution de la fonction de transfert du MR par le signal de la source.

2.5.3.3 Maintien en polarisation du banc de mesure

Afin d'obtenir la polarisation désirée sur toute la plage spectrale, il est nécessaire d'effectuer un étalonnage du banc en observant la puissance polarisée, la puissance non polarisée et l'orientation de la polarisation. Pour cela, un polarimètre est utilisé et permet d'enregistrer l'évolution de la polarisation et de la puissance en faisant varier la longueur d'onde à différents endroits du montage présenté en Figure 2.28.a).

Le bruit de polarisation de la source correspond au rapport entre le taux d'émission stimulée et le taux d'émission spontanée. Dans le cas de la source tunic HP100, ce rapport est de 80 dB. On a donc ($\sigma_{Pol} \ll \sigma_{Int}$) et on peut négliger le bruit de polarisation provenant du laser. En plus du bruit de polarisation provenant du laser, un bruit de polarisation basses fréquences induit par les fibres SMF peut apparaître (biréfringence induite par les variations de température). Cependant, le principal problème introduit par le montage présenté en Figure 2.28.a) est la rotation de la polarisation induite par les boucles de Lefèvre en fonction de la longueur d'onde.

Pour remédier à ce problème, on peut envisager de modifier le montage expérimental (Figure 2.28.b)) en amont du dispositif intégré à mesurer afin de n'utiliser que des fibres à

maintien de polarisation. La rotation de la polarisation pour coupler au mode TE ou TM peut se faire alors par rotation de la fibre autour de son axe.

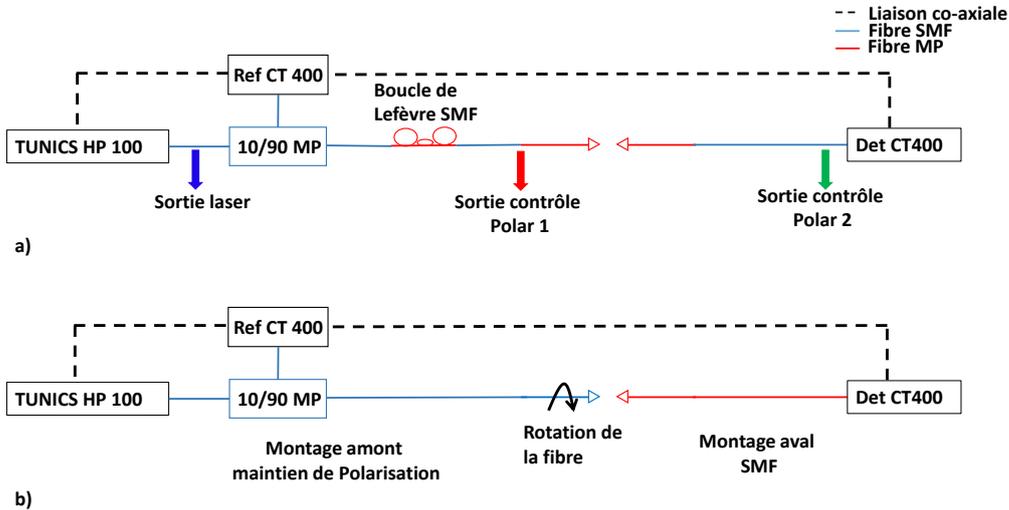


FIGURE 2.28 – Gestion de la polarisation du montage : a) Avec fibre micro-lentillée SMF et boucle de Lefèvre .b) Avec fibre micro-lentillée à maintien de polarisation et rotation de la fibre.

2.5.3.4 Réduction du bruit et traitement du signal pour la détection

2.5.3.4.1 Mesure expérimentale du bruit du montage

Le bruit du montage peut être estimé expérimentalement en mesurant la position du minimum de la transmission correspondant à la longueur d'onde de résonance en fonction du temps. Pour cela, le spectre d'un MR en polymères recouvert d'une goutte d'eau est acquis en fonction du temps. Le facteur de qualité du MR est estimé à 10^4 . Malgré la présence d'un élément Peltier, on voit apparaître une dérive de la position de la résonance dans le temps en Figure 2.29 et Figure 2.30.a). Cette dérive est attribuée à une variation de la température du MR. En effet, un isolement thermique complet de la puce est nécessaire afin de limiter les différentes variations thermiques liées à la pièce dans laquelle se déroule l'expérience aux différentes sources de rayonnements (lampes...).

De plus, on peut facilement observer sur la Figure 2.29 l'effet du désalignement entre les fibres et les guides intégrés avec le temps par le décalage de la puissance mesurée vers des puissances plus faibles avec le temps.

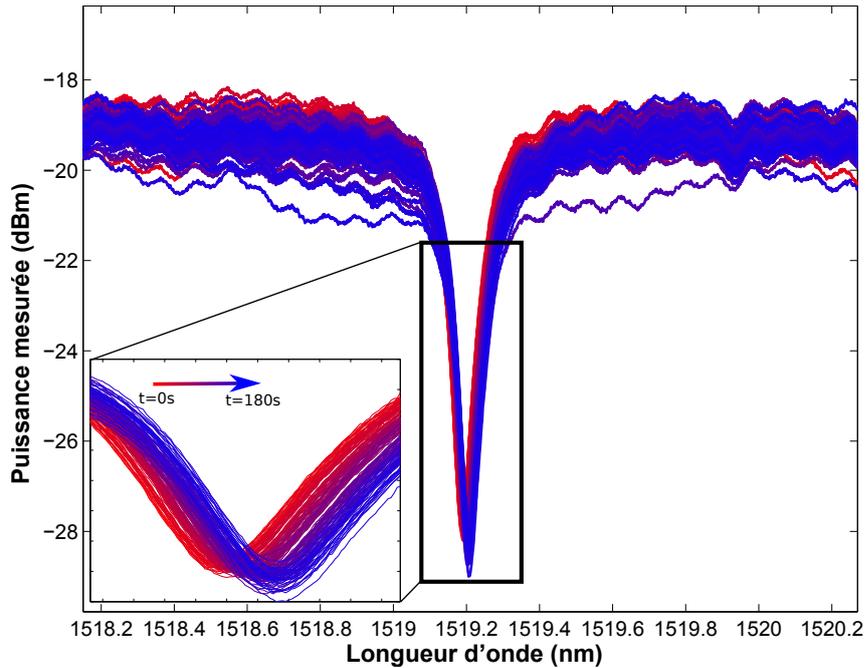


FIGURE 2.29 – Détection de la résonance d'un MR et dérive thermique

La variation de la longueur d'onde de résonance avec le temps $\Delta\lambda_{res}(t)$ est mesurée en extrayant le minimum de la longueur d'onde de résonance (Figure 2.30.a) courbe rouge). Sur ce décalage, on observe une dérive basse fréquence de la longueur d'onde de résonance qui est attribuée à une dérive thermique.

Afin d'évaluer le bruit réel du montage sans l'effet de la dérive thermique, la pente de la régression linéaire de $\Delta\lambda_{res}(t)$ est retirée (Figure 2.30.a) courbe bleu).

Cependant, il est possible d'améliorer l'identification de la position de la longueur d'onde de résonance en lissant le signal transmis. Pour cela, un ajustement local du signal est effectué (le détail de ce traitement du signal est donné en Annexe n°2) et la largeur de l'ajustement est optimisée pour minimiser le bruit en Figure 2.30.b). On observe que l'ajustement optimal est réalisé pour un filtre dont la largeur est proche de la moitié de la LMH de la résonance. L'utilisation d'un filtre ajustable en fonction de la largeur de la résonance paraît donc intéressante et sera étudiée par la suite. La courbe $\Delta\lambda_{res}(t)$ peut alors être retracée et on peut facilement observer la réduction de σ (Figure 2.30.a) courbe verte) par rapport à la courbe sans traitement du signal (Figure 2.30.a) courbe bleue).

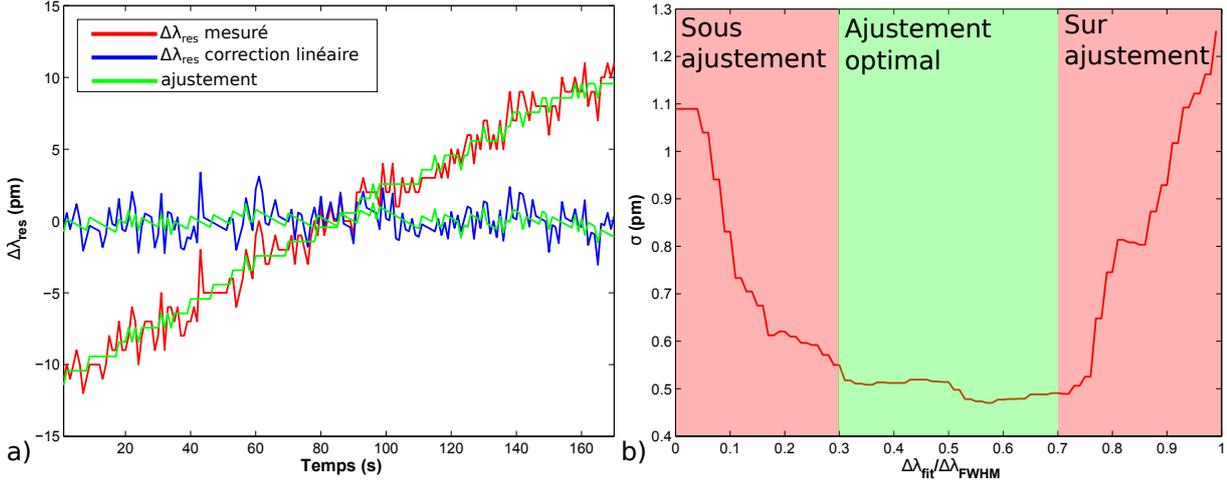


FIGURE 2.30 – a) Variation de la longueur d’onde de résonance. b) Optimisation de la détection de la longueur d’onde de résonance par ajustement local.

2.5.3.4.2 Gestion des dérives thermiques du montage

— Maintien du banc en température

Le maintien du banc en température à l’aide d’éléments Peltier est utile pour limiter les dérives thermiques. Cependant, il est nécessaire d’isoler totalement le montage de l’environnement extérieur pour espérer limiter efficacement les dérives thermiques. Dans le cas où le banc n’est que partiellement athermalisé, l’incertitude liée à la température est donnée par :

$$\sigma_{temp} = S_T \sigma_T \quad (2.115)$$

Avec σ_T l’incertitude en température et S_T la sensibilité thermique du MR définie similairement à $S_{hom.}$ par :

$$S_T = \left. \frac{\partial \lambda_{res}}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial T} \right|_{\lambda_{res}, n_{env}^0, T_0} = S_{MR} \cdot \left. \frac{\partial n_{eff}}{\partial T} \right|_{\lambda_{res}, n_{env}^0, T_0} \quad (2.116)$$

avec n_{env}^0 l’indice du solvant (eau) et T_0 la température de référence.

La résolution totale σ du capteur peut se ramener à l’incertitude sur la température dans le cas où le terme d’incertitude en température est grand devant les autres termes d’incertitudes $\sigma_{temp} \gg (\sigma_{Int}, \sigma_\lambda)$, ce qui est le cas sans athermalisation du transducteur.

— MRs athermiques

Pour limiter la dépendance en température d’un MR seul, on peut limiter la dépendance de l’indice effectif du guide à la température en choisissant bien les matériaux. On peut définir le rapport entre la sensibilité en variation d’indice de

réfraction du superstrat et la sensibilité en température par :

$$K_T = \frac{S_T(nm/K)}{S_{hom.}(nm/UIR)} \quad (2.117)$$

Dans le cas d'un MR simple, K_T peut être simplifié en utilisant les équations 2.91 et 2.116 :

$$K_T = \frac{\frac{\partial n_{eff}}{\partial T}}{\frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{analytes}}} \quad (2.118)$$

— **Ajout d'un MR de référence et correction de la dérive thermique**

L'utilisation d'un MR de référence placé à proximité du MR sensible permet de compenser les dérives thermiques du montage par un traitement du signal adaptatif en supposant que la température est homogène sur le substrat. Les relations suivantes peuvent être appliquées pour corriger les dérives thermiques du MR sensible à l'aide du MR de référence :

$$\lambda_{res,sens}(t) = \lambda_{res,sens}(T_0) + \frac{\partial \lambda_{res,sens}}{\partial T} \Big|_{T_0} \frac{\lambda_{res,ref}(t) - \lambda_{res,ref}(T_0)}{\frac{\partial \lambda_{res,ref}}{\partial T} \Big|_{T_0}} \quad (2.119)$$

Dans le cas où la température n'est pas homogène, on pourra utiliser des fonctions correctives dépendantes du temps. Contrairement au cas du MR athermique, le MR de référence pour la température doit être conçu pour avoir une grande dépendance en température afin de corriger précisément la position de la résonance du MR sensible. L'incertitude de la longueur d'onde de résonance du MR de référence est corrélée avec le même bruit de fréquence que celui du MR sensible dans le cas où la même source est utilisée ; le MR de référence peut donc aussi être utilisé comme référence de fréquence ce qui permet de diminuer l'incertitude sur σ_λ .

2.5.3.4.3 Estimation de l'incertitude totale par la méthode de Monte-Carlo

Par la suite, on fait l'hypothèse que σ_{temp} est négligée devant les autres contributions de bruits. Afin de sélectionner correctement le transducteur optique à base d'un MR seul et le système optique (laser-détecteur) de mesure, il convient d'évaluer l'effet des différents paramètres influant sur l'incertitude totale de mesure de la position de la résonance σ . Pour cela, un modèle numérique des bruits du montage est réalisé. Ce modèle repose sur les mesures réalisées lors de l'étalonnage du montage expérimental :

$$P_{mes} = 10 \cdot \log_{10}(P_{laser} \eta_{banc} (1 + \sigma_{int.}) \cdot T_p(\lambda + \sigma_\lambda)) \quad (2.120)$$

Avec $P_{laser}(mW)$ la puissance du laser et η_{banc} les pertes d'injection-extraction entre le laser et le détecteur (couplage fibre, propagation dans les guides d'accès). $\sigma_{int.}$ et σ_λ sont les contributions des bruits et dérives en intensité du banc et en longueur d'onde du laser.

Ensuite, l'incertitude totale σ peut être estimée par le calcul de l'écart type de la position de la longueur d'onde de résonance sur 400 essais afin d'assurer la convergence correcte de l'estimation de l'écart type.

— **Mesure du bruit et des dérives en intensité du montage**

$\sigma_{int.}$ est simulée par un bruit blanc à répartition gaussienne d'écart type $\frac{1}{10^{SNR_{dB}/10}} = 0,1$ correspondant au SNR minimal de 10 dB mesuré précédemment.

— **Seuil du détecteur**

Le seuil du détecteur est simulé en remplaçant les valeurs de puissances transmises inférieures au seuil du détecteur par la valeur du seuil (-60 dBm) :

$$P_{mes}(P_{mes} < -60 \text{ dBm}) = -60 \text{ dBm} \quad (2.121)$$

— **Estimation du bruit et des dérives en longueur d'onde du montage**

σ_λ est simulée par un bruit blanc gaussien d'écart type 1 pm en longueur d'onde centrée sur 0 :

$$\lambda_{réelle} = \lambda_{mes.} \pm 1 \text{ pm} \quad (2.122)$$

— **Simulation du bruit et effet du traitement du signal**

La fonction de transfert bruitée d'un MR est tracée pour une valeur de pertes par tour fixée a et le coefficient de transmission varie entre 0 et 1 en Figure 2.31.a) pour observer l'effet d'un résonateur sous-couplé et sur-couplé sur σ . Le calcul de σ est donné par l'écart type des longueurs d'onde de résonance avec le nombre d'essais présenté en Figure 2.31.b) :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{essai=1}^n (\lambda_{res,essai} - \overline{\lambda_{res}})^2} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{essai=1}^n (\sigma_{essai})^2} \quad (2.123)$$

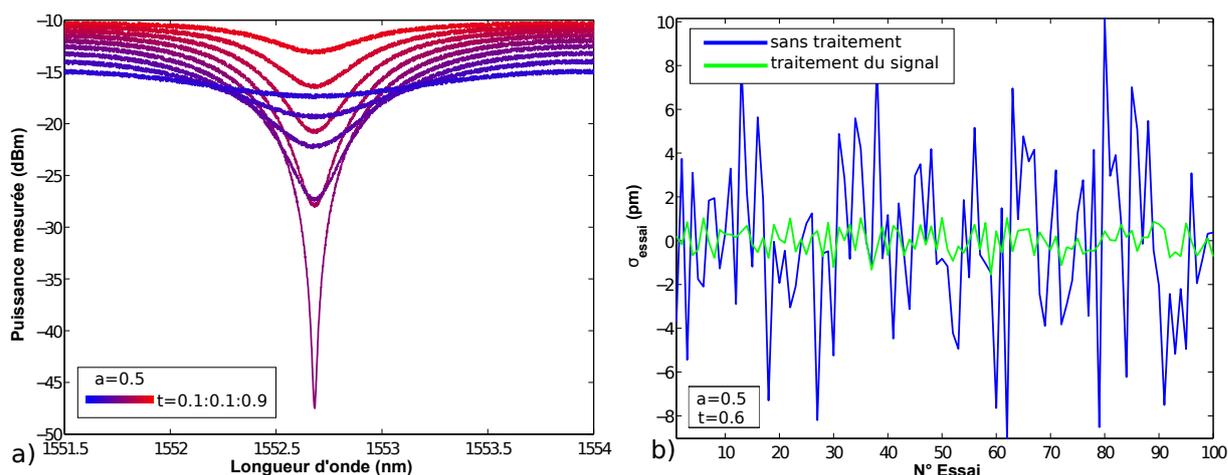


FIGURE 2.31 – a) Fonction de transmission bruitée pour différents coefficients de couplage. b) Evolution de σ_{essai} pour $a = 0,5$ et $|t| = 0,6$ en fonction des différents essais et effet du traitement du signal.

Dans le cas d'un sur-couplage ou sous-couplage, le contraste diminue ce qui détériore la valeur de σ en Figure 2.32.a). L'effet de la finesse sur σ est visible par la dissymétrie de la courbe Finesse (σ) tracée en Figure 2.32.b).

Le traitement du signal permet d'élargir la zone de finesse et de contraste pour laquelle σ est faible. De plus, l'utilisation d'un ajustement local à pas variable (i.e. dépendant de la largeur à mi-hauteur) augmente l'efficacité du traitement comparé à un ajustement à pas fixe, ce qui confirme les observations expérimentales montrées en Figure 2.30.b).

On observe par ailleurs que le traitement du signal augmente la dissymétrie de Finesse(σ) ; l'ajustement local est donc plus efficace pour des finesesses plus élevées.

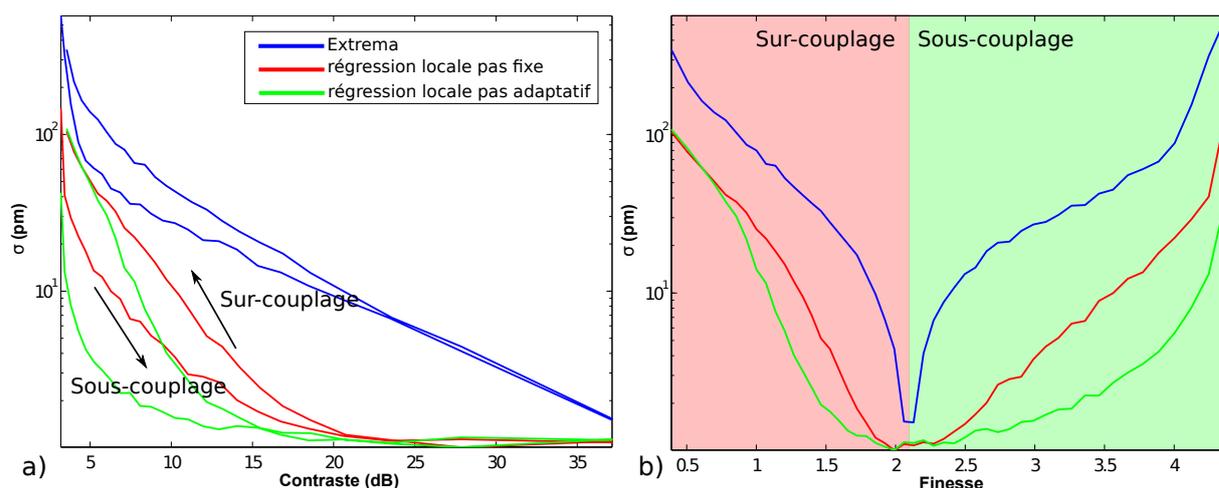


FIGURE 2.32 – a) Écart type moyen en fonction du contraste de la résonance. b) Écart type moyen en fonction de la finesse de la résonance.

Le rapport signal sur bruit et l'incertitude en longueur d'onde peuvent être optimisés par un système laser/détecteur plus performant que le système CT400/TUNICS HP100 utilisé dans le montage. On peut alors simuler l'amélioration de l'incertitude sur le bruit avec le traitement du signal adaptatif en fonction du contraste des résonances (Figure 2.33.a)) et de la finesse (Figure 2.33.b)) dans le cas où le SNR est amélioré de 10 dB à 50 dB et dans le cas où l'incertitude en longueur d'onde est améliorée de 1 pm à 0,1 pm. Dans le cas de l'amélioration du SNR seul, on observe un élargissement de la gamme de bas bruit mais le minimum de bruit n'est pas amélioré ($\sigma_{tot,min} = \sigma_\lambda = 1$ pm). Dans le cas de la baisse de l'incertitude sur la longueur d'onde d'une décade seule (SNR = 10 dB, $\sigma_\lambda = 0,1$ pm), le bruit diminue mais n'atteint pas la valeur de l'incertitude en longueur d'onde ($\sigma_{tot,min} = 0,4$ pm $>$ σ_λ). Il y a donc compétition entre le terme de bruit d'intensité et de fréquence. Dans le cas de la baisse de l'incertitude sur la longueur d'onde et sur le bruit d'intensité (SNR = 50 dB, $\sigma_\lambda = 0,1$ pm), l'incertitude en longueur d'onde est à nouveau le paramètre limitant ($\sigma_{tot,min} = \sigma_\lambda = 1$ pm).

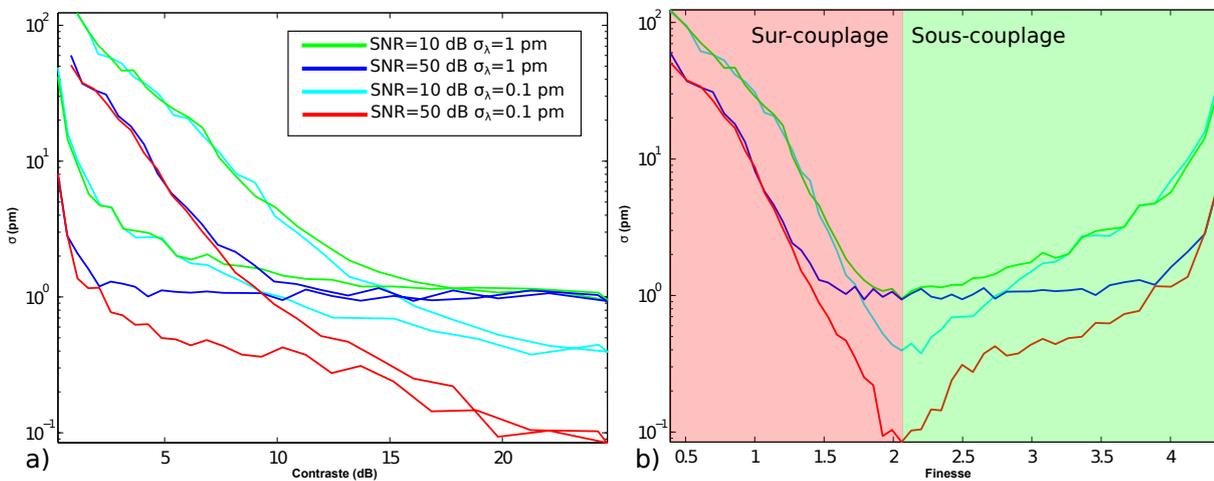


FIGURE 2.33 – Effet de l'évolution du rapport signal sur bruit (SNR) et de l'écart type de l'incertitude relative sur la longueur d'onde (σ_λ : a) En fonction du contraste .b) En fonction de la finesse.

L'étude de σ_{tot} a été réalisée dans cette partie dans le cas où $\sigma_{temp} \ll (\sigma_{Int}, \sigma_\lambda)$. L'intérêt du traitement du signal par filtrage local à pas adaptatif et du choix d'un MR à fort contraste ont été mis en évidence pour la réduction de σ_{tot} . Pour un MR dont le facteur de qualité est de l'ordre de 10^4 , on peut s'attendre à un $\sigma_{tot,min} = 1$ pm pour la source utilisée ($\sigma_\lambda = 1$ pm et SNR = 10 dB) et un MR au couplage critique. L'optimisation du montage pour abaisser σ_λ et le SNR permet ensuite de diminuer $\sigma_{tot,min}$.

2.5.3.4.4 Limite de détection théorique d'un MR seul avec la source accordable

La limite de détection théorique maximale d'un MR seul avec la source accordable, dans le cas où le montage est athermalisé (MR de référence ou MR athermique), peut

être calculée dans le cas du montage expérimental utilisé dans cette thèse par :

$$LD = \frac{3 \sigma_{tot,min}(\sigma_\lambda = 1pm, SNR = 10dB)}{S_{théo}} = \frac{3 pm}{1200 nm/UIR} = 2,5 \cdot 10^{-6} UIR \quad (2.124)$$

Dans le cas où le montage n'est pas athermalisé, les dérives thermiques dominent les autres contributions des bruits. Afin d'améliorer la limite de détection en conservant le montage actuel, il est nécessaire de trouver un moyen d'augmenter la sensibilité au-delà de la sensibilité théorique d'un MR seul sans dégrader la résolution σ de la mesure. Pour cela, des MRs cascades à effet Vernier présentés dans le chapitre 3 peuvent être utilisés afin d'exalter la sensibilité du transducteur.

2.5.4 Pistes d'améliorations du banc optique et perspectives sur les MRs simples pour la biodétection

2.5.4.1 Système micro-fluidique

Un système micro-fluidique en polymère PDMS (polydiméthylsiloxane) a été développé (Figure 2.34.a)) au cours de cette thèse, sa conception est détaillée en Annexe n°3. La fabrication de ce système a permis de lancer la réflexion dans le laboratoire sur l'implémentation pratique des systèmes micro-fluidiques sur une puce intégrée et le traitement du signal du transducteur en temps réel.

En effet, la mesure de solutions glucosées de concentrations variables a pu être réalisée en temps réel à l'aide du système microfluidique et de l'utilisation du traitement du signal pour un MR simple en polymère (présenté en partie 2.5.3.4.1) afin d'extraire la position de la longueur d'onde de résonance du MR en fonction du temps (Figure 2.34.b)).

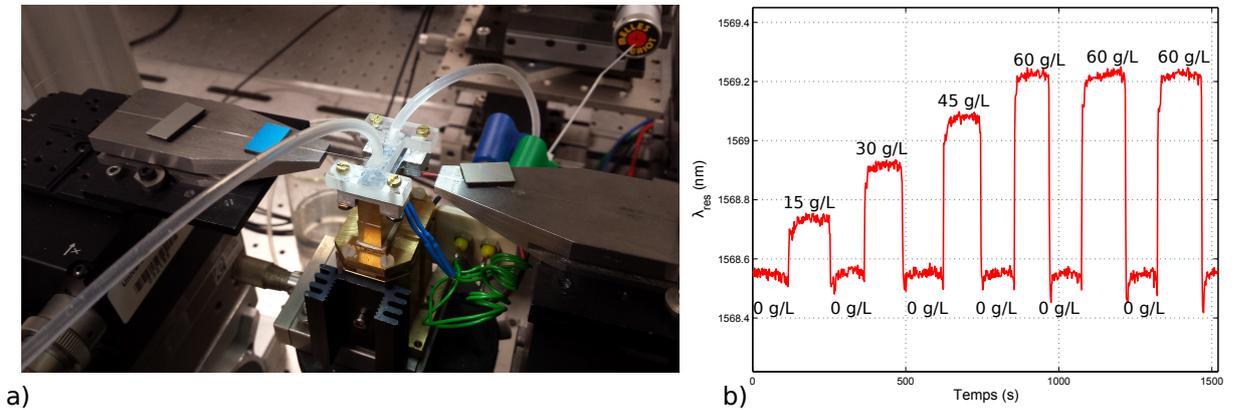


FIGURE 2.34 – a) Intégration du système micro-fluidique sur le banc. b) Mesure de la longueur d'onde de résonance d'un MR avec un superstrat pour des solutions de glucose de différentes concentrations.

2.5.4.2 Ajout de MR de référence et systèmes de MRs

L'utilisation d'un MR de référence thermique à proximité du MR sensible permet de limiter l'influence des dérives thermiques sur σ et d'étudier plus en détail les autres contributions de bruits (2.5.3.4.2). De plus, l'utilisation de plusieurs MRs sensibles permet de

multiplier le nombre de biomarqueurs différents détectés sur une même puce.

Pour arriver à mesurer le signal de plusieurs MRs, on peut par exemple les multiplexer en utilisant un système multiplexeur/demultiplexeur de type DWDM ("*Dense Wavelength Division Multiplexing*") intégré (Figure 2.35) [39].

Pour cela, un intervalle $\Delta\lambda_{mes} > ISL_{MR}$ est attribué à chaque MR, ce qui permet d'exploiter la plage d'accordabilité du laser accordable afin de multiplexer les mesures.

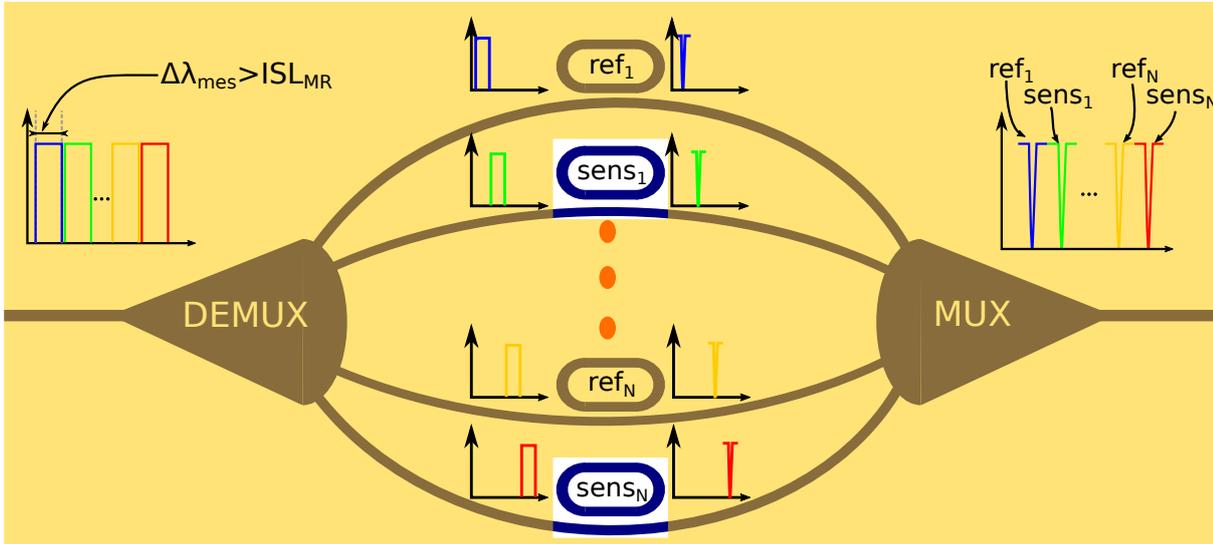


FIGURE 2.35 – Multiplication du nombre de MRs sensibles et de MRs de référence dans un système DWDM

2.5.4.3 Optimisation du système source-détecteur et du banc de mesure

L'effet du bruit d'intensité et du bruit de fréquence sur l'incertitude de mesure a été étudié dans ce Chapitre. Cette étude pourra servir de guide dans le choix de futures sources et détecteurs pour les biocapteurs intégrés dans le proche infrarouge.

2.5.4.4 Bio-détection en optique intégrée dans d'autres gammes de longueur d'onde

La gamme de longueur d'onde du proche infrarouge autour de $1,55 \mu m$ a été historiquement proposée pour la bio-détection du fait de la disponibilité du matériel et des études menées en optique intégrée pour les applications dans le domaine des télécommunications dans cette gamme de longueur d'onde. Cependant, le principal inconvénient de la détection en milieu aqueux dans la gamme du proche infrarouge réside dans la forte absorption de l'eau. Cependant, cette contrainte peut être limitée en choisissant correctement la gamme de longueur d'onde utilisée. En effet, l'absorption de l'eau présente un minimum local proche des longueurs d'onde correspondant au bleu (300 - 400 nm) qui suscite l'intérêt pour les télécommunications sous marine dont l'absorption de l'eau est la principale contrainte [40] ("*blue light communications*"). De plus, la disponibilité des systèmes sources-détecteurs [41] ainsi que les récentes avancées en terme de guidage dans cette gamme de longueurs d'onde ouvre des perspectives intéressantes pour la bio-détection en optique intégrée dans le bleu.

2.6 Conclusion

Les MRs intégrés sont des transducteurs intéressants pour la biodétection. La LD qui est le principal critère de performance du capteur, peut être estimée par la sensibilité du transducteur et les incertitudes de mesures. La sensibilité de ces dispositifs peut être optimisée en maximisant l'interaction du champ EM avec les analytes, *i.e.*, en améliorant la sensibilité du guide S_w . Cependant, cette stratégie possède certaines limites : l'amélioration de S_w entraîne une augmentation des pertes par rugosité dans le cas de la détection surfacique avec un guide ridge massif ou des pertes matériaux liées à la forte absorption de l'eau dans le proche infrarouge dans le cas de la détection homogène.

Dans le chapitre 4, nous nous intéresserons particulièrement à l'optimisation des performances des guides en silicium poreux pour la biodétection : le calcul de la sensibilité et des pertes de propagation optiques des guides en SiP sera réalisé afin d'optimiser la LD. Les incertitudes de mesures sont peu étudiées pour les dispositifs intégrés car il est nécessaire de comprendre le système de détection dans sa totalité ainsi que les différentes sources d'incertitudes. Sans gestion des incertitudes, les dérives thermiques sont souvent les principales sources d'incertitudes et doivent être correctement maîtrisées avant de s'intéresser aux autres contributions de bruits.

Dans le cas où les dérives thermiques sont faibles, l'influence des bruits d'intensités et de fréquence du montage doit être prise en compte et a été étudié par la méthode de Monte-Carlo. Cette étude a permis de mettre en évidence l'intérêt du traitement du signal pour diminuer les incertitudes totales et l'impact de l'optimisation de la fonction de transfert du MR sur l'incertitude totale.

L'étude des incertitudes de mesures avait pour objectif d'éveiller l'intérêt sur les notions de bruits de mesure et de traitement du signal. En effet, cette thématique permet d'évoluer d'un sujet centré sur les transducteurs optiques intégrés, dont le critère de performance est la sensibilité, vers les capteurs optiques à transducteurs optiques intégrés qui valorisent toute la chaîne de mesure et dont le critère de performance est la LD. De plus, l'étude des incertitudes de mesures est un sujet transversal en photonique et a permis d'initier des rapprochements et discussions sur ce sujet au laboratoire. Enfin, cette étude permet d'envisager les performances nécessaires pour le banc optique et le traitement du signal spécifique pour la réduction des incertitudes de mesures et l'amélioration de la LD des capteurs optiques à base de transducteurs intégrés.

Dans les Chapitres 3 et 4, nous nous intéressons aux transducteurs à effet Vernier composés de plusieurs MRs afin d'exalter la sensibilité et ainsi de diminuer la LD. Dans le Chapitre 3, un transducteur à effet Vernier en polymères est conçu et testé pour la détection homogène du glucose. Dans le Chapitre 4, un transducteur à effet Vernier hybride polymères/ silicium poreux est conçu afin d'étudier l'intérêt de ce dispositif pour les applications en détection surfacique.

Bibliographie

- [1] C. Pollock and M. Lipson, *Integrated photonics*. Kluwer Academic Publisher, 2003.
- [2] L. Golovan and V. Y. Timoshenko, "Nonlinear-optical properties of porous silicon nanostructures," *Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics*, vol. 8, no. 223-239, 2013.

-
- [3] A. B. Fallahkhair, K. S. Li, and T. E. Murphy, "Vector finite difference modesolver for anisotropic dielectric waveguides," *J. Lightwave Technol.*, vol. 26, pp. 1423–1431, 2008.
- [4] photond, "<https://www.photond.com/products/fimmwave.htm>," Mai 2018.
- [5] K.S.Chiang, "Performance of the effective-index method for the analysis of dielectric waveguides," *Optics Letters*, vol. 16, no. 10, 1991.
- [6] A.Yariv, "Coupled-mode theory for guided-wave optics," *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 9, no. 9, 1973.
- [7] K. Okamoto, *Fundamentals of Optical Waveguides, Second Edition*. Academic Press, 2006.
- [8] E.A.J.Marcatili, "Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics," *The Bell System Technical Journal*, pp. 2071–2102, 1969.
- [9] Y.Yamamoto, Y.Kawaguchi, and M.Hirano, "Low loss and low nonlinearity fibers for long haul transmission," *Optical Fiber Communication Conference*, 2015.
- [10] J. F. Bauters, M. L. Davenport, M. J. R. Heck, J. K. Doylend, A. Chen, A. W. Fang, and J. E. Bowers, "Silicon on ultra-low-loss waveguide photonic integration platform," *Optics Express*, vol. 21, no. 1, pp. 544–555, 2013.
- [11] J.A.Curcio and C. Petty, "The near infrared absorption spectrum of liquid water," *Optical Society of America*, vol. 41, no. 5, 1951.
- [12] T. D. Berg and H.Spekrijse, "Near infrared light absorption in the human eye media," *Vision Res.*, vol. 37, no. 2, pp. 249–253, 1996.
- [13] E."Ferrand" and R.Romestain, "Optical losses in porous silicon waveguides in the near-infrared : Effects of scattering," *Applied Physics Letters*, vol. 77, no. 22, 2000.
- [14] F.Ladouceur, J.D.Love, and T.J.Senden, "Effect of side wall roughness in buried channel waveguides," *IEE Proc.-Optoelectron.*, vol. 141, no. 4, 1994.
- [15] F.Xia, L.Sekaric, and Y. Vlasov, "Mode conversion losses in silicon-on-insulator photonic wire based racetrack resonators," *Optics Express*, vol. 14, no. 9, 2006.
- [16] H.S.Lee, C.H.Choi, B.H.O, D.G.Park, B.G.Kang, S.H.Kim, S.G.Lee, and E.H.Lee, "A nonunitary transfer matrix method for practical analysis of racetrack microresonator waveguide," *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 16, no. 4, 2004.
- [17] M.Hammer, K. Hiremath, and R.Stoffer, "Analytical approaches to the description of optical microresonator devices," *AIP conference proceedings*, vol. 709, pp. 48–71, 2004.
- [18] A.Yariv, "Universal relations for coupling of optical power between microresonator and dielectric waveguides," *Electronics Letters*, vol. 36, no. 4, 2000.
- [19] W. Bogaerts, P. D. Heyn, T. V. Vaerenbergh, K. D. Vos, S. K. Selvaraja, T. Claes, P. Dumon, P. Bienstman, D. V. Thourhout, and R. Baets, "Silicon microring resonators," *Laser Photonics Rev*, vol. 6, no. 1, 2012.
- [20] J. Chiles and S. Fathpour, "Single-mode and single-polarization photonics with anchored-membrane waveguides," *Optics Express*, vol. 24, no. 17, pp. 19337–19343, 2016.
-

- [21] D. Perez-Galacho, R. Halir, A. Ortega-Monux, C. Alonso-Ramos, R. Zhang, P. Runge, K. Janiak, H.-G. Bach, A. G. Steffan, and I. Molina-Fernandez, “Integrated polarization beam splitter with relaxed fabrication tolerances,” *Optics Express*, vol. 21, no. 12, pp. 14146–14151, 2013.
- [22] J. Cartledge, “Performance of 10 gb/s lightwave systems based on lithium niobate mach-zehnder modulators with asymmetric y-branch waveguides,” *IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS*, vol. 7, no. 9, 1995.
- [23] C.-T. Wang, C.-Y. Wang, J.-H. Yu, I.-T. Kuo, C.-W. Tseng, H. Chang, J. Y.-J. Chen, and T.-H. Lin, “Highly sensitive optical temperature sensor based on a sin micro-ring resonator with liquid crystal cladding,” *Optics Express*, vol. 24, no. 2, 2016.
- [24] W. J. Westerveld, S. M. Leinders, P. M. Muilwijk, J. Pozo, T. C. van den Dool, M. D. Verweij, M. Yousefi, and H. P. Urbach, “Characterization of integrated optical strain sensors based on silicon waveguides,” *IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS*, vol. 20, no. 4, 2014.
- [25] J. H. Schmid, P. Cheben, P. J. Bock, J. Lapointe, S. Janz, D.-X. Xu, M. Ibrahim, and W. Ye, “A new degree of freedom for silicon integrated optics,” *SPIE*, 2012.
- [26] A. Gutierrez, E. Baudet, L. Bodiou, V. Nazabal, E. Rinnert, K. Michel, B. Bureau, F. Colasand, and J. Charrier, “Theoretical study of an evanescent optical integrated sensor for multipurpose detection of gases and liquids in the mid-infrared,” *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 242, pp. 842–848, 2017.
- [27] D. A. Armbruster and T. Pry, “Limit of blank, limit of detection and limit of quantitation,” *Clin Biochem Rev.*, vol. 29, 2008.
- [28] F. D. Olio and V. M. N. Passaro, “Optical sensing by optimized silicon slot waveguides,” *Opt. Express*, vol. 15, pp. 4977–4993, 2007.
- [29] G. J. Veldhuis, O. Parriaux, H. Hoekstra, and P. V. Lambeck, “Sensitivity enhancement in evanescent optical waveguide sensors,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 18, no. 5, 2000.
- [30] I.M.White and X.Fan, “On the performance quantification of resonant refractive index sensors,” *Optics Express*, vol. 16, no. 2, pp. 1020–1028, 2008.
- [31] D. V. Strekalov, R. J. Thompson, L. M. Baumgartel, I. S. Grudin, and N. Yu, “Temperature measurement and stabilization in a birefringent whispering gallery mode resonator,” *Optics Express*, vol. 19, no. 15, 2011.
- [32] W. D. Sacher, Y. Huang, L. Ding, B. J. F. Taylor, H. Jayatileka, G. Lo, and J. K. S. Poon, “Wide bandwidth and high coupling efficiency si₃n₄-on-soi dual-level grating coupler,” *Opt. Express*, vol. 22, no. 10938-10947, 2014.
- [33] L. Wang, Y. Li, M. G. Porcel, D. Vermeulen, X. Han, J. Wang, X. Jian, M. Zhao, and G. Morthier, “Grating couplers in polymer with a thin si₃n₄ layer embedded,” *Proc. of SPIE*, no. 8258, 2012.
- [34] M. Thual, G. Moreau, J. Ribette, P. Rochard, M. Gadonna, and J. Simon, “Micro-lens on polarization maintaining fibre for coupling with 1.55 lm quantum dot devices,” *Optics Communications*, vol. 255, pp. 278–285, 2005.
- [35] M. Thual, P. Chanclou, O. Gautreau, L. Caledec, C. Guignard, and P. Besnard, “Appropriate micro-lens to improve coupling between laser diodes and singlemode fibres,” *electronics letters*, vol. 39, no. 21, 2003.

- [36] J. Xu, D. Yevick, and M. Gallant, "Approximate methods for modal reflectivity at optical waveguide facets," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 12, no. 4, 1995.
- [37] D. Labukhin and X. Li, "Three-dimensional finite-difference time-domain simulation of facet reflection through parallel computing," *Journal of Computational Electronics*, vol. 4, pp. 15–19, 2005.
- [38] H. Kogelnik and T. Li, "Laser beams and resonators," *Proceedings of the IEEE*, vol. 54, no. 10, 1966.
- [39] S. Cheung, T. Su, and K. O. S. J. B. Yoo, "Ultra-compact silicon photonic 512 512 25 ghz arrayed waveguide grating router," *IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS*, vol. 20, no. 4, 2014.
- [40] G. Baiden, Y. Bissiri, and A. Masoti, "Paving the way for a future underwater omnidirectional wireless optical communication systems," *Ocean Engineering*, vol. 36, no. 9-10, pp. 633–640, 2009.
- [41] K. F. Walls and A. Sanchez, "Titanium sapphire lasers," *The Lincoln Laboratory Journal*, vol. 3, no. 3, 1990.

CHAPITRE 3

CAPTEURS À EFFET VERNIER EN POLYMÈRES

Sommaire

3.1	Théorie sur l'effet Vernier	132
3.1.1	Origine de l'effet Vernier	132
3.1.2	Principe de l'effet Vernier avec des MRs	133
3.1.3	Effet Vernier pour l'application capteur	133
3.1.4	Transducteur à effet Vernier en polymères pour la détection homogène du glucose	136
3.2	Fabrication de guides en polymères	136
3.2.1	Polymères courants en optique intégrée	136
3.2.2	Techniques de fabrication en salle blanche	137
3.2.3	Réalisation technologique des guides SU8/PMATRIFE	141
3.3	Caractéristiques des guides en polymères	144
3.3.1	Pertes de propagation des guides SU8/PMATRIFE	144
3.3.2	Indice effectif des guides SU8/PMATRIFE	154
3.3.3	Incertitudes sur l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE	160
3.4	Conception et fabrication d'un transducteur à effet Vernier en polymères	163
3.4.1	Modèle numérique de la structure "MZ-pass"	164
3.4.2	Paramètres d'optimisation du design de l'interféromètre	164
3.4.3	Effet de la longueur sur le contraste et la puissance en sortie du transducteur	168
3.4.4	Contrôle de la période et optimisation de la sensibilité	169
3.4.5	Design final du masque	171
3.4.6	Caractérisation des capteurs à effet Vernier	172
3.5	Perspectives pour les transducteurs à effet Vernier en polymères	179
3.6	Conclusion	181
	Bibliographie	181

Dans ce Chapitre, les transducteurs optiques intégrés à effet Vernier à base de MRs en polymères sont réalisés expérimentalement. Dans un premier temps, l'effet Vernier est présenté et les principaux paramètres de ce transducteur sont mis en avant. Ensuite, les matériaux polymères et les procédés en salle blanche utilisés et développés pour la fabrication des guides intégrés en polymères constituant la structure à effet Vernier sont présentés. Les guides en polymères sont caractérisés afin de connaître précisément leur performances (pertes de propagation et indice effectif).

L'optimisation d'un transducteur à effet Vernier utilisant des MRs en configuration MZ-pass est présentée, elle repose sur la connaissance des caractéristiques des guides en polymères et du matériel de caractérisation (laser accordable et détecteur), ainsi que sur la mise en place d'un algorithme d'optimisation tenant compte de la spécificité de l'effet Vernier. Les performances du transducteur sont ensuite caractérisées et la limite de détection est estimée en réutilisant l'outil de simulation par la méthode de Monte-Carlo et les incertitudes liées au système de mesure ($\sigma_{Int}, \sigma_\lambda$) développées en Chapitre 2.

3.1 Théorie sur l'effet Vernier

3.1.1 Origine de l'effet Vernier

L'effet Vernier fait référence à la règlette, permettant par un système de graduations ingénieuses, de mesurer des petites longueurs. On peut illustrer ce système par la Figure 3.1. En utilisant deux règles de graduations légèrement différentes, on place l'objet à l'origine de la première règle et on place l'origine de la seconde règle au bout de l'objet. Si la graduation de la première règle est décimale et notée $ISL_{dec.}$ et la graduation de la deuxième règle est plus faible notée $ISL_{red.}$, on peut introduire la différence entre les deux graduations $\Delta ISL = ISL_{dec.} - ISL_{red.}$. On peut approximer la longueur de l'objet par $L_{objet} = q.ISL_{dec.} + i.\Delta ISL \pm \Delta ISL$; $q, i \in \mathbb{N}$.

Les graduations des deux règles seront alignées lorsque $i.ISL_{dec.} = i.ISL_{red.} + i.\Delta ISL$. On peut alors définir un facteur de grandissement d'échelle $G = \frac{ISL_{red.}}{\Delta ISL}$; la précision passe de $ISL_{dec.}$ à ΔISL .

Une règle Vernier (pied à coulisse) classique possède $ISL_{dec.} = 1$ mm et $ISL_{red.} = 0,9$ mm, la précision de la mesure passe de 1 mm à $\Delta ISL = 0,1$ mm.

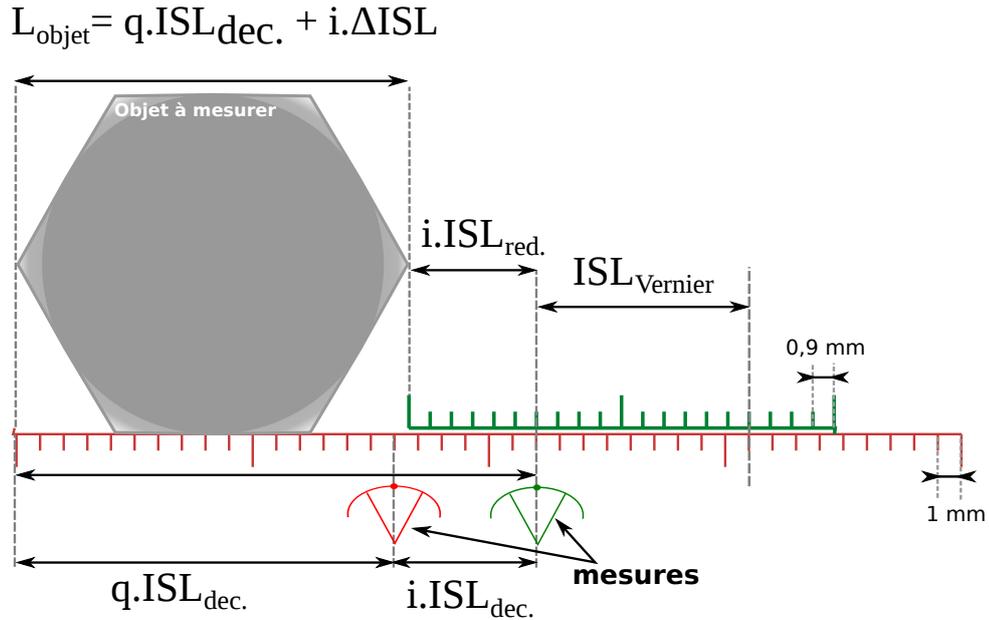


FIGURE 3.1 – Principe de l'effet Vernier

3.1.2 Principe de l'effet Vernier avec des MRs

On peut faire apparaître l'effet Vernier en optique intégrée en mettant en cascade des interféromètres comme des Mach-Zehnders (MZs) [1] ou des MRs [2-9]. Comme ces dispositifs présentent des répétitions quasi-périodiques de résonances en fonction de la longueur d'onde, la mise en cascade de deux interféromètres (dont les périodes des résonances sont choisies différentes) génère un effet Vernier.

Dans un premier temps, l'intérêt de l'effet Vernier pour l'application dans les capteurs optiques est présenté. Ensuite, le transducteur à effet Vernier en polymères fabriqué au cours de cette thèse est présenté.

3.1.3 Effet Vernier pour l'application capteur

Afin d'utiliser l'effet Vernier pour des applications capteur, on met en cascade deux interféromètres. L'effet Vernier est illustré en Figure 3.2 avec 2 MRs mis en cascade. Un des interféromètres est utilisé comme référence (MR_{ref}), *i.e.* il n'est pas sensible à la présence des analytes, tandis que le deuxième résonateur est sensible (MR_{sens}) à la présence des analytes.

La différence des ISLs entre l'interféromètre de référence et l'interféromètre sensible aux analytes génère l'effet Vernier ($ISL_{référence} \neq ISL_{sensor}$). En effet, comme les MRs sont cascades en série, la lumière passe par un MR puis par l'autre. Les fonctions de transfert des MRs sont multipliées. En Figure 3.3.a) on voit que les résonances des MRs qui se trouvent à la même longueur d'onde sont visibles en sortie du dispositif tandis que les résonances qui n'ont pas de longueur d'onde commune sont atténuées.

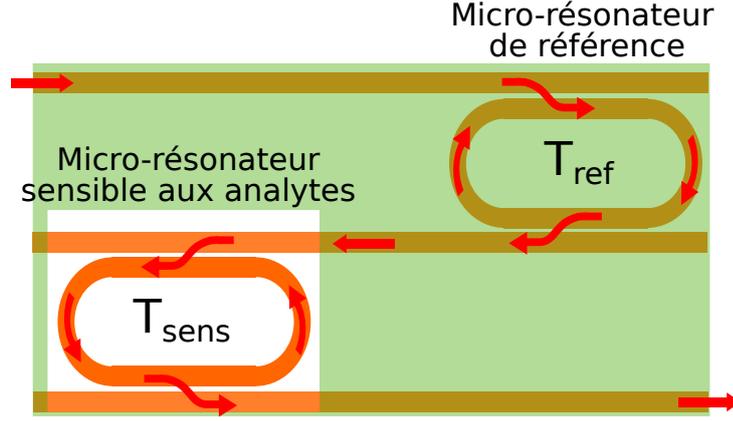


FIGURE 3.2 – Schéma d'un capteur optique intégré à effet Vernier avec des MRs cascades.

Comme pour le Vernier présenté en section 3.1.1, on peut formaliser la relation entre les périodes des MRs de référence et sensible et la période de l'enveloppe de l'effet Vernier en sortie du dispositif.

Si deux résonances se trouvent à la même position spectrale en λ_0 et qu'on nomme $ISL_{sens.}$ et $ISL_{ref.}$ respectivement les intervalles spectraux avec $ISL_{sens.} < ISL_{ref.}$, on peut écrire [3] :

$$\begin{cases} \lambda_{sens.,k} = \lambda_0 + k.ISL_{sens.} & (3.1a) \\ \lambda_{ref.,k} = \lambda_0 + k.ISL_{ref.} & (3.1b) \end{cases}$$

Avec k un entier.

Une période Vernier est atteinte lorsque deux longueurs d'onde de résonance coïncident à nouveau, ce qui arrive lorsque :

$$\lambda_{sens.,(K+1)} = \lambda_{ref.,K} \quad (3.2)$$

Avec K qui correspond à la valeur particulière de k vérifiant la relation 3.2 ($K=4$ dans la Figure 3.3).

On peut réécrire l'équation 3.2 :

$$(K + 1).ISL_{sens.} = K.ISL_{ref.} \quad (3.3)$$

soit :

$$K = \frac{ISL_{ref.}}{ISL_{sens.} - ISL_{ref.}} \quad (3.4)$$

La période de l'enveloppe (illustrée en Figure 3.3.a)) est donnée par :

$$ISL_{Vernier} = \lambda_0 - \lambda_{sens.,K} = \lambda_0 - \lambda_0 + K.ISL_{sens.} = \frac{ISL_{sens.}.ISL_{ref.}}{ISL_{sens.} - ISL_{ref.}} \quad (3.5)$$

Dans le cas général ($ISL_{sens.} < ISL_{ref.}$ ou $ISL_{sens.} > ISL_{ref.}$) on a :

$$ISL_{Vernier} = \frac{ISL_{sens.}.ISL_{ref.}}{|ISL_{sens.} - ISL_{ref.}|} \quad (3.6)$$

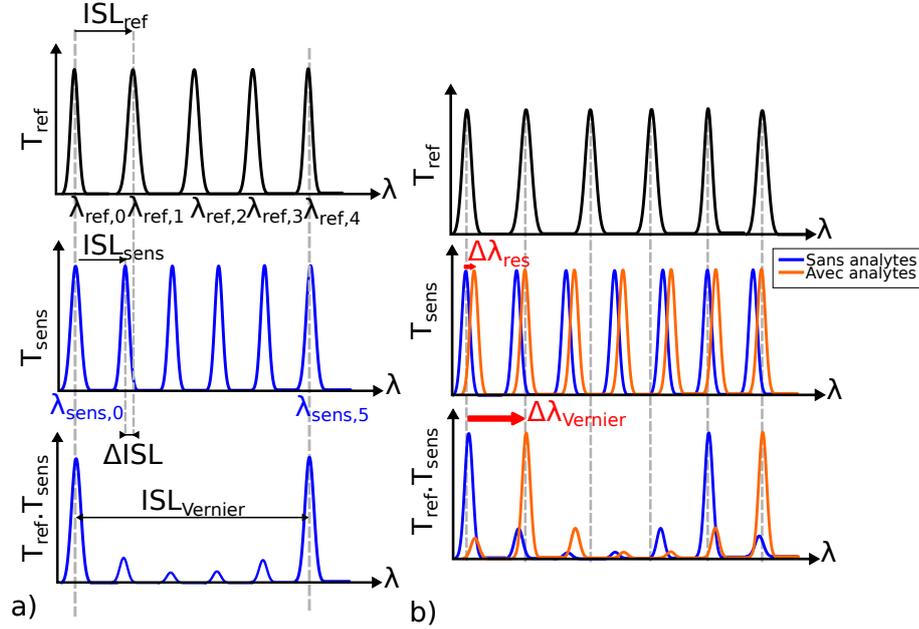


FIGURE 3.3 – Principe de l'effet Vernier avec des MRs cascades. a) Génération de l'enveloppe de transmission Vernier par le produit des fonctions de transmission d'un MR de référence et d'un MR sensible b) Effet du décalage de la fonction de transmission du MR sensible sur la transmission Vernier

On peut aussi formaliser le décalage spectral de l'enveloppe en sortie de dispositif en fonction du décalage spectral des résonances du résonateur sensible aux analytes. Si l'on suppose que le résonateur de référence et le résonateur sensible ont des résonances espacées des intervalles ISL_{ref} et ISL_{sens} respectivement, alors lorsque la résonance du résonateur sensible se décale de la différence $\Delta\lambda = |ISL_{sens.} - ISL_{ref.}|$, on a un décalage de l'enveloppe de ISL_{ref} . Ce décalage est illustré en Figure 3.3.b). On peut donc définir un gain en sensibilité attribué à l'effet Vernier [3] :

$$G_{Vernier} = \frac{ISL_{ref}}{|ISL_{sens.} - ISL_{ref.}|} \quad (3.7)$$

On voit ici que le gain peut théoriquement tendre vers l'infini. La sensibilité homogène de deux résonateurs cascades sera donc [3] :

$$S_{Vernier} = G_{Vernier} \cdot S_{hom.} \quad (3.8)$$

Avec $S_{MR,seul}$, la sensibilité homogène d'un MR seul définie en équation 2.91. Le design de structures à effet Vernier est présenté dans la suite de ce chapitre pour un transducteur en polymères et dans le Chapitre 4 pour un transducteur hybride fabriqué en polymères et en silicium poreux.

3.1.4 Transducteur à effet Vernier en polymères pour la détection homogène du glucose

L'interféromètre à base de MRs dans un Mach-Zehnder (MZ) en configuration pass a été étudié théoriquement par [5]. Dans la suite du chapitre, le design, la fabrication et la caractérisation d'un transducteur à effet Vernier de type MZ-pass présenté en Figure 3.4 sont détaillés dans le cas de guides en polymères. Ce type de transducteur présente une cuvette creusée dans le superstrat en polymère au niveau de l'interféromètre qui sera sensible à la solution. De ce fait, il est nécessaire d'étudier les conditions de propagation à la fois avec des guides présentant un superstrat de polymère et des guides sensibles à la solution qui forme le superstrat (une solution d'eau glucosée dans ce Chapitre). Pour commencer, des guides en polymères seuls ou des MRs en polymères seuls sont fabriqués et caractérisés afin de connaître précisément leurs caractéristiques de propagation (pertes de propagation et indice effectif). Ensuite, le design du transducteur à effet Vernier de type MZ pass est étudié. Enfin, la fabrication et la caractérisation du transducteur sont réalisées pour la détection homogène de solutions de glucose.

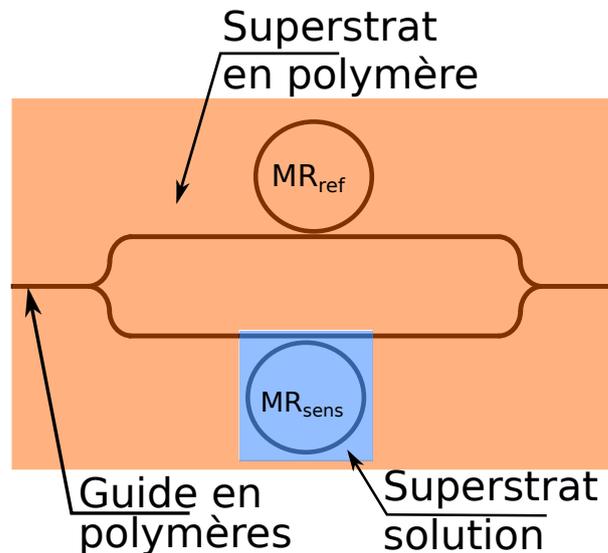


FIGURE 3.4 – Transducteur à effet Vernier en polymères dans la configuration "MZ-pass".

3.2 Fabrication de guides en polymères

3.2.1 Polymères courants en optique intégrée

Différents polymères ont été développés pour la fabrication de guides dans le proche infrarouge (proche de 1550 nm). La gamme d'indices de réfraction des polymères est comprise entre 1,3 et 1,7 UIR. Cette gamme d'indices de réfraction permet de choisir les couches guidantes et de confinement, ainsi que la taille des guides en fonction des applications visées. Les principaux polymères utilisés pour la réalisation de guides optiques intégrés à l'institut Foton sont résumés en Table.3.1. De plus, certains polymères ont été développés avec des propriétés optiques intéressantes comme leur coefficient thermo-

optique, leur coefficient électro-optique ou leur capacité à polymériser sous lumière UV pour la photolithographie.

Tableau 3.1 – Polymères pour l’optique intégrée autour de 1550 nm

Polymère	Indice de réfraction (@1550 nm)	Pertes (dB/cm)(@1550 nm)
CYTOP	1,34 [10]	-
PDMS	1,396 [11]	0.67 [11]
PMATRIFE	1,409 [12]	0,4 [12]
PMMA	1,4810 [12]	0,8 [12]
PMMI	1,522 [12]	0,8 [12]
PVCi	1,555 [13]	-
SU8	1,57-1,59 [14]	0,35 [14]

Par la suite, deux polymères sont utilisés pour la réalisation des guides, la SU8 et le PMATRIFE repérés en rouge dans le tableau 3.1. Ces polymères sont utilisés préférentiellement car ils sont disponibles au laboratoire et le procédé de fabrication des guides avec ces matériaux est maîtrisé. Ce couple de polymères a été initialement choisi pour le contraste d’indice de réfraction important entre les deux polymères, permettant de réaliser des guides de faibles dimensions.

- **Polymère SU8** : La SU8 est un polymère d’indice de réfraction compris entre 1,57 et 1,59 UIR en fonction des conditions de fabrication. La particularité de ce polymère est qu’il polymérise sous UV ; il peut donc aussi être utilisé comme une résine photosensible négative. La SU8 possède un indice élevé comparé aux autres polymères présentés dans le tableau 3.1, ce polymère est donc utilisé dans cette thèse comme couche guidante.
- **Polymère PMATRIFE** : Le PMATRIFE est un polymère d’indice proche de 1,41 UIR, plus faible que celui de la SU8. Il est utilisé comme couche de confinement optique au-dessus du substrat de silicium. Il est aussi utilisé comme superstrat pour protéger les guides en SU8.

3.2.2 Techniques de fabrication en salle blanche

Les techniques de fabrication utilisées dans la salle blanche de la plateforme technologique CCLO (Centre Commun Lannionnais d’Optique) de l’institut Foton, sont détaillées dans cette partie.

3.2.2.1 Spin coating

Le "*spin coating*" illustré en Figure 3.5 est une technique utilisée en salle blanche afin d’obtenir des couches minces à partir de matériaux liquides comme les polymères dilués dans leur solvant. Cette technique consiste à mettre en rotation le substrat ("*wafers*") de silicium à l’aide d’une tournette afin d’étaler le polymère dilué. Les paramètres principaux contrôlés lors de l’étape de *spin coating* sont l’épaisseur de la couche et son adhérence sur le substrat. Différents paramètres influent sur l’épaisseur comme la viscosité du liquide à

étaler, la composition et l'état de surface du substrat, ainsi que l'accélération et la vitesse de rotation de la tournette. Typiquement, un étalonnage est réalisé pour chaque nouveau dépôt.

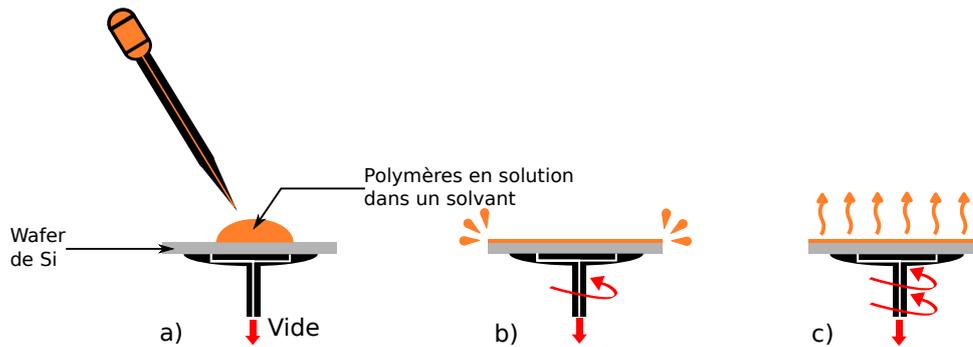


FIGURE 3.5 – Obtention d'une couche mince par spin coating : a) Dépôt de la solution (polymère dilué dans un solvant), b) Etalement de la solution, c) Evaporation du solvant.

3.2.2.2 Dépôt par pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique par PECVD ("*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*") permet de déposer de fines couches de matériau sur des substrats par bombardement ionique d'une cible. Le principe de la pulvérisation cathodique est donné en Figure 3.6 dans le cas d'un dépôt de silice. Un mélange de gaz est injecté dans le bâti et est ionisé par collision avec les électrons de forte énergie générés par avalanche électronique lors de l'application d'une forte tension par un générateur. Les ions positifs sont confinés par un champ magnétique généré par un aimant positionné derrière la cible. Ils sont ensuite attirés et projetés sur la cathode qui est la cible en silice. Les ions arrachent alors par collision les molécules de silice neutres de la cible qui sont alors projetées de façon balistique sur le substrat. La pulvérisation Radiofréquence (RF) à la fréquence de 13,56 MHz permet d'éviter l'accumulation de charges à la surface de la cible isolante en silice.

Dans cette thèse, la PECVD est principalement utilisée afin de déposer de fines couches de SiO_2 ou SiN_x servant de couche barrière de sélectivité lors du développement humide et de la gravure (voir parties 3.2.2.3 et 3.2.2.4).

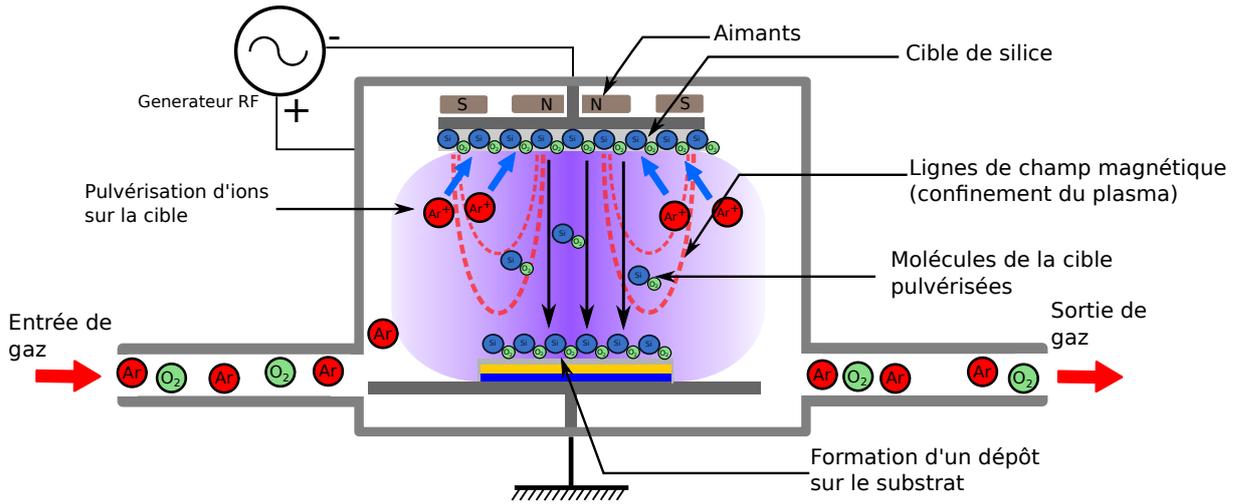


FIGURE 3.6 – Principe de la technique de dépôt PECVD.

3.2.2.3 Photolithographie

La photolithographie illustrée en Figure 3.7 est une technique utilisée pour transférer les motifs d'un masque en chrome sur le substrat à l'aide d'une résine photosensible. Cette dernière est déposée, à l'aide de la technique de *spin coating*, à la surface des différentes couches de polymères déposés lors d'étapes précédentes ; puis l'ensemble est placé en contact avec le masque de photolithographie (Figure 3.7.a)). Le masque de photolithographie est une plaque de verre sur laquelle des motifs en chrome sont dessinés à l'aide de la méthode de l'*e-beam* lithographie [15]. La résine est ensuite insolée par rayonnement UV. Le masque en chrome cache certaines parties qui ne sont pas insolées ; la résine photosensible est donc insolée seulement aux endroits qui ne sont pas masqués. Il existe deux familles de résines : les résines dites "négatives" dont les parties insolées restent après l'étape de développement (on obtient un négatif du masque) et les résines dites "positives" dont les parties insolées sont dissoutes lors de l'étape de développement (Figure 3.7.b)). Les parties du matériau de cœur exposées (Figure 3.7.c)) peuvent ensuite être gravées par la technique de gravure sèche RIE présentée après.

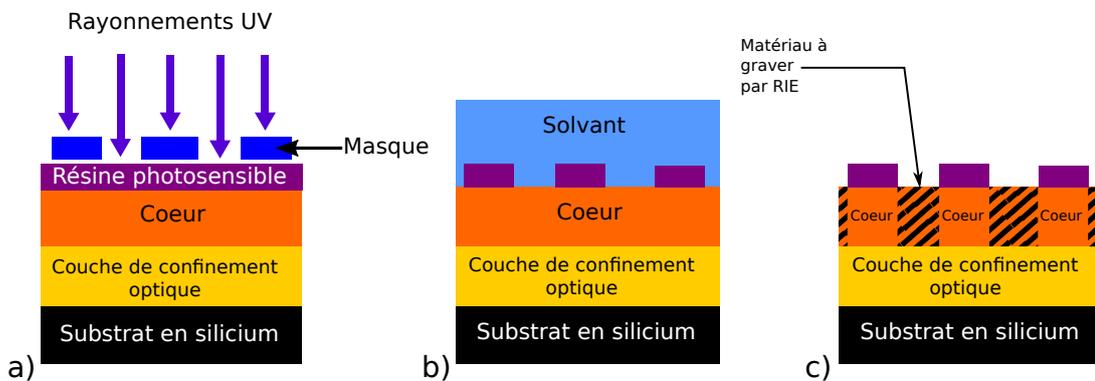


FIGURE 3.7 – Technique de la photolithographie avec une résine positive.

L'étape de photolithographie est déterminante afin d'obtenir l'alignement des motifs

souhaités (Figure 3.8.a)) et la résolution des motifs de faibles dimensions comme l'ouverture du gap d'un MR (Figure 3.8.b)). En effet, la résolution dépend de la longueur d'onde utilisée et de l'insolation correcte de la résine photosensible. L'alignement des motifs successifs nécessite d'aligner le masque de photolithographie avec les motifs déposés lors d'étapes précédentes sur le substrat ; pour cela, un microscope optique et des croix d'alignement sont utilisés. Pour cette thèse, l'aligneur de masque MJB4 Süss microtech [16] est utilisé pour les étapes d'alignement et d'insolation.

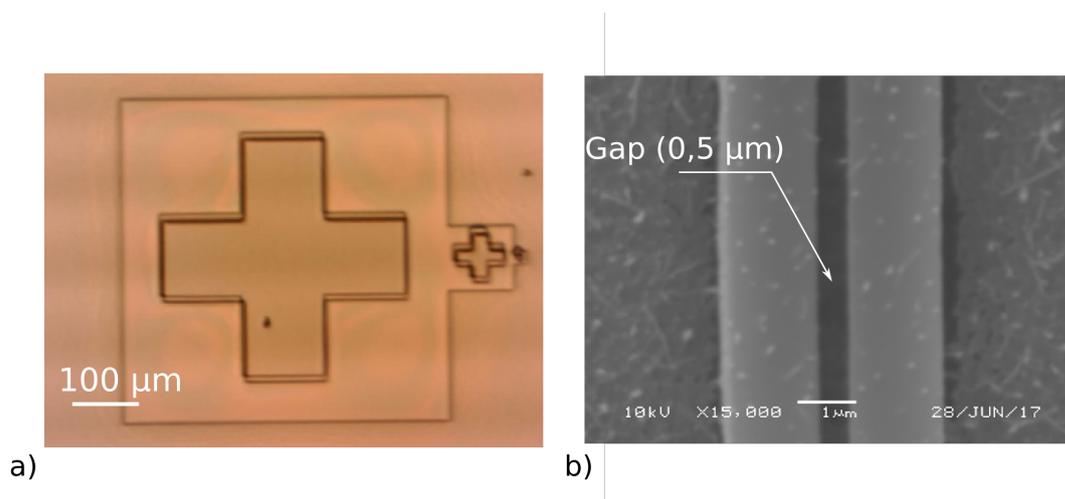


FIGURE 3.8 – a) Croix d'alignement utilisée pour l'alignement des motifs b) Observation du développement d'un gap de MR de $0,5 \mu\text{m}$ au MEB (Microscope Électronique à Balayage).

3.2.2.4 La gravure sèche par RIE

La gravure sèche par RIE ("*Reactive Ion Etching*") permet de graver les matériaux présents à la surface du substrat (Figure 3.9). Le principe de fonctionnement de la RIE est similaire au fonctionnement de la PECVD ; un mélange de gaz est injecté dans l'enceinte, ionisé, puis accéléré pour bombarder la cible qui est cette fois-ci le substrat sur lequel se trouvent les couches à graver.

Afin de graver les différents matériaux, il est nécessaire de choisir les espèces chimiques gazeuses injectées. En effet, la gravure peut être chimique ou physique. Dans le cadre de ce travail, les gaz fluorés SF₆ ou CHF₃ sont utilisés pour réaliser des gravures chimiques sur les matériaux composés de silicium comme le silicium poreux, la silice ou le nitrure de silicium. Les gaz neutres comme l'oxygène et l'argon permettent d'effectuer une gravure physique sélective sur les matériaux organiques comme les polymères.

La gravure est une étape particulièrement délicate à maîtriser. En effet, il est nécessaire de graver sélectivement certains matériaux par rapport à d'autres et de contrôler le profil de gravure.

Plusieurs cas apparaissent typiquement. En Figure 3.9.a) la gravure coeur/résine est sélective, *i.e.*, le coeur est gravé mais pas le résine. En Figure 3.9.b), la gravure coeur/résine est faiblement sélective, la vitesse de gravure du coeur est du même ordre de grandeur que

celle de la résine (il faut alors optimiser la gravure). En Figure 3.9.c), une couche barrière a été déposée par PECVD assurant la sélectivité de gravure avec le coeur. Le protocole de gravure et le suivi de gravure pour les matériaux polymères et silicium poreux a été mis en place lors des thèses précédentes [17, 18].

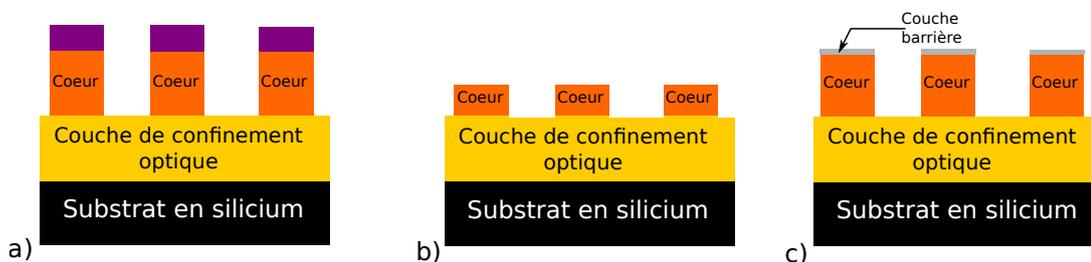


FIGURE 3.9 – Gravure RIE : a) Gravure sélective coeur/résine photosensible .b) Gravure faiblement sélective coeur/résine photosensible. c) Sélectivité assurée par une couche barrière déposée en surface.

3.2.3 Réalisation technologique des guides SU8/PMATRIFE

La fabrication d'un MR dans une cuvette creusée dans le superstrat est une étape préalable à la réalisation du transducteur à effet Vernier en polymères. Les étapes technologiques 1-5 (Figure 3.10) ont été développées au cours de la thèse de Pauline Girault [18]. Les étapes 6-9 (Figure 3.10) ont été ajoutées au cours de cette thèse afin de protéger les guides d'un superstrat de PMATRIFE et de creuser les cuvettes dans le superstrat pour la détection. Des problèmes technologiques liés à la fabrication ont été rencontrés et le procédé de fabrication a été optimisé afin de les supprimer.

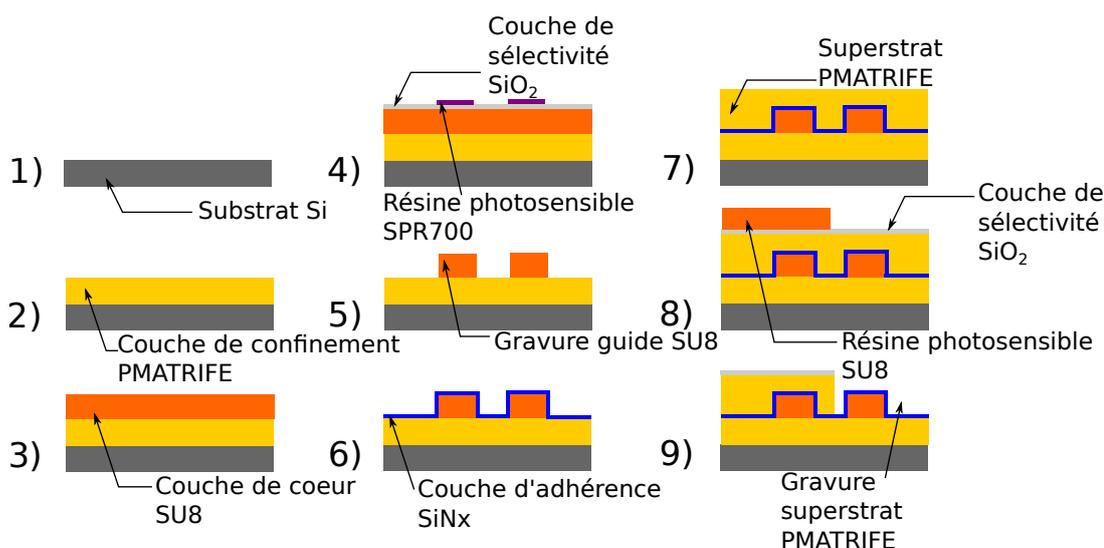


FIGURE 3.10 – Étapes de fabrication d'un transducteur en polymères.

3.2.3.1 Etapes de fabrication

La fabrication est illustrée dans la Figure 3.10.

— **Étape 1 : Préparation du substrat de Si**

On commence par laver et déshydrater le substrat de silicium.

— **Étape 2 : Dépôt du PMATRIFE de la gaine de confinement optique**

La deuxième étape consiste à déposer une couche mince de PMATRIFE de $5\ \mu\text{m}$ sur le substrat de silicium qui sera la gaine optique de confinement. Pour cela, on dépose le PMATRIFE dilué dans du Tétrahydrofurane (THF) à une concentration de $500\ \text{g/L}$ par *spin-coating*. Le substrat est ensuite chauffé par un palier de 50°C à 120°C pendant 5 minutes afin d'évaporer le solvant du PMATRIFE puis il est mis à l'étuve à 160°C pendant 3 heures afin d'évaporer totalement le solvant.

— **Étape 3 : Dépôt du SU8 de coeur**

Le substrat sur lequel se trouve le PMATRIFE subit ensuite un plasma d'oxygène de 25 secondes afin de faciliter l'adhérence de la SU8 sur le PMATRIFE. La couche de coeur composée de SU8 est ensuite déposée par spin coating sur la gaine optique en PMATRIFE. L'épaisseur visée pour la couche de coeur est de $1,5\ \mu\text{m}$. Le substrat est chauffé de 65°C à 95°C pendant 5 minutes afin d'évaporer le solvant de la SU8, puis il est insolé sous UV pendant 10 secondes afin d'activer la polymérisation de la SU8. Il est recuit à nouveau de 65°C à 95°C pendant 5 minutes afin de polymériser totalement le film de SU8.

— **Étape 4 : Photolithographie de la couche de coeur**

Un dépôt de silice est ensuite effectué afin d'augmenter l'adhérence de la résine photosensible et d'assurer la sélectivité lors de la gravure du coeur. Du HMDS (promoteur d'adhérence) est alors déposé afin de faciliter l'adhérence de la résine. La résine photosensible utilisée est la SPR700 diluée dix fois dans l'acétone. Elle est déposée par spin coating. La résine est ensuite insolée dans l'insoleuse MJB400 pendant 2,5 secondes avec le masque approprié, l'épaisseur finale de la résine est de $140\ \text{nm}$ [17].

— **Étape 5 : Gravure du coeur**

Le coeur est gravé par voie sèche en utilisant un plasma d'oxygène avec une vitesse d'environ $150\ \text{nm/min}$. Le temps de gravure est donc de $10\ \text{min} \pm 30\ \text{s}$ pour un coeur de SU8 de $1,5\ \mu\text{m}$. La couche de silice déposée avant l'étape de photolithographie permet une très bonne sélectivité de gravure puisque la silice est faiblement gravée par le plasma d'oxygène ($\simeq 2,5\ \text{nm/min}$).

— **Étape 6 : Dépôt de la couche de protection en SiNx**

Dans le cas de l'ajout d'un superstrat de PMATRIFE, une fine couche de SiNx est déposée sur l'ensemble par PECVD afin de faciliter l'adhérence du superstrat de PMATRIFE et de protéger les guides et la gaine inférieure de confinement lors des étapes ultérieures de fabrication. Le SiNx est préféré à la silice car son dépôt est plus isotrope et permet une meilleure adhérence du superstrat en PMATRIFE. Les machines de dépôt et de gravure de type PECVD et RIE sont critiques pour la propreté des échantillons. En effet, les matériaux déposés ou gravés durant le process se condensent sur les bâtis et modifient les propriétés de gravure ou peuvent être éjectés sous forme d'agrégats sur les couches en cours de procédé de fabrication (Figure 3.11.a)).

— **Étape 7 : Dépôt du PMATRIFE réservoir**

Une couche de PMATRIFE concentré à 400 g/L est déposée par *spin coating*. La diminution de la dilution du PMATRIFE de 500 g/L à 400 g/L entre la couche de confinement optique et le superstrat permet de réduire l'épaisseur déposée. L'épaisseur du superstrat en PMATRIFE est de 3 μm , ce qui permet de recouvrir totalement les guides en SU8 et de limiter le temps de gravure de la cuvette (Figure 3.11.b)). Au cours de cette étape le recuit du PMATRIFE ne doit pas dépasser 85°C car au dessus de cette température, des tensions de surface apparaissent et le PMATRIFE présente une surface rugueuse (Figure 3.11.c)).

— **Étape 8 : Photolithographie du réservoir**

Une nouvelle étape de photolithographie similaire à la première étape permet de réaliser les réservoirs sur les MRs qui seront sensibles à la solution. Cette fois-ci, la SU8 est employée comme une résine photosensible négative afin d'utiliser le même masque pour les guides et pour les cuvettes. Dans le cas d'une surexposition de la SU8, des bulles apparaissent (Figure 3.11.d)), l'adhésion entre la SU8 et le PMATRIFE est faible ce qui pourra entraîner un décollement partiel et des craquelures dans la résine SU8 (Figure 3.11.e)).

— **Étape 9 : Gravure du réservoir**

Le réservoir est alors gravé avec les mêmes paramètres de gravure que ceux de la SU8. Le nitrure de silicium déposé à l'étape 6 assure la sélectivité de gravure entre le superstrat et les guides. La couche de nitrure de silicium doit être assez épaisse pour protéger suffisamment longtemps le superstrat de PMATRIFE (Figure 3.11.b)). De plus, il permet de détecter le fond du réservoir par suivi de gravure. Des craquelures peuvent apparaître et sont dues à l'échauffement du substrat au cours de la gravure.

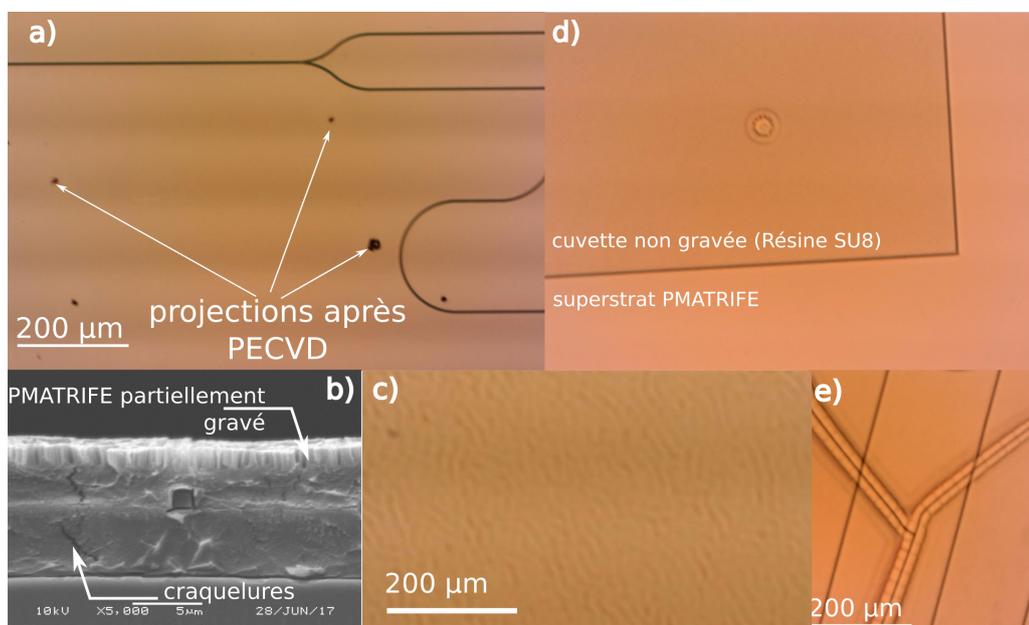


FIGURE 3.11 – a) Craquelures dans la résine SU8. b) Craquelures dans le polymère PMATRIFE. c) Rugosités du superstrat PMATRIFE. d) Bulle dans la résine SU8 liée à une sur-insolation. e) Projections après PECVD.

3.3 Caractéristiques des guides en polymères

Les caractéristiques de propagation dans les guides en polymères fabriqués doivent être étudiées afin de concevoir le transducteur à effet Vernier. De plus, les incertitudes sur les pertes de propagation et les indices effectifs liées aux variations des conditions de fabrication des guides, des matériaux et à la précision de la caractérisation sont présentées ; elles permettent de définir les marges d'erreur sur la conception du transducteur à effet Vernier.

3.3.1 Pertes de propagation des guides SU8/PMATRIFE

Les pertes de propagation influent sur l'intensité en sortie du transducteur. De plus, nous avons vu en Chapitre 2 que le taux de transmission critique correspond aux pertes par tour d'un MR ; il est donc crucial d'estimer les pertes afin de choisir un coefficient de couplage s'approchant du couplage critique pour obtenir une réponse de MR exploitable pour les mesures de transduction.

Pour commencer, l'observation de la répartition d'intensité en champ proche en sortie des guides (Figure 3.12) permet de vérifier le caractère monomodal du guide sur toute la gamme de longueurs d'onde de mesure (la répartition d'intensité doit rester pseudo-gaussienne dans le guide ridge sur toute la gamme de longueur d'onde).

En effet, un guide multimode (Figure 3.12.d)) sur la gamme de longueur d'onde étudiée présente un profil de répartition d'intensité variable avec la longueur d'onde, lié au couplage intermodal entre le mode fondamental de la fibre d'entrée et les modes du guide intégré et entre les modes dans le guide intégré. De plus, cette mesure permet d'estimer la taille des modes du guide en les comparant avec la taille du mode de la microlentille mesurée précisément sur un banc de mesure utilisant la technique du champ lointain [19] comme référence.

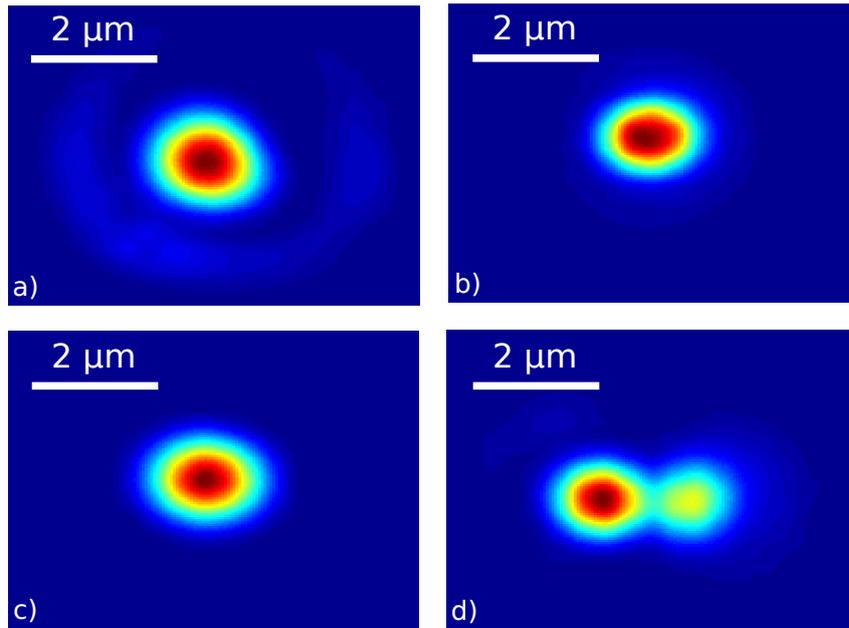


FIGURE 3.12 – a) Champ proche de la fibre microlentillée d'entrée. Champ proche d'un guide intégré en polymères SU8/PMATRIFE avec superstrat PMATRIFE de hauteur $1,5 \mu\text{m}$: b) Largeur de $1,5 \mu\text{m}$ c) Largeur de $2,0 \mu\text{m}$ d) Largeur de $2,5 \mu\text{m}$

3.3.1.1 Techniques de mesure de pertes

Différentes techniques de mesure de pertes optiques existent en optique intégrée, elles permettent de mesurer les pertes de propagation, les pertes de courbures et d'observer les défauts locaux dans les guides intégrés. Les techniques de mesures de pertes par cut-back, par diffusion de surface, par OLCR ("*Optical Low Coherence Reflectometry*") et par Fabry-Pérot permettant de mesurer les pertes de propagation optique sont présentées ci-dessous :

— Mesure de pertes par cut-back

La technique de mesure de pertes par "*cut-back*" (Figure 3.13.a)) consiste à mesurer la puissance en sortie du guide d'onde pour une puissance d'entrée connue.

Pour obtenir les pertes de propagation optique, les guides sont clivés plusieurs fois afin d'obtenir la pente de la fonction reliant la longueur du guide d'onde L à la différence ΔP de puissance entre l'entrée et la sortie du système de caractérisation (sortie du laser accordable et photodétecteur CT400) (Figure 3.13.b)).

La répétition de la mesure sur un nombre élevé de portions de guide permet de limiter les incertitudes de mesure. De plus, l'origine de la droite (ΔP_0) en Figure 3.13.b)) permet d'accéder à l'ensemble des pertes optiques du banc de mesure en dehors des pertes de propagation (ces pertes incluent les pertes d'injection, mais aussi les pertes dans les jonctions fibrées du montage entre la source et le détecteur).

Enfin, les pertes par *cut-back* permettent d'obtenir la dépendance en longueur d'onde des pertes de propagation optique dans le cas où la mesure, présentée en Figure 3.13, est répétée pour différentes longueurs d'onde à l'aide d'une source accordable.

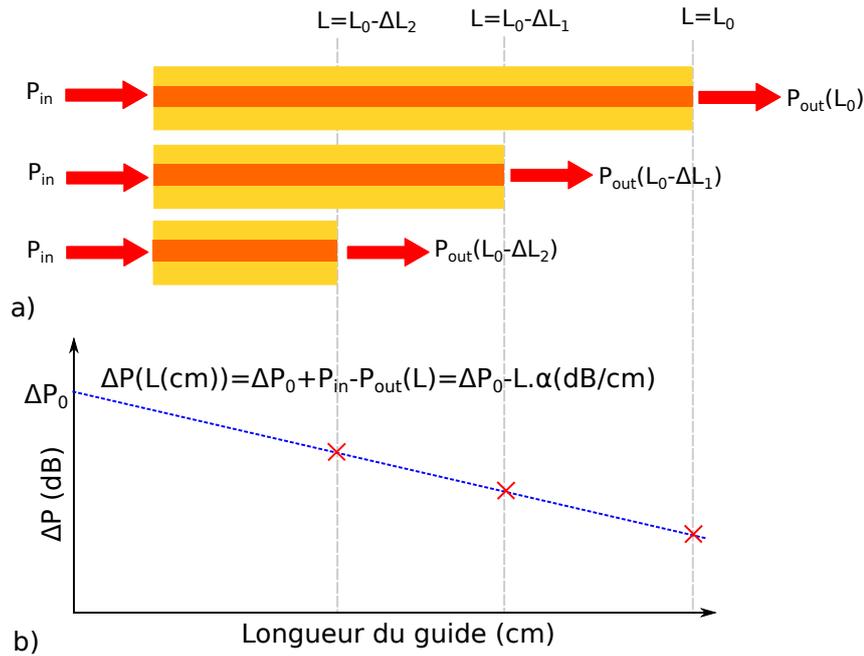


FIGURE 3.13 – Principe de détection de la méthode par *cut-back* a) Schéma du principe de la mesure, b) Évolution de la différence de puissance en entrée et sortie du banc de caractérisation en fonction de la longueur du guide intégré

— Mesure de pertes par *cut-back* avec des guides réalisés en S

Afin d'éviter de cliver successivement l'échantillon, un masque avec des guides en S de différentes longueurs a été réalisé (Figure 3.14), les guides présentent le même nombre de courbures de rayons identiques, ainsi, les pertes par courbures ne sont pas prises en compte.

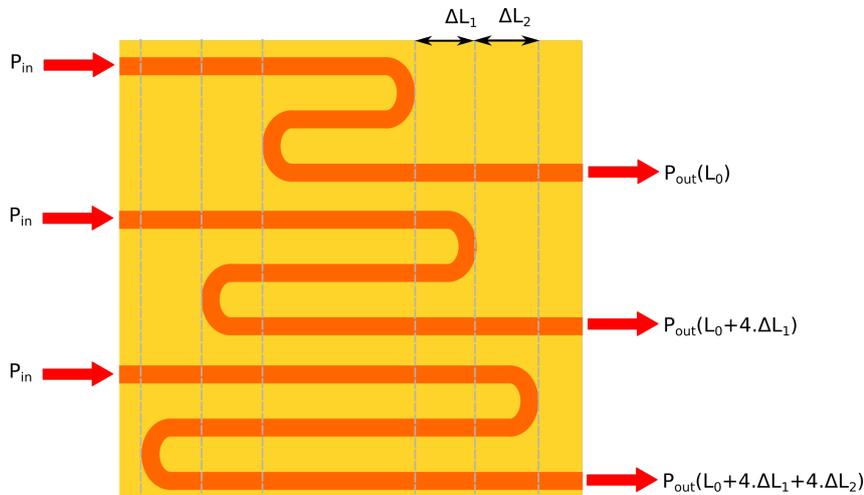


FIGURE 3.14 – Principe de détection de la méthode par *cut-back* avec guides en S

— **Mesure de pertes par diffusion de surface**

Les mesures de pertes par diffusion de surface (Figure 3.15) consistent à observer le champ EM diffusé perpendiculairement à la surface du guide. Ce champ est proportionnel à l'intensité du champ EM dans le guide. Le champ diffusé est observé avec une caméra placée au-dessus du guide. Cette technique est principalement utilisée pour des guides qui présentent de fortes pertes de diffusion comme les guides en silicium poreux (c.f. chapitre 4).

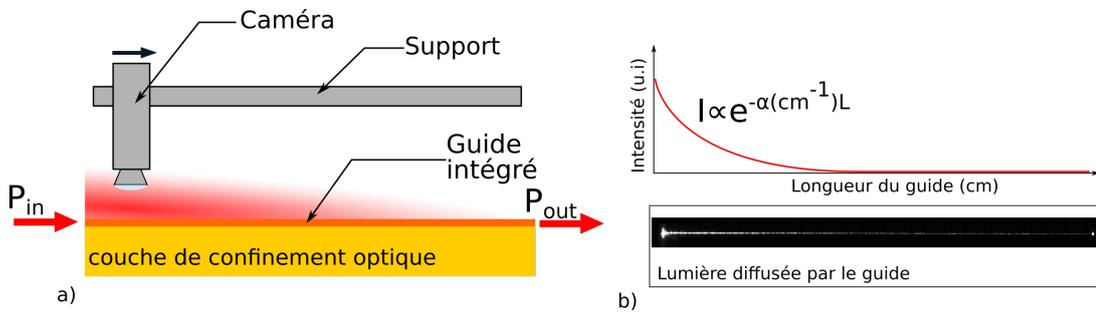


FIGURE 3.15 – Principe de détection par diffusion de surface : a) Schéma du montage expérimental. b) Observation en vue de dessus de la lumière diffusée du guide d'onde et mesure de la décroissance de l'intensité transmise dans le guide

— **Mesure de pertes par Optical Low Coherence Reflectometry (OLCR)**

Les mesures de pertes par réflectométrie de faible cohérence dont le principe est présenté en Figure 3.16.a) consistent à mesurer la puissance du signal rétrodiffusé qui est proportionnelle à l'intensité lumineuse dans le guide et à la comparer à celle d'un signal de référence en positionnant le guide à étudier dans un interféromètre de type Michelson. Cette mesure permet de remonter aux pertes de propagation en estimant la pente de la décroissance du signal rétrodiffusé présenté en Figure 3.16.b). La mesure par OLCR est particulièrement intéressante pour observer les pertes locales liées à des défauts de la structure guidante ou à des parties de la structure qui présentent des pertes plus importantes (par exemple les guides courbés).

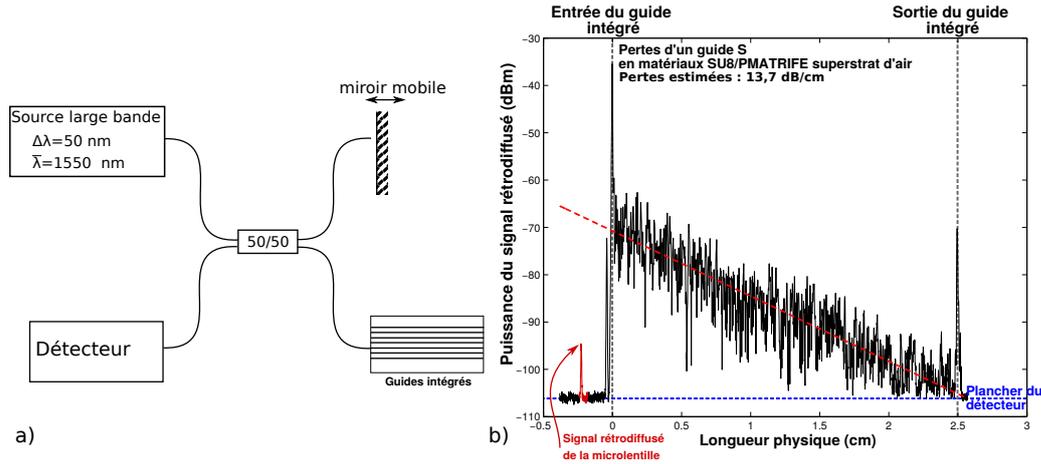


FIGURE 3.16 – a) Principe de la réflectométrie optique faiblement cohérente (OLCR). b) Mesure de rétrodiffusion dans un guide S en polymères et estimation des pertes qui correspondent à la pente de la régression linéaire.

— Mesure de pertes par Fabry-Pérot

Un guide d'onde optique avec des pertes de propagation optique α se comporte comme une cavité Fabry-Perot possédant une réflectivité R au niveau des faces clivées. On peut donc appliquer la formule caractéristique d'un Fabry-Pérot [20] :

$$\frac{P_{out}}{P_{in}} = \frac{(1 - R)^2 e^{-\alpha L}}{(1 - R e^{-\alpha L})^2 + 4 R e^{-\alpha L} \sin^2\left(\frac{\phi}{2}\right)} \quad (3.9)$$

Avec P_{in} et P_{out} les puissances respectivement en entrée et en sortie du guide de longueur L , et $\phi = 2n_{eff}k_0L$ le terme de phase dans le guide intégré.

La cavité Fabry-Pérot présente des pics dont le contraste s'écrit :

$$\Gamma = \frac{P_{max}}{P_{min}} = \frac{(1 + R e^{-\alpha L})^2}{(1 - R e^{-\alpha L})^2} \quad (3.10)$$

On peut alors déduire les pertes $\alpha_{cm^{-1}}$ [20] :

$$\alpha_{cm^{-1}} = -\frac{1}{L} \ln\left(\frac{1}{R} \frac{\sqrt{\Gamma} - 1}{\sqrt{\Gamma} + 1}\right) \quad (3.11)$$

— Avantages et limites des différentes méthodes de mesures de pertes

Les différents avantages et limites des différentes méthodes qui ont été présentées sont résumées dans le tableau 3.2 :

Tableau 3.2 – Avantages et limites des différentes méthodes de mesures de pertes

Méthode	Avantages	Inconvénients
Fabry-Pérot	Pour de faibles pertes	Mesure digitalisée en λ ; Bonne réflectivité aux niveau des clives nécessaire (fort contraste d'indice et bonne qualité de clive)
Cut-back	Large plage de mesure de pertes ; mesure en λ avec source accordable	Besoin de clives et de conditions d'injection répétables
Diffusion de surface	Efficace pour les fortes pertes	Moins efficace pour les faibles pertes (moins de diffusion) ; diffusion dans le superstrat
OLCR	Efficace pour des pertes importantes ; observation des défauts le long du guide	Mesure autour d'une longueur d'onde fixe ($\bar{\lambda}$) ; nécessité de connaître l'indice effectif

— **Méthode retenue**

Par la suite, la méthode par *cut-back* avec des guides en S est utilisée afin de caractériser les pertes de propagation des guides intégrés. En effet, l'utilisation de plusieurs guides en S (de 5 à 7) de tailles différentes permet de limiter les effets de défauts de clives ou d'alignement en supprimant si besoin les mesures des guides trop éloignées du modèle (linéaire) de pertes.

3.3.1.2 Mesure des pertes de propagation des guides SU8/PMATRIFE par la méthode du cut-back

Les dimensions typiques des guides pour assurer une propagation monomodale ont été étudiées lors de la thèse de Pauline Girault [18]. La mesure des pertes des guides SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau ou de PMATRIFE a été réalisée par *cut-back* pour la polarisation TE sur la plage de longueur d'onde (1500 - 1625 nm) de la source TUNICS HP100.

Pour cela, des guides en forme de S ont été fabriqués (Figure 3.17.a)) et une cuvette large de $L_{cuvette} = 1,06$ cm a été gravée dans le cas des guides avec un superstrat d'eau (Figure 3.17.b)). Pour la mesure des pertes avec un superstrat de PMATRIFE, ce dernier n'est pas gravé et la longueur de la puce est de 1,45 cm (Figure 3.17.c)).

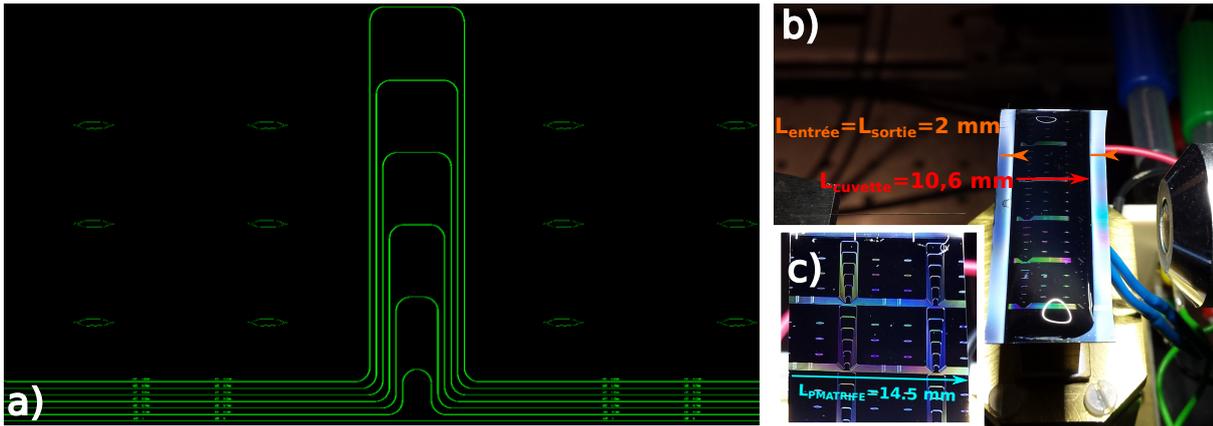


FIGURE 3.17 – a) Illustration du masque de guides en S utilisé pour la mesure de pertes. b) Mesure de pertes à l'eau avec des guides en S et une cuvette en PMATRIFE. c) Mesure des pertes avec superstrat de PMATRIFE.

L'alignement des microlentilles d'entrée et de sortie est optimisé afin d'obtenir le maximum de couplage. Puis la mesure de la différence de puissance ΔP entre la puissance détectée et la puissance du laser ($\Delta P \text{ (dB)} = P_{det} \text{ (dBm)} - P_{laser} \text{ (dBm)}$) est effectuée (Figure 3.18.a)) et répétée pour les différentes longueurs de guides en S (Figure 3.17.a)). Le calcul de la méthode du *cut-back* présenté en partie 3.3.1.1 peut alors être appliqué pour chaque longueur d'onde de l'intervalle de mesure [1500 - 1625 nm]. La dépendance de ΔP avec la longueur L des guides est présentée pour $\lambda = 1553 \text{ nm}$ dans le cas des guides avec superstrat de PMATRIFE (Figure 3.18.b)). La reproductibilité du couplage est vérifiée par la linéarité de l'évolution de la variation de différence de puissance ΔP avec la variation de longueur du guide pour une longueur d'onde donnée (Figure 3.18.b)).

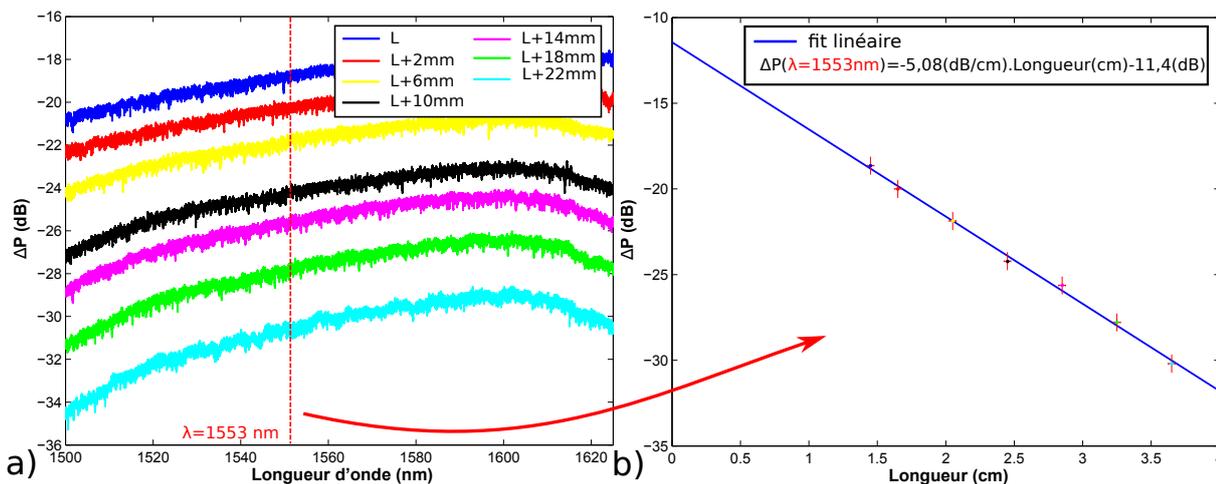


FIGURE 3.18 – Mesure de pertes par *cut-back* d'un guide de largeur $1,5 \mu\text{m}$ SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE : a) Mesure de la différence de puissance entre la sortie du laser et le détecteur en fonction de la longueur d'onde pour différentes longueurs de guides. b) Calcul des pertes de propagation et des pertes d'injection pour la longueur d'onde $\lambda = 1553 \text{ nm}$ par régression linéaire d'ordre 1.

Les pertes sont mesurées pour deux largeurs de guides différentes $\omega = 1,5 \mu m$ et $\omega = 2 \mu m$, permettant de faire varier la répartition du champ dans le guide, ce qui fait évoluer les différentes contributions des pertes. Il est alors possible d'estimer les principales contributions des pertes.

Les pertes des guides à l'eau (comprises entre 15 - 25 dB/cm pour les guides de côté $\omega = 1,5 \mu m$) sont plus élevées que les pertes avec le superstrat de PMATRIFE (pertes d'environ 5 dB/cm); ce résultat est directement lié à la contribution des pertes de l'eau ($\alpha_{eau} \gg \alpha_{PMATRIFE}$).

Dans le cas des guides avec superstrat de PMATRIFE, on observe que les pertes sont plus élevées que les pertes matériaux ($\alpha_{SU8} \simeq \alpha_{PMATRIFE} \simeq 1 \text{ dB/cm}$) et augmentent légèrement quand la taille du guide augmente (Figure 3.19.a)). Les pertes des guides SU8/PMATRIFE sont donc principalement liées à la rugosité des guides. Cette hypothèse peut être vérifiée par une mesure de rugosité par AFM. Il est possible de diminuer les pertes totales du guide en diminuant la rugosité des flancs du guide par l'optimisation du processus de fabrication.

Pour les guides avec un superstrat d'eau (Figure 3.19.a)), on observe une diminution des pertes quand la taille du guide augmente. En effet, le taux de champ évanescent est plus faible pour une taille de guide plus élevée, ce qui diminue la contribution des pertes à l'eau. Afin de diminuer les pertes à l'eau, on peut diminuer le taux de champ évanescent du guide, mais la sensibilité du guide aux analytes diminuera aussi (compromis entre sensibilité du guide et pertes optiques, présenté en Chapitre 1).

Pour terminer, les pertes optiques différentes des pertes de propagation dans les guides intégrés (couplage, fibres, connecteurs...) peuvent être évaluées en observant l'origine $\Delta P(L = 0 \text{ cm})$ en Figure 3.19.b) (dans le cas de la mesure avec un superstrat d'eau, les pertes d'injection incluent les pertes de propagation dans les guides recouverts de superstrat de PMATRIFE, $L_{entrée} = L_{sortie} = 2 \text{ mm}$ à l'entrée et la sortie de la cuvette Figure 3.17.b)). On observe que les pertes d'injection totales entre le laser et le détecteur sont de l'ordre de 12 dB quelque soit le type de superstrat. La majorité de ces pertes peuvent être attribuées au couplage fibre-guide intégré (notamment à la contribution du désaccord modal présenté en Chapitre 1). On observe que les pertes d'injection diminuent avec la longueur d'onde, ce qui peut être attribué à une amélioration du couplage fibre-guide pour les longueurs d'onde plus élevées.

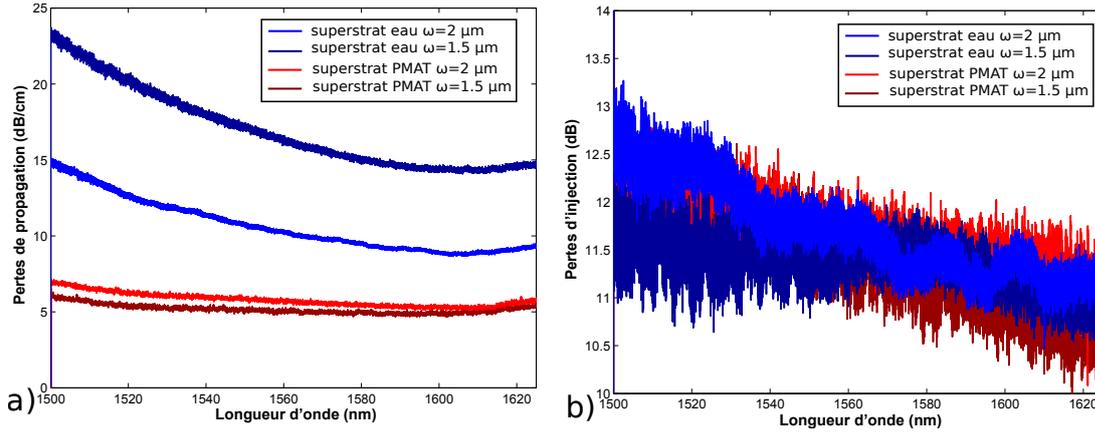


FIGURE 3.19 – a) Pertes dans les guides SU8/PMATRIFE pour un superstrat d'eau ou un superstrat de PMATRIFE pour deux différentes largeurs de guide. b) Pertes totales d'injection dans les guides.

Afin de simuler correctement la réponse des transducteurs, il est utile d'établir un modèle de pertes en fonction de la longueur d'onde. Pour cela, les pertes expérimentales des guides de largeur $1,5 \mu m$ qui seront utilisés dans le transducteur à effet Vernier sont ajustées par la méthode des moindres carrés à un polynôme de degré 6 (Figure 3.20) de la forme :

$$Pertes_{prop,fit}(dB/cm) = A_6 \cdot \lambda(nm)^6 + A_5 \cdot \lambda^5 + A_4 \cdot \lambda^4 + A_3 \cdot \lambda^3 + A_2 \cdot \lambda^2 + A_1 \cdot \lambda + A_0 \quad (3.12)$$

L'expression des coefficients du polynôme est détaillée dans le Tableau 3.3 ci-dessous pour les pertes avec un superstrat d'eau ou de PMATRIFE et un guide carré de côté $1,5 \mu m$.

Tableau 3.3 – Pertes dans les guides en polymères développés sur la bande 1500 - 1625 nm

Superstrat	$A_6(dB \cdot cm^{-1} \cdot nm^{-6})$	A_5	A_4	A_3	A_2	A_1	A_0
Eau	$-2.8 \cdot 10^{-11}$	$2.7 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-3}$	2.2	$-2.5 \cdot 10^3$	$1.6 \cdot 10^6$	$-4.1 \cdot 10^8$
PMATRIFE	$-2.9 \cdot 10^{-12}$	$2.7 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$2.1 \cdot 10^{-1}$	$-2.5 \cdot 10^3$	$1.5 \cdot 10^5$	$-3.9 \cdot 10^7$

L'accord entre l'ajustement et les pertes expérimentales pour des guides SU8/PMATRIFE ridge carrés de côté $1,5 \mu m$ avec superstrat d'eau et de PMATRIFE est présenté en Figure 3.20.

L'écart type entre $Pertes_{prop,fit}$ et $Pertes_{prop,exp}$ est de $\sigma_{eau} = 9 \cdot 10^{-2}$ dB/cm et $\sigma_{PMATRIFE} = 5 \cdot 10^{-2}$ dB/cm pour les pertes avec un superstrat d'eau ou de PMATRIFE respectivement.

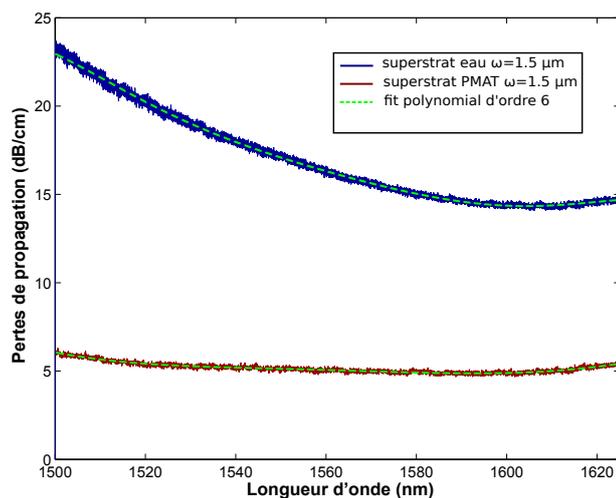


FIGURE 3.20 – Ajustement polynomial d'ordre 6 des pertes de propagation optiques expérimentales pour les guides ridge carrés de côté $1,5 \mu m$ avec superstrat d'air ou d'eau

3.3.1.3 Pertes de courbure des guides SU8/PMATRIFE

Pour des guides courbés utilisés dans les MRs par exemple, les pertes de courbure s'additionnent aux pertes totales. Ils est donc nécessaire d'étudier l'évolution des pertes de courbure avec le rayon de courbure des guides (Figure 3.21) afin d'en limiter leur contribution. Dans le cas des guides SU8/PMATRIFE, le confinement du mode est faible, les pertes de courbure deviennent non négligeables en dessous d'un rayon de $50 \mu m$, on choisira donc par la suite un rayon de $100 \mu m$ afin de s'affranchir totalement de l'effet des pertes de courbure. On peut noter que les pertes avec un superstrat de PMATRIFE sont plus élevées que les pertes avec un superstrat d'eau du fait du confinement plus faible des guides avec un superstrat de PMATRIFE ($n_{PMATRIFE} < n_{eau}$).

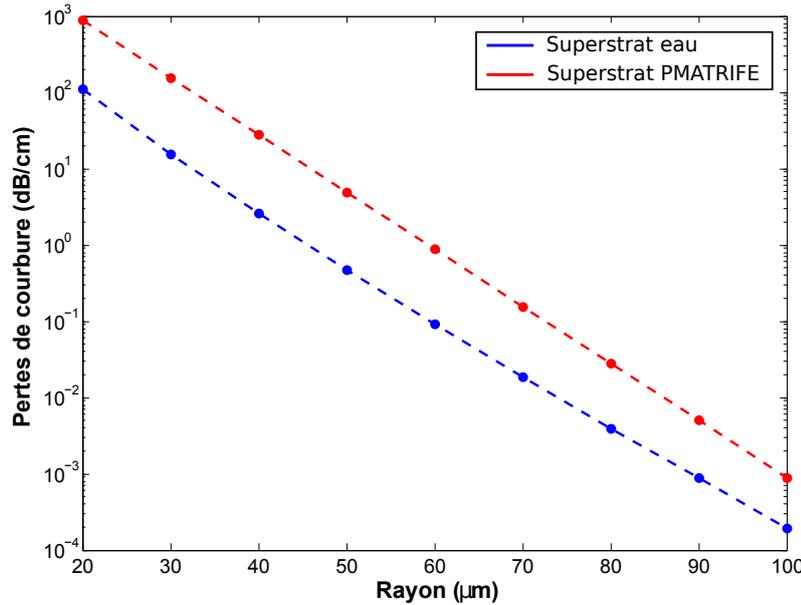


FIGURE 3.21 – Evolution des pertes de propagation optiques calculée avec le logiciel FIMMWAVE (méthode FMM (*Film Mode Matching*) vectorielle) en fonction de la courbure des guides en polymères SU8/PMATRIFE pour le mode TE pour un superstrat d'eau ou de PMATRIFE.

3.3.2 Indice effectif des guides SU8/PMATRIFE

Le calcul de l'indice effectif en fonction de la longueur d'onde a été effectué pour un guide droit en matériaux SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau ou de PMATRIFE. Ce calcul comprend l'évolution de l'indice des matériaux utilisés pour la fabrication des guides avec la longueur d'onde à l'aide des formules de Cauchy. Les formules de Cauchy ont été déterminées par spectrométrie pour l'eau [21] ou par ellipsométrie pour les polymères SU8 et PMATRIFE [22].

Dans le cas de la détection homogène, nous nous intéressons ensuite à l'évolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec superstrat d'eau avec la longueur d'onde et avec l'indice du superstrat ($n_{eff}(\lambda, n_{superstrat})$), pour accéder aux valeurs de sensibilité homogène du guide $S_{w,h}$ et celle d'un MR simple $S_{MR,h}$ qui interviennent dans le calcul de la sensibilité d'un transducteur à effet Vernier.

Ensuite, l'incertitude sur l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE est évaluée en tenant compte de l'ensemble des termes d'incertitude intervenant dans la définition de l'indice effectif afin de mettre en place des tolérances de fabrication pour le transducteur à effet Vernier.

3.3.2.1 Indice effectif des guides SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde

L'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE avec un superstrat de PMATRIFE ou d'eau est calculé par la méthode FDM présentée dans le Chapitre 2 en fonction de la longueur d'onde en Figure 3.22.a). Pour cela, les indices de réfraction $n_{SU8}(\lambda)$ de la SU8,

$n_{PMATRIFE}(\lambda)$ du PMATRIFE et $n_{eau}(\lambda)$ de l'eau sont utilisés [21] [22]. L'indice de groupe est déduit de l'indice effectif (Figure 3.22.b)) à l'aide de la relation $n_g(n_{eff})$ présentée dans l'équation 2.70.

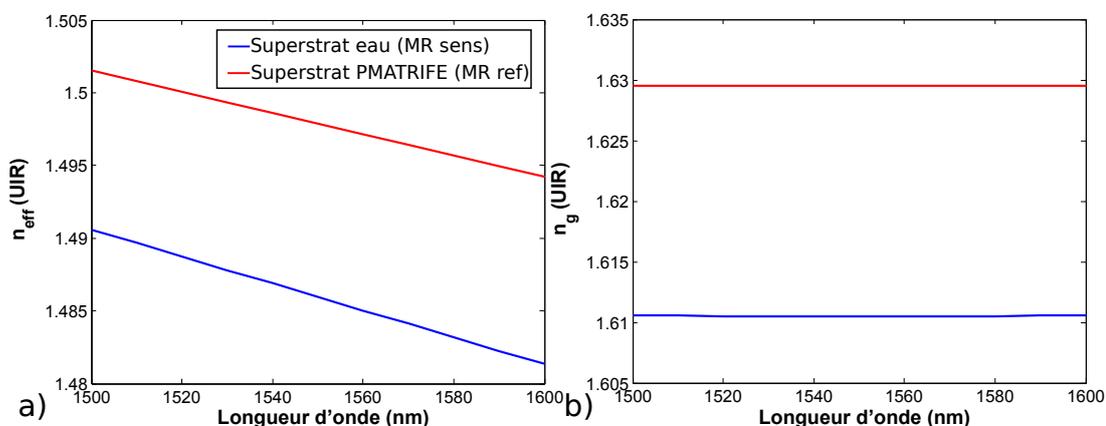


FIGURE 3.22 – a) Indice effectif calculé des guides SU8/PMATRIFE ridge carré de côté $1,5 \mu m$ avec une superstrat d'eau ou de PMATRIFE. b) Indice de groupe déduit de l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE

L'indice de groupe peut aussi être mesuré expérimentalement à l'aide de la position des longueurs d'onde de résonance d'un MR simple fabriqué en matériaux polymères SU8/PMATRIFE avec superstrat d'eau ou de PMATRIFE (Figure 3.23). Pour cela, n_g est déduit des ISL mesurés (en utilisant l'outil de traitement du signal d'un MR simple développé en Annexe n°2) à l'aide de l'expression de l'ISL présentée dans l'équation 2.72 et de la longueur géométrique des MRs simples.

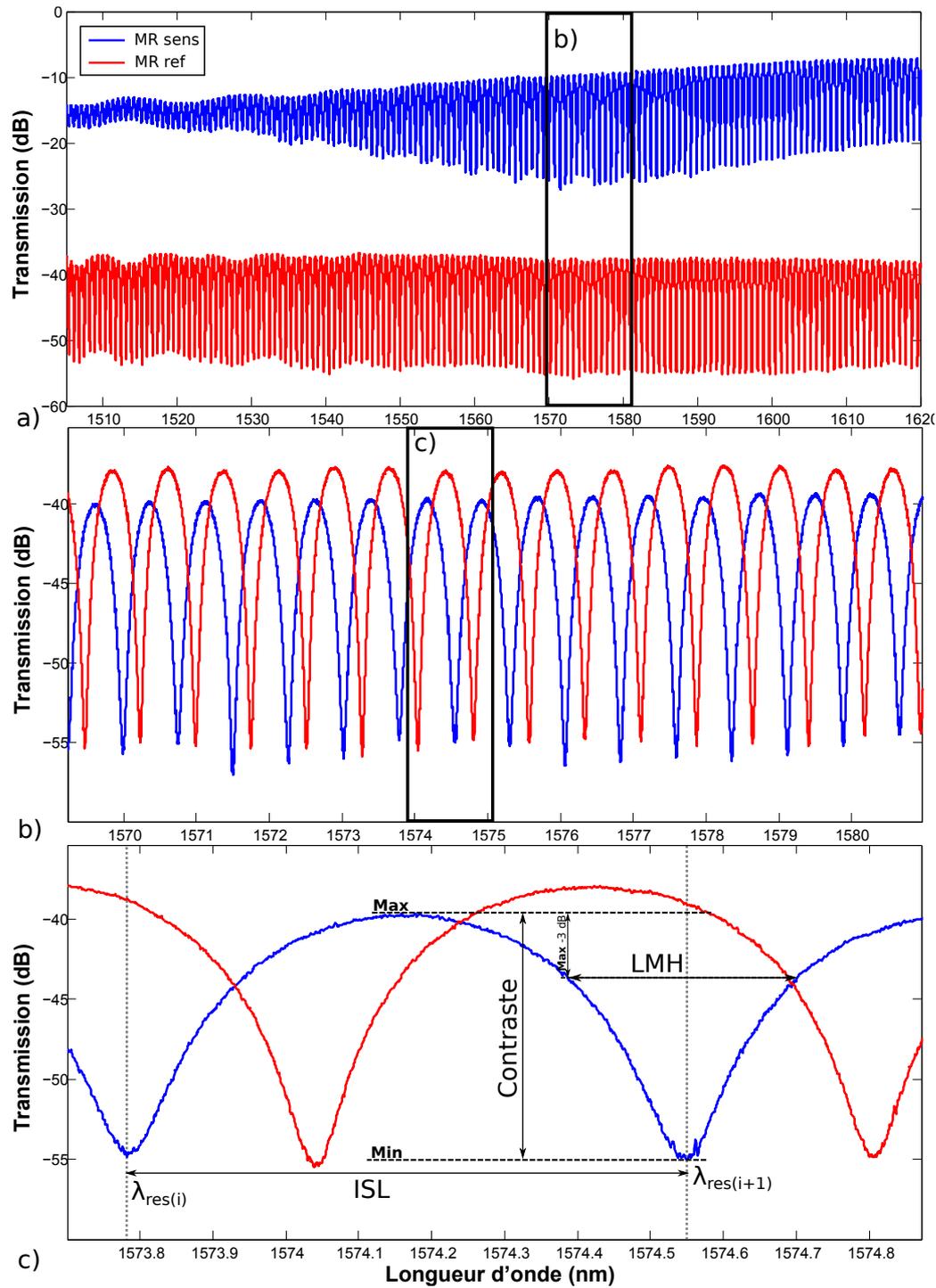


FIGURE 3.23 – a) Fonction de transfert expérimentale ($\lambda = 1500 - 1620$ nm) pour le MR sensible (superstrat d'eau) de longueur $2000 \mu m$ et le MR de référence (superstrat de PMATRIFE) de longueur $2009 \mu m$, b) plage de longueur d'onde ($\lambda = 1570 - 1580$ nm), c) plage de longueur d'onde ($\lambda = 1573.8 - 1574.8$ nm).

L'indice de groupe théorique calculé à partir de l'indice effectif et l'indice de groupe extrait des fonctions de transfert expérimentales sont comparés (Figure 3.24.a) ; pour cela la méthode du moindre carré est utilisée afin de comparer l'indice de groupe expérimental et l'indice de groupe théorique (Figure 3.24.b)). Les écarts types sont de :

$$\begin{cases} \sigma_{exp,theo,sens} = 3.10^{-3} UIR & (3.13a) \\ \sigma_{exp,theo,ref} = 6.10^{-3} UIR & (3.13b) \end{cases}$$

L'origine des écarts entre les valeurs théoriques et expérimentales est discutée en partie 3.3.3.

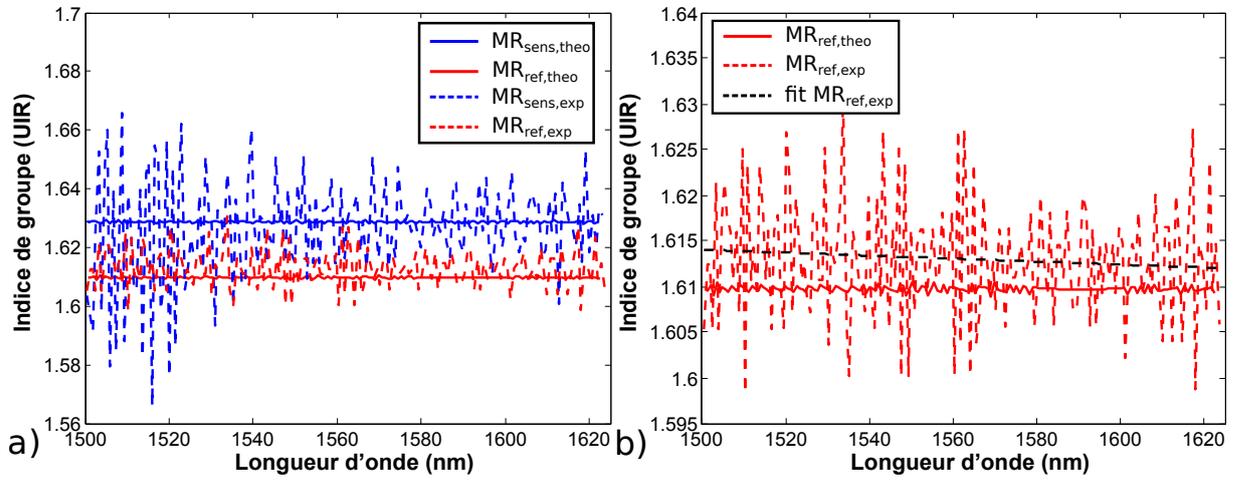


FIGURE 3.24 – a) Indices de groupe mesurés et calculés en fonction de la longueur d'onde pour les MRs de référence et sensible. b) Comparaison des ajustements.

3.3.2.2 Evolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec une solution : Sensibilité homogène

L'évolution de l'indice effectif avec une variation de l'indice du superstrat est présentée pour la longueur d'onde de 1550 nm en Figure 3.25 pour un guide ridge carré de côté 1,5 μm en SU8/PMATRIFE avec un superstrat aqueux dont l'indice varie entre $[n_{eau}; n_{eau} + 5.10^{-1}]$ et dont la fabrication a été détaillée en partie 3.2.3.

Il est possible de réaliser une régression linéaire de cette courbe avec une erreur faible sur la valeur de l'indice effectif. La pente de la régression permet d'évaluer la sensibilité du guide $S_{w,h}$ (présenté en équation 2.91) à 1550 nm.

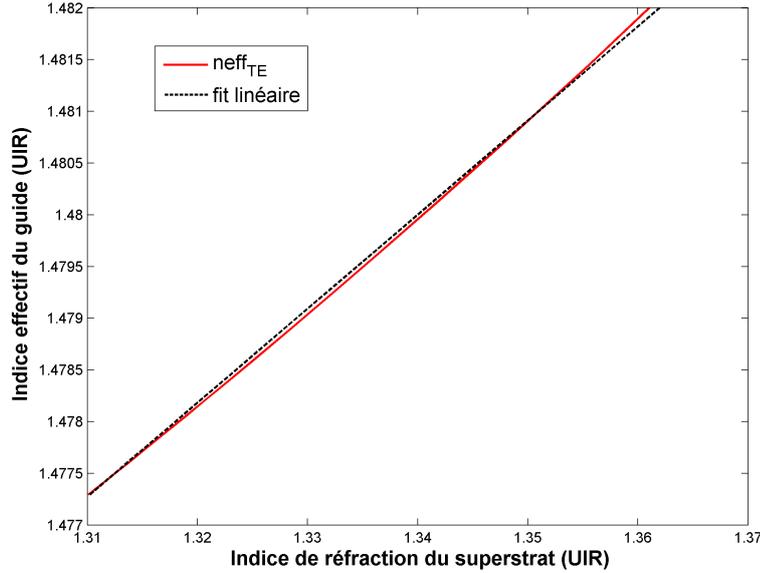


FIGURE 3.25 – Évolution de l’indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec un superstrat aqueux suivant la variation d’indice du superstrat.

La sensibilité homogène ($S_{w,h}$) à 1550 nm du guide est donc constante sur la plage de variation d’indice de réfraction [n_{eau} ; $n_{eau} + 5 \cdot 10^{-1}$] étudiée.

La sensibilité homogène ($S_{w,h}(\lambda)$) est ensuite calculée en fonction de la longueur d’onde (Figure 3.26.a)) puis la sensibilité totale du MR $S_{MR,hom.}$ est déduite (Figure 3.26.b)) en utilisant la relation 2.91. Nous voyons que la sensibilité augmente avec la longueur d’onde sur la plage (1500 - 1625 nm). Pour un MR simple, il est donc intéressant d’utiliser le transducteur avec les longueurs d’onde plus élevées. Pour la longueur d’onde de 1550 nm, la sensibilité homogène d’un MR simple en polymère est estimée théoriquement à 98 nm/UIR, ce qui est proche de la sensibilité expérimentale obtenue par P.Girault [23] ($S_{MR} = 115 \text{ nm/UIR}$, @1550 nm) pour des MRs fabriqués avec des guides SU8/PMATRIFE de dimensions similaires. S_{MR} sera utilisée par la suite pour le calcul de la sensibilité du transducteur à effet Vernier.

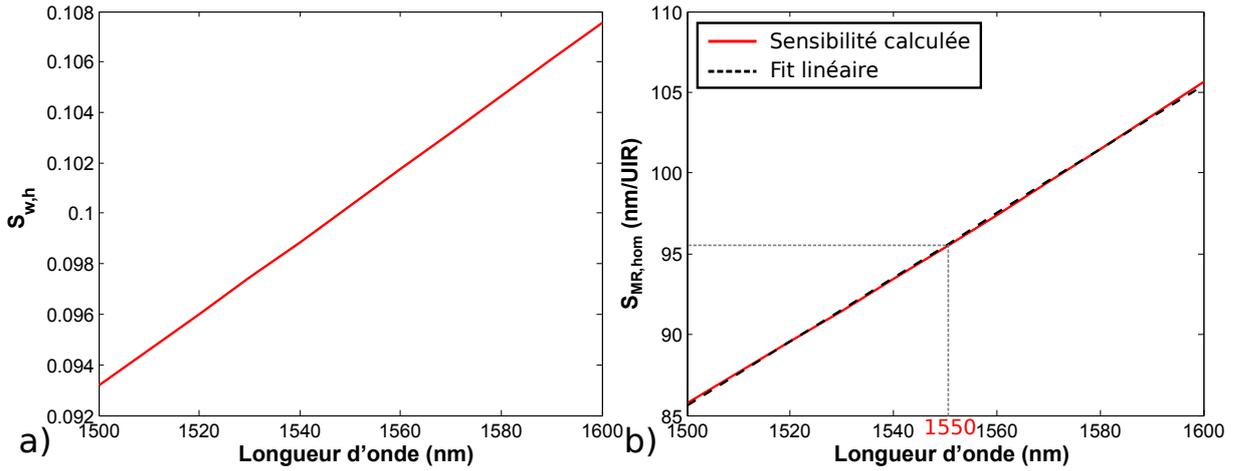


FIGURE 3.26 – a) Sensibilité théorique du guide $S_{w,h}$ b) Sensibilité théorique du MR S_{hom} . en nm/UIR.

3.3.2.3 Variation de l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE avec la température : Sensibilité thermique

Le calcul de la dépendance de l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE avec un substrat d'eau permet de comparer la sensibilité thermique S_T d'un transducteur MR simple avec un transducteur à effet Vernier. En effet, nous avons vu dans le Chapitre 2 que la température est la source principale d'incertitude de mesure lorsqu'aucune référence thermique n'est utilisée. Il est donc important que le transducteur soit peu sensible aux variations de température. La sensibilité thermique du guide est calculée pour la longueur d'onde 1550 nm en Figure 3.27, à l'aide des coefficients thermo-optiques des matériaux constituant le guide et présentés dans le Tableau 3.4.

Tableau 3.4 – Coefficients thermo-optiques des matériaux utilisés

	SiO_2	Si	SU8	PMMA	eau distillée (293K @1165 nm)
$\frac{dn}{dT} (10^{-4} UIR/K)$	1, $3 \cdot 10^{-1}$	1, 8	-1, 1	-1	-0.8
Ref.				[24]	[21]

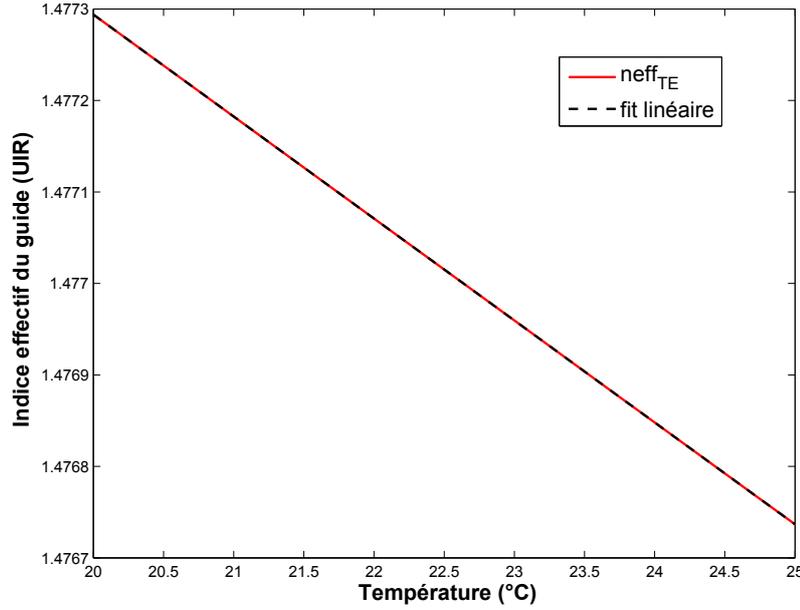


FIGURE 3.27 – Évolution de l'indice effectif du guide SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau suivant la température.

Dans le cas d'un MR en polymères SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau on a $\left. \frac{\partial n_{eff}}{\partial T} \right|_{1550nm, 293K, sup=eau} = -1.11^{-4} UIR/K$ (Figure 3.27). On peut donc calculer la sensibilité thermique S_T d'un MR seul : $S_T = 0.1 \text{ nm}/UIR$ et le rapport $K_T = 10^{-2} \text{ UIR}/K$ (défini dans le chapitre 2, Eq.2.117) avec $\frac{\partial n_{eff}}{\partial n_{analytes}} = 0,1$ (calculé en partie 3.3.2.2).

3.3.3 Incertitudes sur l'indice effectif des guides SU8/PMATRIFE

L'incertitude sur l'indice effectif doit être connue lors de la conception d'un transducteur à effet Vernier. En effet, les performances de transmission ($ISL_{Vernier}$ et $G_{Vernier}$) sont fortement dépendantes de la maîtrise des intervalles spectraux de chaque MR qui dépendent de l'indice effectif par l'intermédiaire de l'indice de groupe. Plusieurs sources d'incertitudes peuvent faire varier l'indice effectif réel de celui calculé auparavant. Les différentes sources d'incertitudes sont détaillées ci-dessous, le calcul de l'incertitude est effectué pour une longueur d'onde de 1550 nm. L'incertitude sur la variation de l'indice effectif avec la longueur d'onde n'est pas étudiée ici (on utilisera donc par la suite l'approximation $\Delta n_g = \Delta n_{eff}$).

3.3.3.1 Effet des parties courbées sur l'indice effectif

L'indice effectif dépend de l'évolution du profil du guide suivant l'axe de propagation. Lorsque le guide est courbé, on observe une déformation du mode vers l'extérieur de la courbe, illustrée en Figure 3.28.b) pour un rayon de courbure de $20 \mu m$ et l'indice effectif évolue. Pour un guide en polymères SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau, la variation d'indice effectif est de l'ordre de $\Delta n_{eff, courbe} = 10^{-3}$ (Figure 3.29) quelque soit la polarisation pour une courbure de $100 \mu m$. Pour un résonateur de géométrie quelconque

dont les courbures caractéristiques sont comprises entre $[\infty; 100 \mu m]$, l'indice effectif sera donc compris dans la gamme $[n_{eff}(\infty); n_{eff}(100 \mu m)]$.

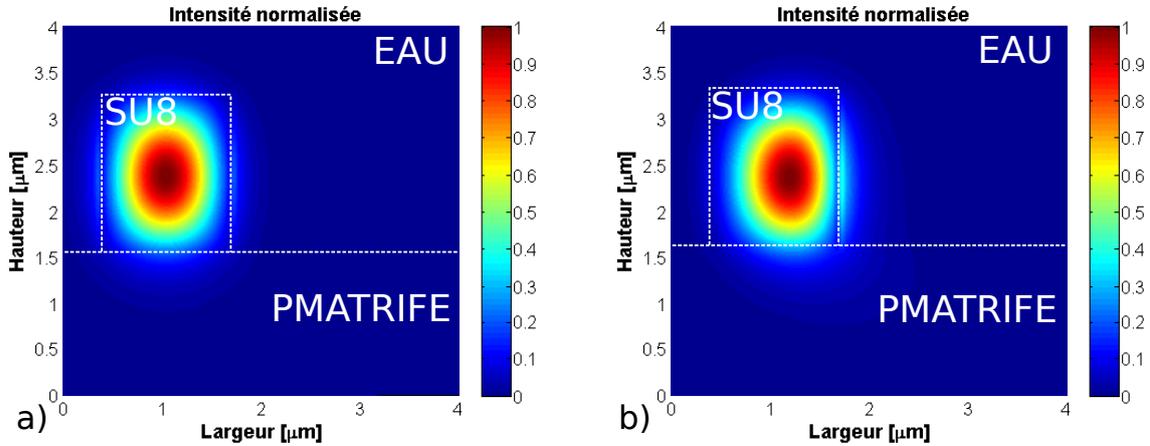


FIGURE 3.28 – a) Profil du mode TE fondamental dans un guide droit. b) Profil du mode TE fondamental dans un guide courbé de rayon $20 \mu m$.

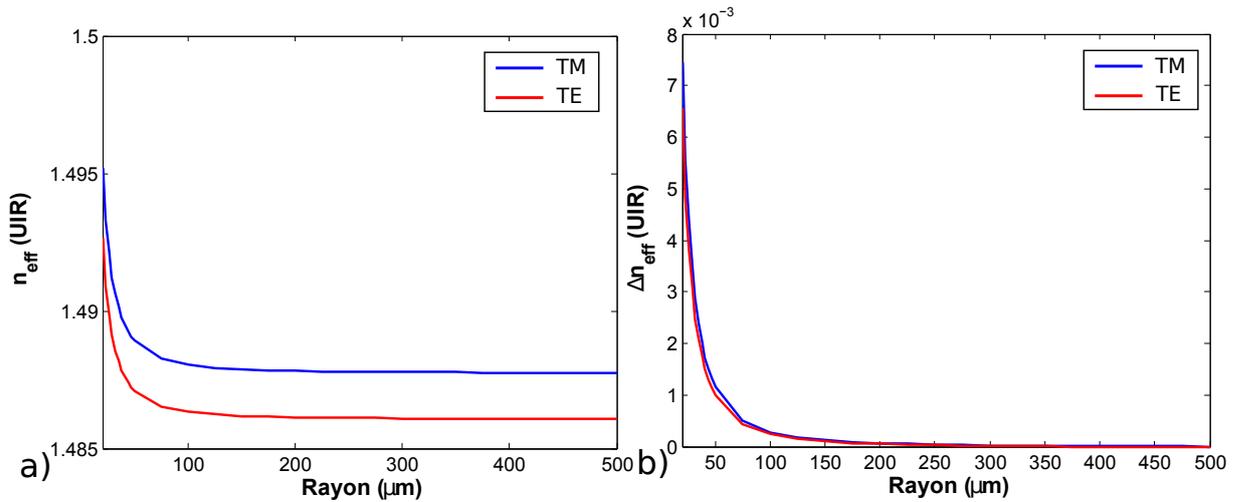


FIGURE 3.29 – a) Évolution de l'indice effectif pour un guide carré de côté $1,5 \mu m$, pour le mode TE, en fonction du rayon de courbure du guide. b) Différence d'indice effectif avec un guide droit carré de côté $1,5 \mu m$ ($R = \infty$).

3.3.3.2 Effet de la taille des guides sur l'indice effectif

Lors de la fabrication, la taille des guides peut varier. En effet, chaque étape de fabrication est critique pour l'épaisseur du polymère. Par exemple, lors du dépôt par *spin coating*, la viscosité du polymère dépend de la température de la pièce et du lieu de stockage. De plus, l'épaisseur de la couche déposée dépend de la position par rapport au centre du substrat car la vitesse de l'écoulement est proportionnelle au rayon du substrat et à la vitesse de rotation. Le contrôle du temps et de la température de recuit influe sur la

quantité de solvant évaporée. La gravure du polymère est contrôlée par suivi de gravure. Aussi, un temps d'une dizaine de secondes est souvent nécessaire entre la détection de la transition de gravure entre la SU8 et le PMATRIFE entraînant des variations d'épaisseur de l'ordre de 25 nm.

Globalement, une incertitude de 100 nm en hauteur et en largeur a été constatée sur les différents échantillons réalisés. Cette incertitude sur la taille des guides entraîne une incertitude sur l'indice effectif des guides (Figure 3.30) de l'ordre de $\Delta n_{eff,taille} = 10^{-2}$ UIR.

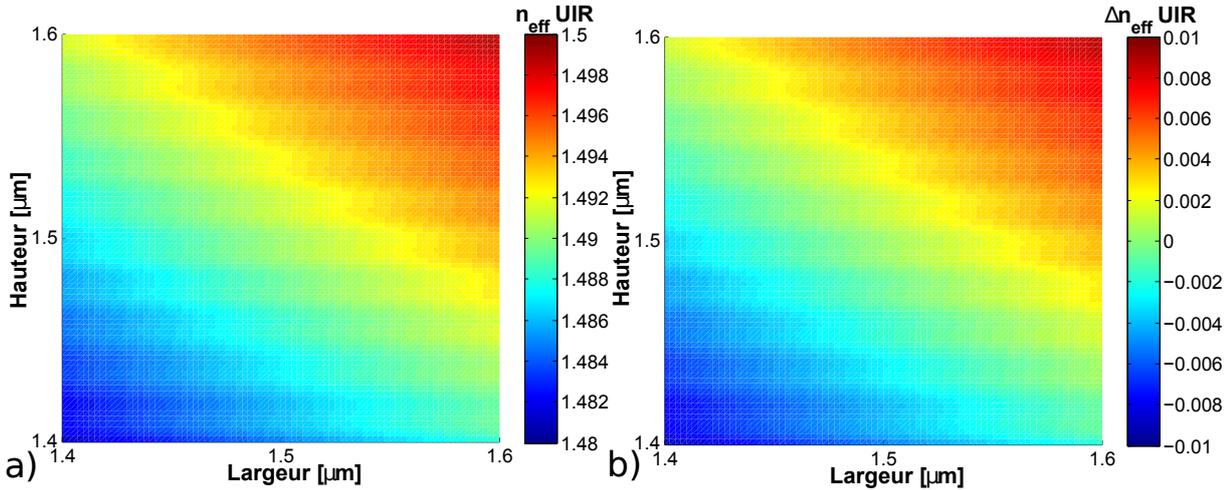


FIGURE 3.30 – a) Évolution de l'indice effectif pour le mode TE en fonction de la taille du guide. b) Différence d'indice effectif avec un guide carré de 1,5 μm pour le mode TE.

3.3.3.3 Effet du process de fabrication sur l'indice des matériaux

L'indice des polymères SU8 et PMATRIFE utilisés dépend des conditions de fabrication. En effet, la température et la durée de recuit des polymères agissent sur la quantité de solvant évaporée. La variation des indices du PMATRIFE et de la SU8 sont de $5 \cdot 10^{-3}$ UIR et $8 \cdot 10^{-4}$ UIR respectivement [25] [22]. Ces variations entraînent une incertitude sur l'indice effectif de $\Delta n_{eff,mat} = 10^{-3}$ UIR.

3.3.3.4 Effet des résidus de couches de protection sur l'indice effectif

La couche de protection de SiNx déposée à l'étape 6 de fabrication induit une variation de l'indice effectif par rapport aux guides en polymères SU8/PMATRIFE seuls présentés auparavant (Figure 3.31). La variation d'indice effectif induite par une couche de SiNx a été calculée à l'aide du logiciel FIMMWAVE pour une couche de SiNx d'épaisseur 25 nm avec un indice de réfraction de 2,5 UIR (indice mesuré par M-lines sur une monocouche de SiNx avec les conditions de dépôt utilisées dans le procédé de fabrication).

Cette variation est de $\Delta n_{eff,res_{TE}} = 1,7 \cdot 10^{-2}$ UIR et $\Delta n_{eff,res_{TM}} = 1,8 \cdot 10^{-2}$ UIR pour les modes fondamentaux TE et TM respectivement.

Effectivement, l'épaisseur de la couche de SiNx n'est pas homogène aux différents endroits du guide (flanc, sommet...). Cette hétérogénéité est liée au dépôt du SiNx et à la gravure

physique partielle du SiNx lors de la fabrication de la cuvette dans le cas des guides exposés à l'eau.

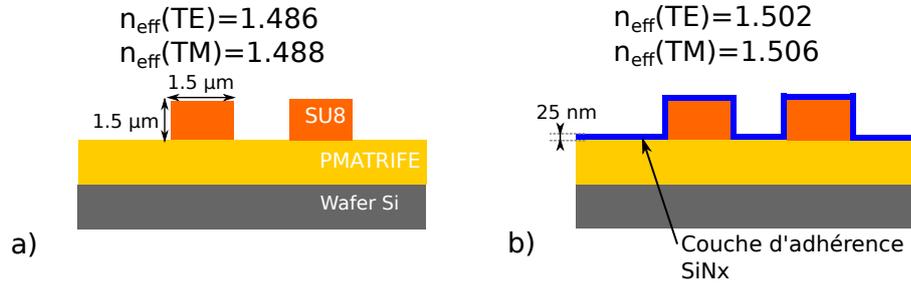


FIGURE 3.31 – a) Indice effectif pour un guide en polymères SU8/PMATRIFE sans superstrat carré de côté $1,5 \mu\text{m}$. b) Évolution de l'indice effectif en présence d'une couche de SiNx de 25 nm d'épaisseur.

3.3.3.5 Calcul de l'incertitude totale sur l'indice effectif

En utilisant la formule de propagation des incertitudes, l'incertitude globale sur l'indice effectif qui tient compte des différentes variations liées au design et à la fabrication des guides SU8-PMATRIFE peut-être calculée dans le cas d'un guide avec un superstrat d'eau :

$$\Delta n_{eff,TE} = \sqrt{\Delta n_{eff,courbe}^2 + \Delta n_{eff,taille}^2 + \Delta n_{eff,mat}^2 + \Delta n_{eff,res}^2} = 2.10^{-2} UIR \quad (3.14)$$

L'incertitude calculée dans le cas d'un guide avec superstrat de PMATRIFE est similaire à celle calculée dans le cas de l'eau. De même, l'incertitude pour la polarisation TM est du même ordre de grandeur que l'incertitude calculée dans le cas TE.

Par la suite, on peut donc s'attendre à une incertitude de $\Delta n_{eff} = 2.10^{-2} UIR$ autour de la valeur de l'indice effectif calculée pour un guide droit en SU8/PMATRIFE carré de côté $1,5 \mu\text{m}$. Cependant, la valeur de l'incertitude estimée théoriquement surestime l'incertitude expérimentale obtenue lors de la mesure expérimentale de l'indice de groupe 3.13a-3.13b. Cette incertitude est utile afin de définir des marges de sécurité lors du design du transducteur à effet Vernier ainsi que pour ajuster les spectres de transmission expérimentales et théoriques.

3.4 Conception et fabrication d'un transducteur à effet Vernier en polymères

L'utilisation des guides en polymères est étendue dans cette partie aux transducteurs à effet Vernier. L'optimisation du design des transducteurs à effet Vernier pour la détection a été peu étudiée jusqu'à présent.

En effet, le paramètre de gain en sensibilité peut théoriquement tendre vers l'infini mais est resté effectivement inférieur à 200 (voir tableau 3.6).

Dans cette partie, un protocole d'optimisation tenant compte des données acquises sur les

guides SU8/PMATRIFE est mis en place, ce protocole permet de choisir les paramètres géométriques du transducteur à effet Vernier de type "MZ-pass" présenté en partie 3.1.4, permettant d'optimiser sa sensibilité. Puis la fabrication et la caractérisation du transducteur sont détaillées. Enfin, des pistes d'amélioration sont proposées afin d'exhalter encore plus la sensibilité des transducteurs à effet Vernier afin de réduire leur limite de détection.

3.4.1 Modèle numérique de la structure "MZ-pass"

La détermination de la longueur des interféromètres dépend de la période de l'enveloppe de résonance souhaitée, du contraste minimal des enveloppes, de la prise en compte des différentes incertitudes liées à la fabrication (détaillées dans la partie précédente) et des performances du transducteur en termes de sensibilité et de limite de détection.

Afin de choisir rapidement les longueurs du transducteur, il est nécessaire d'établir un modèle numérique intégrant la fonction de transfert du transducteur et les paramètres de propagation du guide définis précédemment.

La fonction de transfert du transducteur est donnée par [5] :

$$T_{Vernier} = \frac{|E_s|^2}{|E_i|^2} = \frac{1}{4}(T_{MR,ref} + T_{MR,sens}) + \frac{1}{2}T_{MR,ref}T_{MR,sens}\cos(\arg(t_{MR,ref}) - \arg(t_{MR,sens})) \quad (3.15)$$

$T_{MR,ref}(\alpha_{PMATRIFE}, \text{neff}_{PMATRIFE})$ et $T_{MR,sens}(\alpha_{eau}, \text{neff}_{sens})$ sont les fonctions de transfert du MR de référence (guides SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE) et du MR sensible (guides SU8/PMATRIFE avec superstrat de solution) dépendant des pertes et de l'indice effectif avec superstrat de solution glucosée ou d'eau calculées précédemment.

La puissance en sortie du transducteur à effet Vernier est donc donnée par :

$$P_{Vernier}(dBm) = 10.\log_{10}(P_{in}.T_{Vernier}) \quad (3.16)$$

Avec P_{in} la puissance optique injectée en entrée du transducteur. La fonction de transfert donnée par [5] ne tient pas compte des pertes et du déphasage induit par la cuvette sur un des bras du Mach-Zehnder.

3.4.2 Paramètres d'optimisation du design de l'interféromètre

L'optimisation du design d'un transducteur est affaire de compromis entre les objectifs que l'on donne au transducteur (robustesse du design, limite de détection, sensibilité...), le banc de mesure (qualité laser-détecteur, polarisation) et la bonne identification des paramètres d'optimisation. Le design d'un transducteur à effet Vernier recouvre le design d'un transducteur à base de MR simple pour l'application biocapteur (par exemple le compromis entre LD et sensibilité) et certains points spécifiques à ce transducteur. Le design d'un transducteur à effet Vernier est souvent réduit à la présentation des équations 3.6 et 3.8 qui donne l' $ISL_{Vernier}$ et $S_{Vernier}$. Cependant, une procédure d'optimisation de design sur la période de l'enveloppe Vernier, la longueur de l'interféromètre et la sensibilité a été présentée par M.Notte *et al.* [7].

Pour cette étude, il a été choisi d'utiliser le design de guides en polymères de géométrie ridge carré de côté $1,5 \mu m$ dont les paramètres de propagation (pertes de propagation et indice effectif) avec superstrat d'eau ou de PMATRIFE ont été étudiés dans les parties

précédentes.

La sensibilité d'un MR seul en polymères pour cette configuration de guide est de l'ordre de 10^2 nm/UIR (@1550 nm). Elle est présentée en Figure 3.26 en fonction de la longueur d'onde et est utilisée pour calculer la sensibilité du transducteur à effet Vernier en polymères à l'aide de l'équation 3.8. L'optimisation du design se concentre sur les critères géométriques de longueurs des interféromètres qui sont spécifiques à l'effet Vernier.

Les paramètres limitants des interféromètres à effet Vernier sont le contraste de l'enveloppe et la période du signal. Le contraste de l'enveloppe doit être suffisant pour être mesurable expérimentalement et la période du signal ne doit pas être trop importante par rapport à la plage de mesure. Dans notre cas, la plage de mesure est limitée par le laser accordable en longueur d'onde entre 1500 et 1625 nm. Le capteur à effet Vernier est fabriqué de manière à ce que la période soit inférieure à la plage de balayage du laser afin de pouvoir mesurer l'intervalle spectral libre de l'enveloppe $ISL_{Vernier}$ définie en équation 3.6. Le contraste de l'enveloppe dépend du coefficient de couplage, des pertes de propagation et de la longueur des MRs.

Ainsi, il a été décidé d'optimiser le design du transducteur en maximisant la sensibilité tout en respectant les limitations suivantes :

$$\begin{cases} P_{Vernier}(dBm) > P_{min,det}(-60dBm) & (3.17) \\ ISL_{Vernier} < 100 \text{ nm} & (3.18) \end{cases}$$

Un protocole d'optimisation, présenté en Figure 3.32, a été mis en place pour extraire les longueurs du résonateur sensible et du résonateur de référence permettant de satisfaire l'ensemble des conditions.

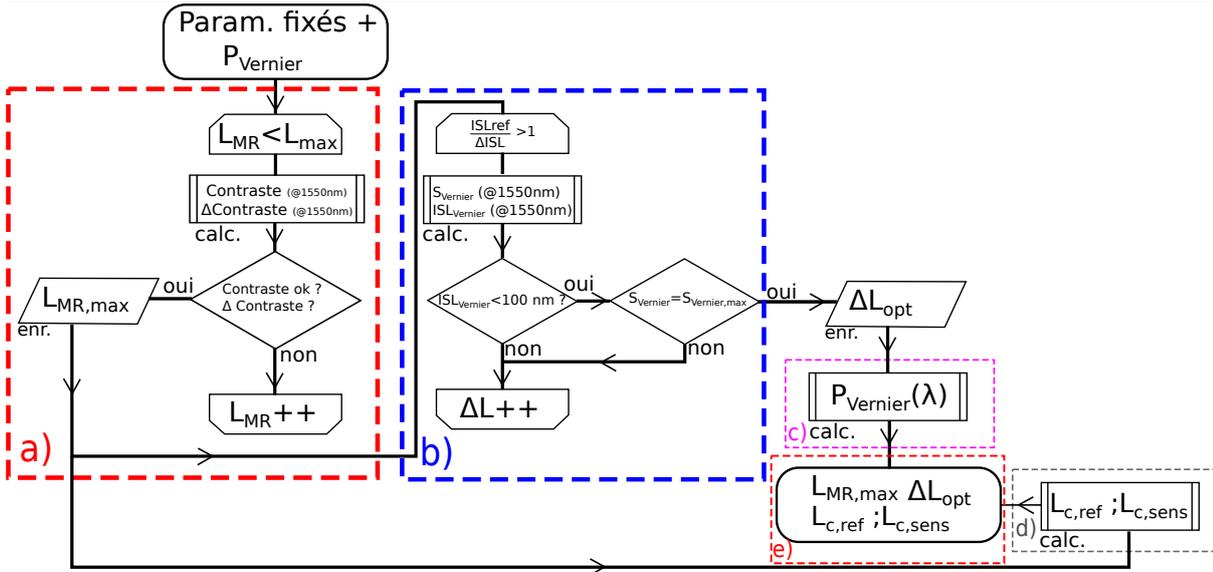


FIGURE 3.32 – Algorithme d’optimisation du transducteur à effet Vernier : a) Étape 1 : évaluation de la longueur maximale $L_{MR,max}$ des MRs. b) Étape 2 : choix de la différence de longueur ΔL entre les MRs. c) Étape 3 : tracé de la dépendance en longueur d’onde de la puissance en sortie du transducteur. d) Étape 4 : calcul des longueurs de couplage. e) Étape 5 : intégration des paramètres géométriques dans le masque.

Le protocole présenté en Figure 3.32 est divisé en 5 étapes :

— **Étape 1 : évaluation de la longueur maximale des MRs**

L’augmentation de la longueur des MRs L_{MR} permet d’augmenter la sensibilité tout en conservant une période inférieure à 100 nm. Cependant, il est nécessaire d’observer l’effet de l’augmentation de la longueur sur le contraste de l’enveloppe représenté en Figure 3.33.a). En effet, augmenter la longueur revient à augmenter les pertes par tour. Il est donc nécessaire de coupler de plus en plus de lumière dans les MRs pour rester proche du couplage critique qui est la condition nécessaire permettant d’obtenir un fort contraste dans un MR seul. L’augmentation de la longueur des MRs a donc deux effets : l’abaissement de la transmission de l’enveloppe comme illustré sur la Figure 3.33.a) et l’évolution des coefficients de couplage permettant d’obtenir une enveloppe Vernier de fort contraste (Figure 3.33.b)).

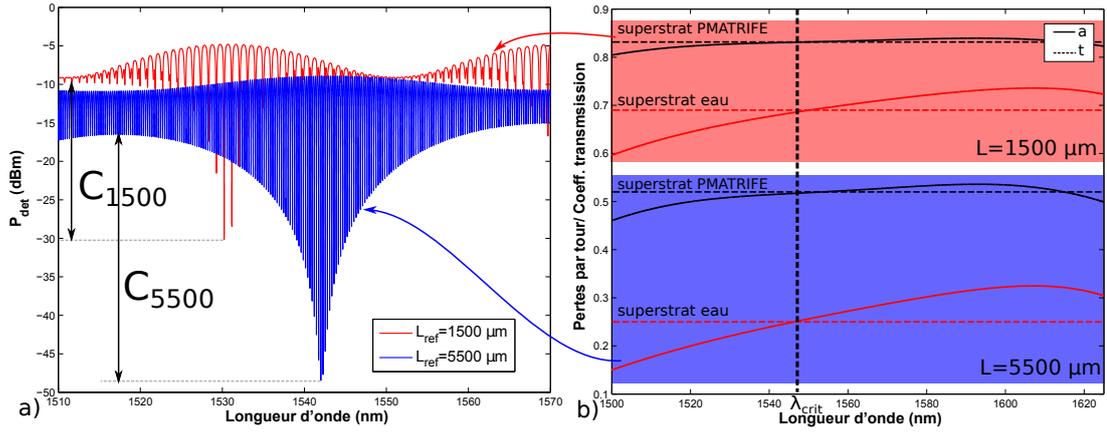


FIGURE 3.33 – a) Contraste de 2 enveloppes de transducteur à effet Vernier de longueur de MR de référence $L_{ref} = 1500 \mu m$ et $L_{ref} = 5500 \mu m$. b) Pertes par tour a correspondantes pour les deux longueurs de MR de références ($L_{ref} = 1500 \mu m$ et $L_{ref} = 5500 \mu m$) et taux de transmission $|t|$ sélectionnés pour le tracé des fonctions de transfert.

L'abaissement de la transmission de l'enveloppe a pour effet de rapprocher la puissance transmise du plancher de détection du détecteur (de -60 dBm). Ainsi, L_{max} sera limitée pour ne pas atteindre le plafond de détection du détecteur. Cet effet est illustré en Figure 3.34 pour deux puissances incidentes différentes. Il existe donc un risque de toucher le plancher de détection du détecteur pour des longueurs de MRs élevées.

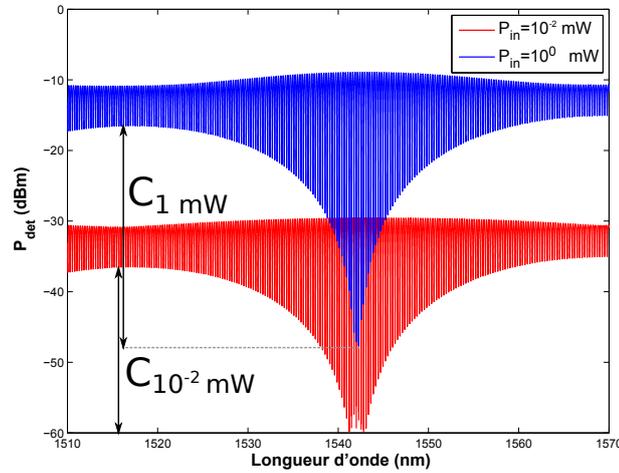


FIGURE 3.34 – Transmission d'un transducteur à effet Vernier de longueur de MR de référence $L_{ref} = 5500 \mu m$ pour une puissance incidente dans le transducteur de 1 mW (0 dBm) et de 10^{-2} mW (-20 dBm).

— Étape 2 : choix de la différence de longueur entre les MRs

Une fois la longueur maximale des MRs définie, une condition d'évolution de la différence de longueur ($\Delta L = L_{sens} - L_{ref}$) entre les MRs avec l'augmentation de la longueur des MRs doit être trouvée afin de profiter de l'augmentation de la sensibilité pour une longueur d'onde fixée. L'optimisation de la différence de longueur ΔL

avec la longueur L_{ref} de l'interféromètre de référence doit respecter les conditions 3.17 et 3.18.

— **Étape 3 : tracé de la dépendance en longueur d'onde de la puissance en sortie du transducteur**

Pour prévoir la forme de l'enveloppe sur la zone d'étude [1500 - 1625nm] correspondant à la plage du laser accordable, la réponse du transducteur à effet Vernier est simulée numériquement en tenant compte de l'évolution des pertes des guides SU8/PMATRIFE avec un superstrat d'eau ou de PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde. Pendant cette étape, les coefficients de couplage peuvent être ajustés afin d'accorder la longueur d'onde de couplage critique des deux MRs.

— **Étape 4 : calcul des longueurs de couplage**

Les longueurs de couplage $L_{c,ref}$ et $L_{c,sens}$ du MR de référence et du MR sensible sont alors choisies en utilisant les méthodes de calcul de coefficient de couplage détaillées en Annexe n°1.

— **Étape 5 : intégration des paramètres géométriques dans le masque**

Une fois que toutes les longueurs géométriques importantes (L_{ref} , L_{sens} , $L_{c,ref}$, $L_{c,sens}$, w_{gap}) sont définies pour un gap w_{gap} donné, la forme générale du transducteur peut être choisie et intégrée sur le masque de photolithographie.

3.4.3 Effet de la longueur sur le contraste et la puissance en sortie du transducteur

Le couplage évanescent est le paramètre qui permet d'optimiser le contraste de l'enveloppe de l'effet Vernier. Il n'existe pas de valeur de coefficient de couplage analytique permettant de maximiser le contraste des fonctions de transfert des transducteurs à effet Vernier contrairement au cas du MR seul, mais le contraste maximum est souvent proche du couplage critique pour les deux MRs. Le contraste peut être évalué en identifiant la position des extrema qui correspondent à la différence entre le cas où les résonances sont alignées et le cas où les résonances sont désalignées.

Le contraste de l'enveloppe Vernier peut être calculé numériquement autour de 1550 nm :

$$Contraste(dB) = P_{Vernier,max}(dBm) - P_{Vernier,min}(dBm) \quad (3.19)$$

Avec $P_{Vernier,max}$ et $P_{Vernier,min}$ les extrema (maximum et minimum) de l'enveloppe évalués à l'aide de l'expression de $T_{Vernier}$ ($P_{Vernier,max(min)} = 10\log_{10}(P_i \cdot T_{Vernier,max(min)})$) :

$$T_{Vernier,max} = \frac{1}{4}(T_{MR,ref,max} + TF_{MR,sens,max}) + \frac{1}{2}T_{MR,ref,max}T_{MR,sens,max} \quad (3.20)$$

$$T_{Vernier,min} = \min(T_{Vernier}(T_{MR,ref,max}, T_{MR,sens,min}), T_{Vernier}(T_{MR,ref,min}, T_{MR,sens,max}), P_{det,min}) \quad (3.21)$$

L'évolution du contraste avec la longueur des interféromètres est tracée en Figure 3.35.a) en fonction des coefficients de transmission $|t|$ des MRs pour des contrastes supérieurs à 5 dB. On observe pour commencer que le couplage n'est pas symétrique entre le résonateur de référence et le résonateur sensible, ce qui s'explique par la différence de pertes de propagation a entre les deux résonateurs (cf. partie 3.3.1.2). On observe que l'allongement des interféromètres nécessite d'augmenter le couplage dans le résonateur, ce qui est normal étant donné l'égalité nécessaire entre a et t pour obtenir le couplage critique dans un MR seul et l'augmentation des pertes par tour liée à l'allongement du résonateur.

De plus, on vérifie bien en Figure 3.35.b) que $P_{Vernier,max}$ diminue quand la longueur des MRs augmente ce qui rapproche l'enveloppe du plancher du détecteur $P_{det} = -60$ dBm avec l'allongement de la longueur des MRs.

La longueur maximale de $L_{max,opt} \simeq 5500 \mu m$ semble intéressante car elle offre une large zone de taux de transmission $|t|_{ref.}$ et $|t|_{sens.}$ permettant un contraste important et un $P_{Vernier,min}$ suffisamment élevé.

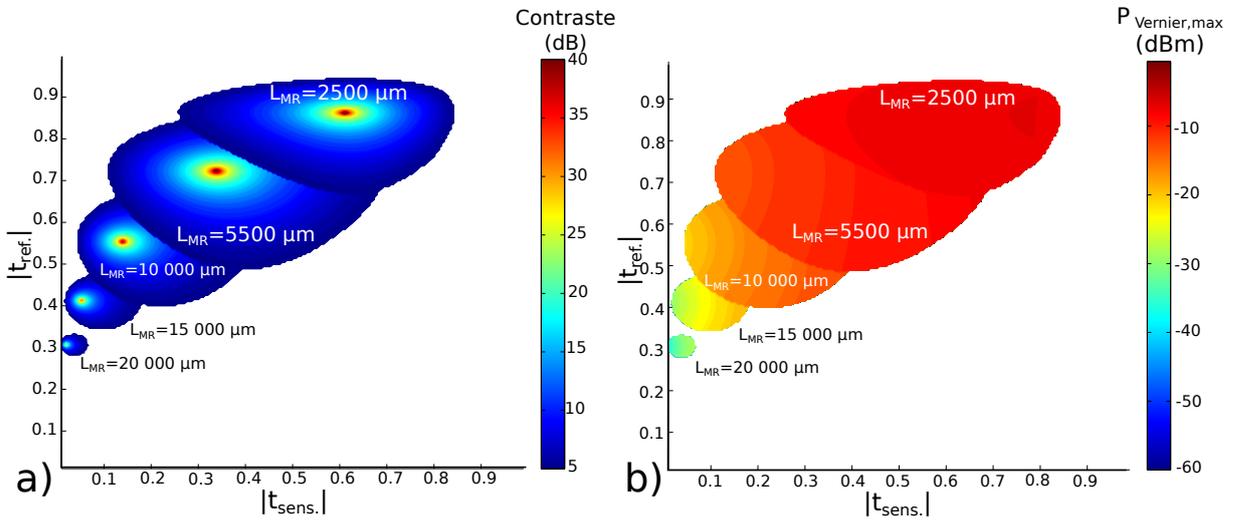


FIGURE 3.35 – a) Évolution du contraste de l'enveloppe Vernier en fonction du taux de transmission et de la longueur des bras $L_{MR} = L_{ref.} = L_{sens.}$. b) Position du minimum de l'enveloppe.

3.4.4 Contrôle de la période et optimisation de la sensibilité

Afin de mettre en évidence l'intérêt de l'augmentation de la longueur des MRs dans les dispositifs à effet Vernier, on peut observer une relation simple entre les longueurs $L_{ref.}$, $L_{sens.}$ des MRs de référence et sensible respectivement.

3.4.4.1 Évolution de la période de l'enveloppe

L'évolution de la période de l'enveloppe Vernier est tracée en fonction de la longueur du MR de référence et de la différence de longueur ΔL entre le MR de référence et le MR sensible en Figure 3.36 en respectant les limites de longueur imposées par l'évolution du contraste. $L_{ISL_{Vernier}}$ augmente lorsque la différence ΔISL tend vers 0 en Figure 3.36.a),

3.4. CONCEPTION ET FABRICATION D'UN TRANSDUCTEUR À EFFET VERNIER EN POLYMÈRES

dans l'hypothèse où $\lambda_{res,ref.} \simeq \lambda_{res,sens.}$. La position pour laquelle $ISL_{Vernier} \rightarrow \infty$ (cette position correspond aussi à $S_{Vernier} \rightarrow \infty$) peut être extraite de l'équation 3.6 et s'écrit :

$$\frac{L_{ref}}{\Delta L}(n_{g,sens.}, n_{g,ref.}) = \frac{n_{g,sens.}}{n_{g,sens.} - n_{g,ref.}} \quad (3.22)$$

Dans notre cas, la pente $\frac{L_{ref}}{\Delta L}$ est négative, puisque $n_{g,ref.} > n_{g,sens.}$. La relation 3.22 est utile pour établir les marges de fabrication à l'aide de l'incertitude sur l'indice effectif estimé en partie 3.3.3. En effet, l'incertitude absolue sur 3.22 est donnée par :

$$\Delta\left(\frac{L_{ref}}{\Delta L}\right) = \left|\frac{\partial \frac{L_{ref}}{\Delta L}}{\partial n_{g,sens.}}\right| \Delta n_{g,sens.} + \left|\frac{\partial \frac{L_{ref}}{\Delta L}}{\partial n_{g,ref.}}\right| \Delta n_{g,ref.} = \left|\frac{n_{g,sens.} + n_{g,ref.}}{(n_{g,sens.} - n_{g,ref.})^2}\right| \Delta n_{eff} \quad (3.23)$$

Nous voyons dans l'expression 3.23 que l'incertitude sur la pente peut être limitée en réduisant l'incertitude Δn_{eff} sur l'indice effectif ou en augmentant la différence $n_{g,sens.} - n_{g,ref.}$. Dans notre cas, Δn_{eff} a été estimé expérimentalement autour de 10^{-3} et théoriquement autour de 10^{-2} . L'incertitude relative sur la pente est donc comprise entre 10 % (pour $\Delta n_{eff} = 10^{-3}$) et 100 % (pour $\Delta n_{eff} = 10^{-2}$).

L'évolution de l' $ISL_{Vernier}$ avec la longueur L_{ref} du MR de référence est tracée à l'aide des expressions analytiques présentées au début du Chapitre 2 pour différentes valeurs de L_{ref} et L_{sens} en Figure 3.36.a). La longueur de l'interféromètre L_{ref} est variée pour des valeurs inférieures à $L_{MR,max}$. Les valeurs de longueurs qui ne respectent pas la condition 3.18 sont rayées en Figure 3.36.a) et la prise en compte de l'incertitude sur la pente (relation 3.23) est ajoutée (zone transparente en Figure 3.36.a).

La sensibilité est ensuite tracée en Figure 3.36.b) pour les valeurs $L_{ref.}, \Delta L = L_{sens.} - L_{ref.}$ respectant les relations 3.18 et 3.23. Nous pouvons observer que l'ordre de grandeur des sensibilités atteignables sous les conditions imposées sont comprises entre 10^3 et 10^5 nm/UIR, ce qui est intéressant comparé à la sensibilité d'un MR seul en polymères de l'ordre de 10^2 nm/UIR. Les longueurs de MRs : $L_{sens} = 5500 \mu m$ et $L_{ref} = 5559 \mu m$ respectant les conditions 3.18 et 3.23 sont sélectionnées pour être intégrées sur le masque. La sensibilité théorique pour ces valeurs de longueur est de 18200 nm/UIR et l' $ISL_{Vernier}$ est de 55 nm.

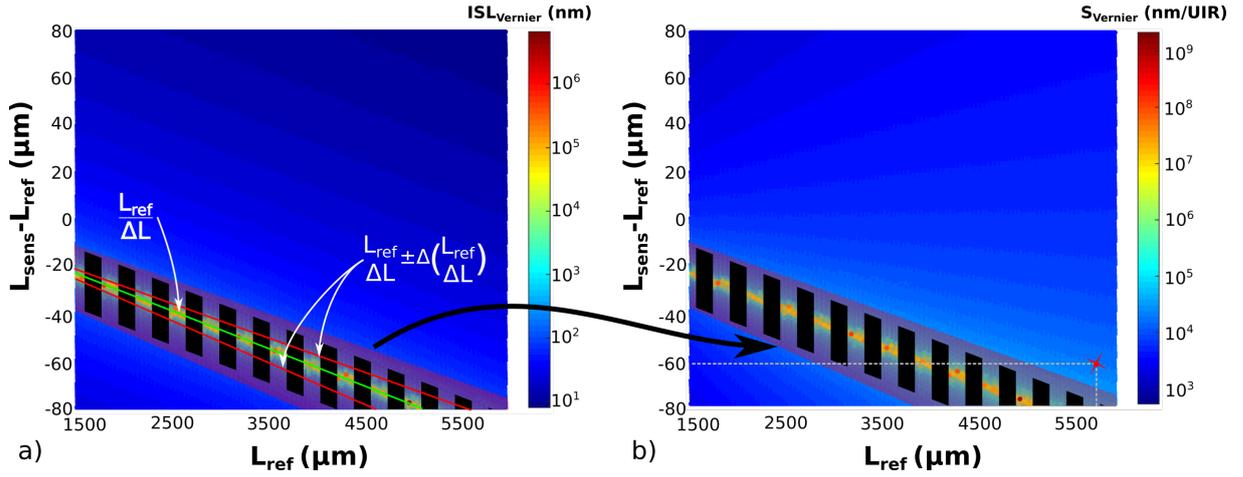


FIGURE 3.36 – Effet de la longueur L_{ref} et de la différence de longueur $L_{sens} - L_{ref}$ des MRs : a) Sur la période de l’enveloppe Vernier $ISL_{Vernier}$. b) Sur la sensibilité (eq.3.7 et 3.8).

3.4.5 Design final du masque

L’implantation des structures à effet Vernier sur le masque a été réalisée à l’aide du logiciel Olympios. Des compromis de design ont été effectués afin de placer les structures de taille importante sur le masque, leur complexité et la nécessité d’incorporer des cuvettes (Figure 3.37). Pour cela, les MRs ont été fabriqués en forme de trèfle permettant d’obtenir des zones de couplage droit, les rayons ont été fixés à $100 \mu m$ ce qui limite la contribution des pertes de courbures (voir partie 3.3.1.3) et simplifie le codage géométrique des structures ainsi que leur positionnement. Le gap ω_{gap} a été fixé à $0,6 \mu m$ qui est une valeur atteignable technologiquement avec les guides en polymères et les procédés de fabrication standards. Les longueurs des deux résonateurs L_{ref} et L_{sens} sont paramétrées (Figure 3.37) à l’aide des longueurs droites des trèfles. On a :

$$L_{ref/sens} = 2.\pi.R + 2.L_{c,ref/sens} + 4.L_{d,ref/sens} \quad (3.24)$$

Avec $L_{c,ref/sens}$ la longueur droite des zones de couplage, $L_{d,ref/sens}$ la longueur droite des résonateurs servant à ajuster L_{ref} et L_{sens} . La hauteur de la structure s’exprime par :

$$H_{struct} = 12.R + 2.\omega_{gap} \simeq 12.R \quad (3.25)$$

Les cuvettes sont réalisées 2 mm en dessous des guides, ce qui permet d’utiliser le même masque pour les cuvettes et les structures par simple décalage du masque en photolithographie négative (étapes de fabrication 7-9, partie 3.2.3). Les structures à effet Vernier en polymères ont été placées sur les pourtours du masque afin de laisser de la place pour l’étude des MRs hybrides SiP/polymères présentés en Chapitre 4.

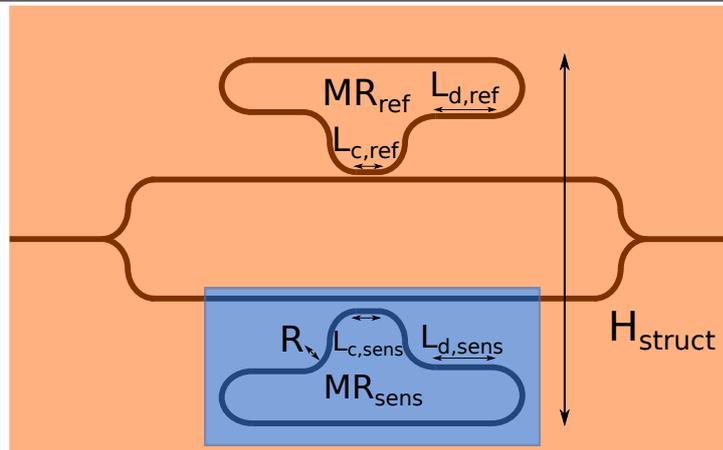


FIGURE 3.37 – Design optimisé du transducteur en configuration "MZ-pass".

3.4.6 Caractérisation des capteurs à effet Vernier

3.4.6.1 Validation du process

Le processus de fabrication détaillé en partie 3.2.3 a été mis en œuvre. Une vue générale du transducteur est présentée en Figure 3.38.a). Le développement du gap de $0,6 \mu\text{m}$ est vérifié au microscope optique (objectif $\times 100$) (Figure 3.38.b). Les dimensions du guide correspondant aux valeurs visées sont vérifiées au MEB (Figure 3.38.c).

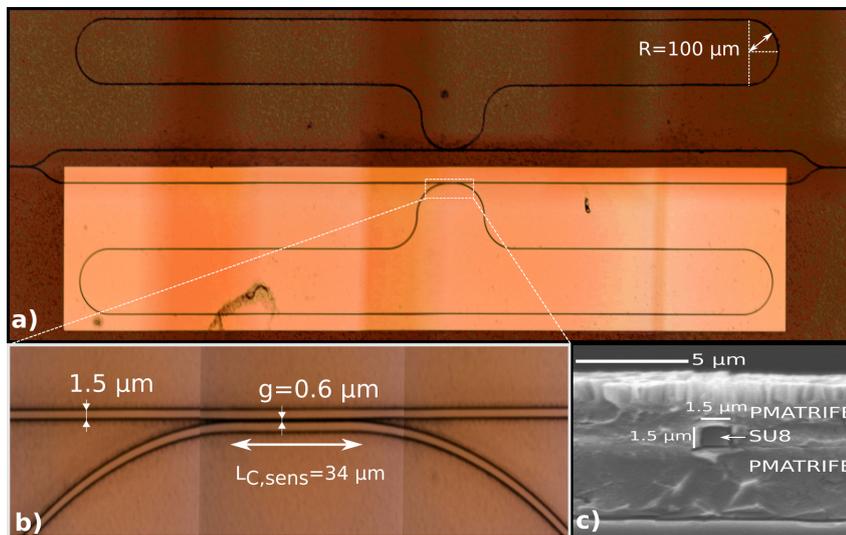


FIGURE 3.38 – a) Vue de dessus d'un transducteur à effet Vernier en configuration "MZ-Pass" au microscope optique. b) Vue de la zone de couplage dans le réservoir du MR sensible au microscope optique. c) Vue transversale au MEB d'un guide SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE.

Les réponses théorique et expérimentale du transducteur sont tracées en Figure 3.39.a) et 3.39.b). Pour la réponse expérimentale, une enveloppe de période 55 nm caractéristique de l'effet Vernier étudié est présente et le décalage de l'enveloppe en présence d'une solution glucosée (2,5 g/L) est observé.

Pour tracer la réponse théorique du transducteur, les pertes par tour a calculées à partir des pertes des guides SU8/PMATRIFE ($Pertes_{prop,fit,eau}$ et $Pertes_{prop,fit,PMATRIFE}$, définies en partie 3.3.1.2, avec superstrat d'eau ou de PMATRIFE sont utilisées ainsi que les longueurs L_{ref} et L_{sens} des MRs Figure 3.39.c).

Les coefficients de transmission $|t|$ calculés à l'aide de la méthode de Marcatili présentée en Annexe n° 1 sont ajustés afin d'accorder les réponses théorique et expérimentale en Figure 3.39.c).

Le transducteur est placé sur le banc optique et un faisceau laser de puissance $P_{laser} = 10$ dBm est injecté. La polarisation est contrôlée par les boucles de Lefèvre et orientée pour être couplée au mode TE du guide intégré.

Des ajustements de $\Delta n_{eff,sens} = 3.10^{-3}$ UIR et $\Delta n_{eff,ref} = -1, 1.10^{-2}$ UIR sont introduits dans la transmission en Figure 3.39.b) afin d'aligner correctement la réponse théorique à la réponse expérimentale, ces ajustements sont compris dans l'incertitude sur l'indice effectif calculée précédemment en partie 3.3.3 et affecte peu la réponse du transducteur. Des pics secondaires apparaissent sur la réponse expérimentale et peuvent être associés à l'effet de la cuvette sur les parties droites du guide (réflexion partielle et déphasage).

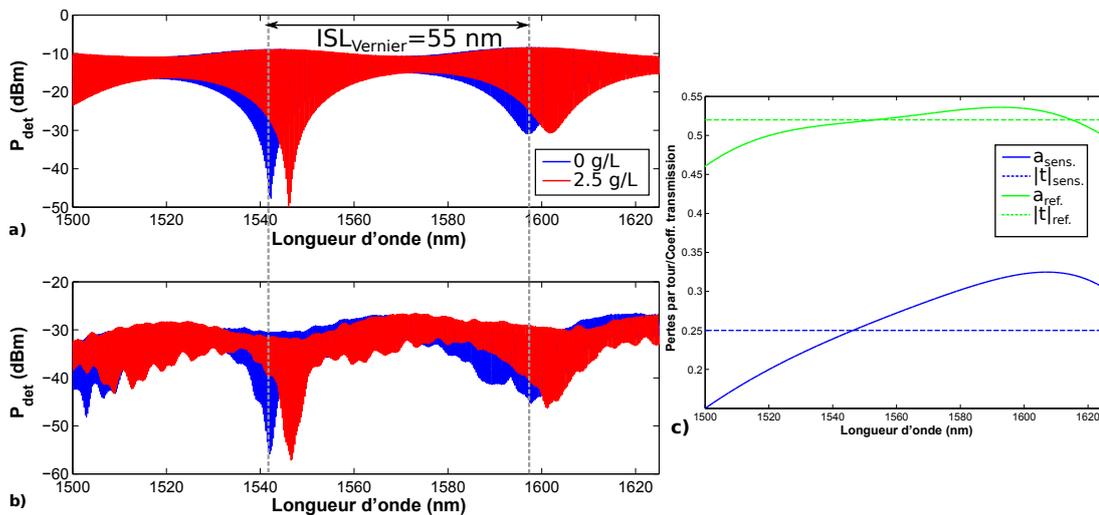


FIGURE 3.39 – a) Spectre de transmission théorique du transducteur à effet Vernier. b) Spectre de transmission expérimental du transducteur à effet Vernier. c) Pertes par tour et coefficients de transmission utilisés pour calculer le spectre de transmission théorique.

3.4.6.2 Résultats expérimentaux

Des solutions contenant différentes concentrations de glucose (de 0 à 7,5 g/L) sont déposées successivement sur le transducteur et la puissance en sortie du transducteur est acquise (Figure 3.40) ; une mesure de référence à l'eau désionisée est réalisée entre chaque solution.

3.4. CONCEPTION ET FABRICATION D'UN TRANSDUCTEUR À EFFET VERNIER EN POLYMÈRES

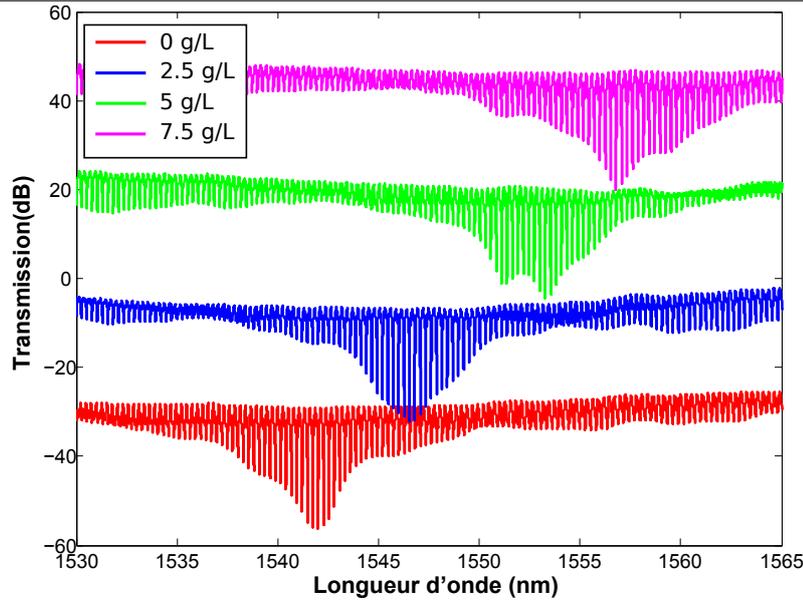


FIGURE 3.40 – Fonction de transfert expérimentale du transducteur à effet Vernier pour différentes concentrations d'eau glucosée. Les fonctions de transfert sont décalées en ordonnée de 25 dB pour faciliter la lecture.

Afin de mesurer précisément le décalage de l'enveloppe, celle-ci est extraite à l'aide d'un ajustement non linéaire par une fonction lorentzienne des maxima de l'enveloppe (Figure 3.41.a)) à l'aide de la méthode des moindres carrés (Figure 3.41.b)).

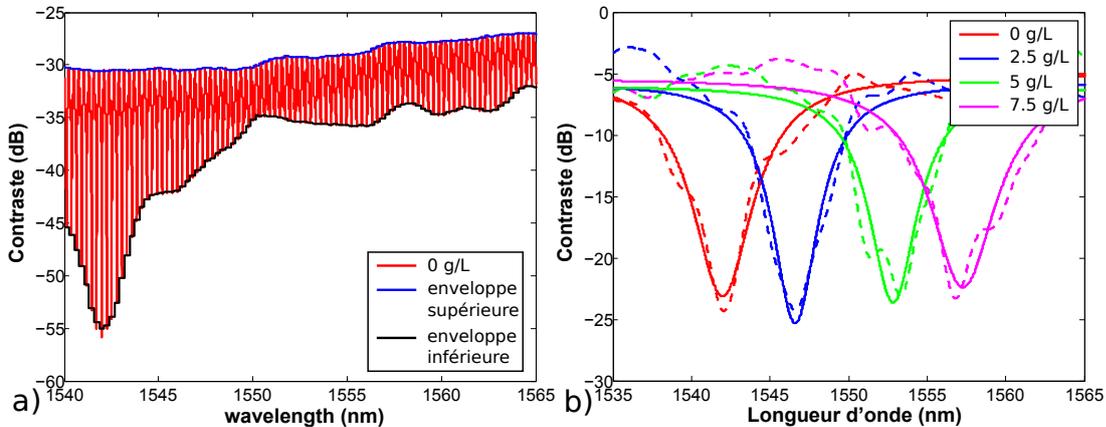


FIGURE 3.41 – a) Extraction des enveloppes supérieure et inférieure. b) Ajustement lorentzien de la différence des enveloppes.

La sensibilité peut alors être estimée (Figure 3.42) par la pente du décalage du minima de l'ajustement lorentzien (Figure 3.41.b)) à $S_{Vernier,exp} = 17558 \text{ nm/UIR}$ avec une incertitude relative de 5% sur la mesure résultant d'une incertitude thermique de $\Delta_{th} = 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($\Delta_\lambda = \Delta_{th} \cdot S_T = 1 \text{ nm}$ (voir partie 3.4.6.3)) et de l'incertitude sur la concentration de glucose dans les solutions $\Delta C_{glucose} = 0,25 \text{ g/L}$. L'erreur entre la sensibilité mesurée et la sensibilité théorique ($S_{Vernier,th} = 18200 \text{ nm/UIR}$) est de 3%. Le gain Vernier $G_{Vernier}$ est estimé à 152.

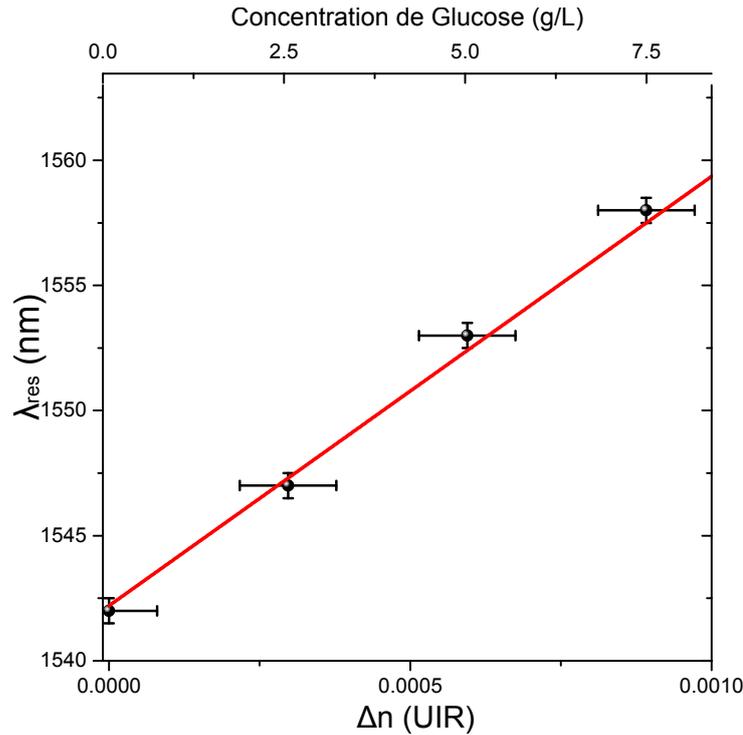


FIGURE 3.42 – Position du maxima de l’enveloppe du transducteur à effet Vernier en fonction de la concentration de la solution de glucose, la sensibilité du transducteur correspond à la pente de cette courbe.

3.4.6.3 Dépendance en température du transducteur à effet Vernier

La dépendance en température de l’enveloppe Vernier peut être évaluée en appliquant la dépendance de l’indice effectif en température pour le guide de référence (avec superstrat de PMATRIFE) et pour le guide sensible (superstrat avec solution de glucose) comme dans le cas d’un MR seul. Pour cela, l’évolution de l’indice effectif avec la température est calculée en utilisant les coefficients thermo-optiques du tableau 3.4.

La variation de la position de l’enveloppe avec la température est tracée en Figure 3.43. La sensibilité thermique du transducteur à effet Vernier est évaluée en prenant la pente de l’ajustement linéaire de la position de l’enveloppe de la réponse du transducteur à effet Vernier avec la température (Figure 3.43). La sensibilité thermique est de $S_{T,Vernier} = 0,5 \text{ nm/K}$ (proche de celle du MR seul $S_{T,MR} = 0.1 \text{ nm/K}$) et le rapport $K_{T,Vernier} = 2,8 \cdot 10^{-5} \text{ K/UIR}$ ($K_{T,MR} = 10^{-2} \text{ K/UIR}$) est amélioré d’un facteur 357. On peut donc conclure que les dérives thermiques auront une incidence beaucoup moins importante sur le transducteur à effet Vernier en polymères comparé à un transducteur à MR simple en polymères.

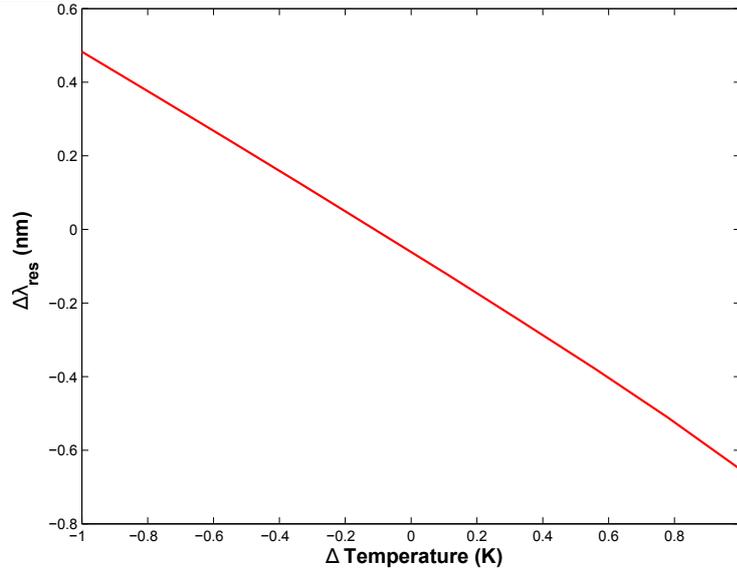


FIGURE 3.43 – Evolution de la position du maximum de l'enveloppe Vernier avec la variation de température ΔT .

3.4.6.4 Limite de détection du transducteur à effet Vernier

La limite de détection (LD) du transducteur à effet Vernier par lecture du maximum de l'enveloppe est limitée par l'effet de modulation de l'enveloppe du signal. Elle est donnée par [2] :

$$LD_{Vernier} = \frac{ISL_{ref}}{S_{Vernier}} \quad (3.26)$$

Suivant cette définition, la limite de détection du transducteur à effet Vernier en polymères peut être calculée à l'aide de la sensibilité expérimentale $S_{Vernier,exp}$ mesurée et de l'ISL du MR de référence $ISL_{ref} = 0,19 \text{ nm}$; $LD_{Vernier}$ est alors de $1,1 \cdot 10^{-5} UIR$. Afin d'optimiser la LD, un traitement du signal peut être réalisé afin de lisser l'enveloppe de transmission du transducteur à effet Vernier. Dans ce cas, la méthode de Monte Carlo développée dans le Chapitre 2 peut être utilisée afin d'évaluer l'incertitude de mesure sur la position de l'enveloppe et d'optimiser le traitement du signal.

3.4.6.5 Estimation et optimisation de la limite de détection par le traitement du signal et la méthode de Monte Carlo

Afin d'optimiser la LD, il faut estimer les incertitudes en fonction des paramètres du montage et du traitement du signal utilisé. La LD peut alors être optimisée en modifiant le traitement du signal ou le montage expérimental. Dans le cas du signal d'un transducteur à effet Vernier, on s'intéresse au décalage de l'enveloppe des résonances dont la largeur caractéristique est supérieure à celles des résonances.

Pour extraire le maximum de l'enveloppe, deux techniques de traitement du signal peuvent être facilement envisagées : l'identification directe de l'extrema de l'enveloppe est généralement utilisée du fait de sa simplicité [2], cependant, nous proposons dans cette partie d'appliquer un filtre passe-bas afin d'extraire l'extrema de l'enveloppe. On peut observer l'effet de ces deux filtres en observant le décalage de l'extrema avec la concentration en Figure 3.44. La détection simple de l'extrema entraîne une détection digitalisée (qui

correspond à la définition de la LD donnée par la relation 3.26), l'utilisation d'un filtre passe-bas permet de détecter le décalage de l'enveloppe de manière continue entraînant une amélioration de la précision de la mesure.

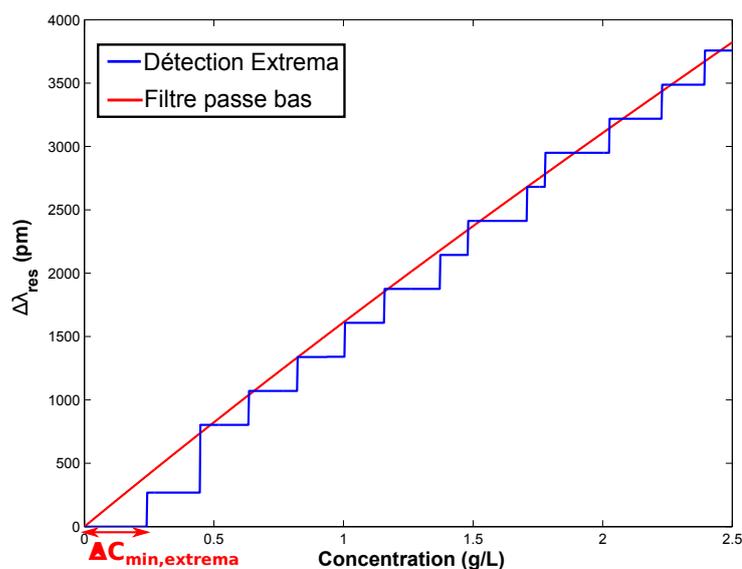


FIGURE 3.44 – Effet du traitement du signal sur la réponse du transducteur à effet Vernier en fonction de la concentration en glucose avec 2 méthodes de traitement (Détection d'extrema et filtre passe bas).

L'amélioration de σ_{tot} et donc de la LD par l'utilisation d'un filtre passe-bas peut être caractérisée à l'aide de la méthode de Monte-Carlo développée dans le cas d'un MR simple dans le chapitre 2. En effet, comme dans le cas d'un MR simple, la différence σ_{essai} entre la position de l'extrema de l'enveloppe du transducteur à effet Vernier non-bruitée et la position en présence de bruit peut être simulée sur plusieurs essais (Figure 3.45) puis l'incertitude totale peut être estimée en moyennant les essais.

3.4. CONCEPTION ET FABRICATION D'UN TRANSDUCTEUR À EFFET VERNIER EN POLYMÈRES

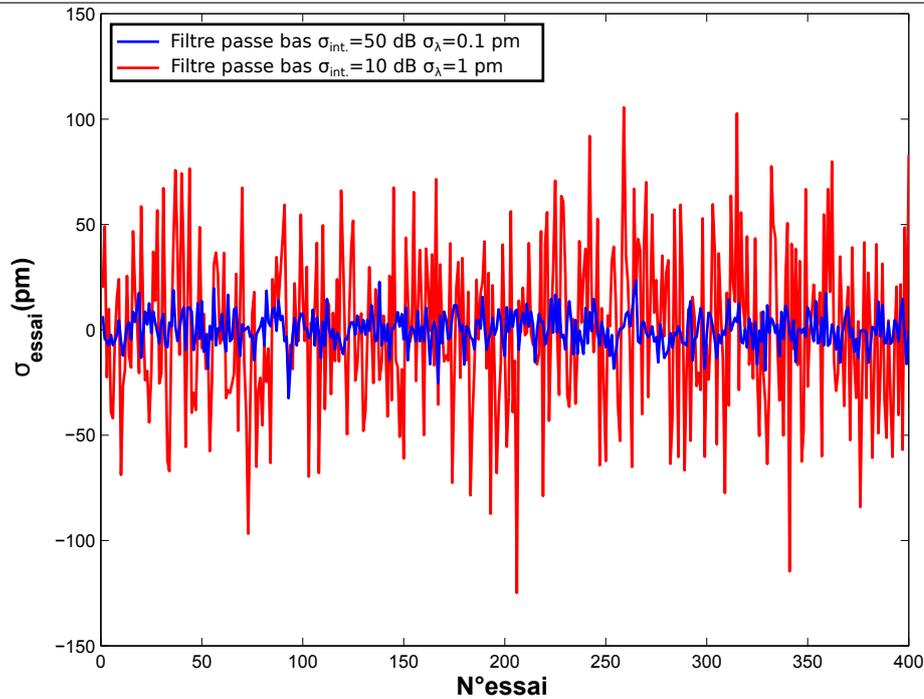


FIGURE 3.45 – Effet de l'évolution du SNR et du bruit de fréquence sur l'incertitude de la position de l'enveloppe.

Les performances du transducteur à MR simple en polymères et du transducteur à effet Vernier sont résumées dans le Tableau 3.5 en fonction du traitement du signal et des différentes contributions des bruits (les dérives thermiques sont négligées). Globalement, on observe une meilleure LD du transducteur à effet Vernier comparé au MR simple. Cependant, l'augmentation de la sensibilité du transducteur à effet Vernier est contrecarrée par l'augmentation de l'incertitude sur la détection liée à l'augmentation de la largeur de l'enveloppe.

Tableau 3.5 – Résumé des performances des transducteurs en polymères

Structure	Bruits	Traitement du signal	Sensibilité (nm/UIR)	incertitude (pm)	LD (UIR)
MR simple	$\sigma_{int.} = 10 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 1 \text{ pm}$	Extrema	115	2 pm	$1, 7 \cdot 10^{-5}$
MR simple	$\sigma_{int.} = 10 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 1 \text{ pm}$	Lissage local	115	1 pm	$8, 7 \cdot 10^{-6}$
MR simple	$\sigma_{int.} = 50 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 0.1 \text{ pm}$	Lissage local	115	0.1 pm	$8, 7 \cdot 10^{-7}$
Vernier	$\sigma_{int.} = 10 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 1 \text{ pm}$	Extrema	17558	200 pm	$1, 1 \cdot 10^{-5}$
Vernier	$\sigma_{int.} = 10 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 1 \text{ pm}$	passe-bas	17558	38 pm	$2, 1 \cdot 10^{-6}$
Vernier	$\sigma_{int.} = 50 \text{ dB}$ $\sigma_{\lambda} = 0.1 \text{ pm}$	passe-bas	17558	8 pm	$4, 6 \cdot 10^{-7}$

Les performances des transducteurs optiques intégrés à effet Vernier étudiées dans l'état de l'art sont résumées dans le tableau 3.6. Les performances obtenues dans ce travail sont également reportées en rouge. La plupart des transducteurs à effet Vernier ont été réalisés en SOI (silicium sur insolant) [1] [26] [27], le SOI facilite en effet la réalisation des structures complexes à effet Vernier étant donné la très bonne maîtrise du matériau

et les procédés de fabrication des guides associés. Les LDs comprises entre 10^{-6} et 10^{-7} pour tous les transducteurs de l'état de l'art ne sont pas détaillées dans le tableau car elles dépendent du banc de caractérisation et de la définition de la LD utilisée.

Le gain entre un transducteur seul et le transducteur à effet Vernier est présenté dans la dernière colonne du tableau 3.6. La valeur élevée de $G_{Vernier}$ de 152 obtenue pour le transducteur à effet Vernier en polymère réalisé dans cette thèse illustre l'efficacité de l'optimisation du design des transducteurs à effet Vernier présenté dans ce chapitre. De plus, l'utilisation originale des matériaux polymères et la prise en compte des caractéristiques de propagation des guides et des incertitudes de fabrication pour le design du transducteur à effet Vernier pourra permettre d'optimiser le design des transducteurs réalisés avec des matériaux plus courant comme le SOI ou le SiN.

Tableau 3.6 – Comparaison des performances du transducteur à l'état de l'art

Ref.	Structure	Mat.	Sensibilité Vernier (nm/UIR)	Sensibilité MR seul (nm/UIR)	$G_{Vernier}$
Ce travail (2017)	MRs dans MZ	polymères	17558	115	152
[27] (2013)	MRs cascades	SOI	24300	165	147
[4] (2013)	MRs cascades	SiN	6317	158	40
[26] (2017)	MRs cascades	SOI	5866	260	22
[1] (2014)	MR+MZ	SOI	21500	980	21

3.5 Perspectives pour les transducteurs à effet Vernier en polymères

— **Augmentation de la sensibilité**

Afin d'augmenter la sensibilité d'un transducteur à effet Vernier, plusieurs pistes d'améliorations peuvent être envisagées. L'intervalle spectral de mesure peut être augmenté en utilisant une source accordable très large bande (450 nm) [28]. La zone rayée correspondant à la condition $ISL_{Vernier} < 100$ nm est donc réduite à la zone rouge correspondant à la condition $ISL_{Vernier} < 500$ nm sur la Figure 3.46.

La condition $ISL_{Vernier} < 500$ nm permet alors d'augmenter la sensibilité en se rapprochant de la droite de sensibilité élevée présentée en équation 3.22. La période de l'enveloppe du transducteur à effet Vernier peut être augmentée, par exemple en prenant $FWHM_{Vernier} > \Delta\lambda_{sourcewidth}$, *i.e.*, en entrant dans la zone rayée (flèche rouge sur la Figure 3.46).

La réduction des pertes du guide dans l'eau permet aussi d'allonger la longueur des MRs (flèche verte sur la Figure 3.46).

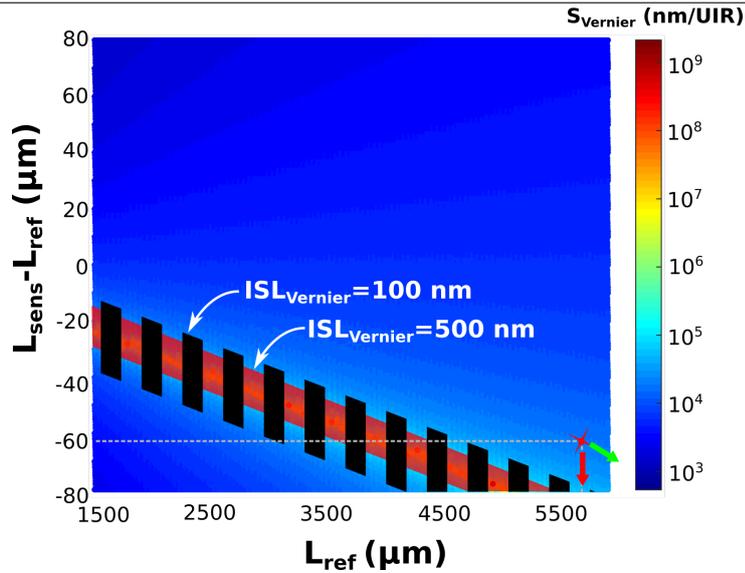


FIGURE 3.46 – Augmentation de la sensibilité du transducteur à effet Vernier.

— **Gestion des incertitudes de mesures**

La principale source d'incertitudes de mesure à diminuer reste les dérives thermiques, avant de pouvoir s'intéresser réellement aux bruits d'intensité et de fréquence du montage. Elles peuvent être gérées de manière similaire aux dérives d'un MR seul. Par ailleurs, on peut utiliser le MR de référence comme référence thermique (Figure 3.47). Dans ce cas on corrigera le décalage Vernier par le décalage du MR de référence :

$$\lambda_{res,Vernier}(t) = \lambda_{res,Vernier}(T_0) + \frac{\partial \lambda_{res,Vernier}}{\partial T} \Big|_{T_0} \frac{\lambda_{res,ref}(t) - \lambda_{res,ref}(T_0)}{\frac{\partial \lambda_{res,ref}}{\partial T} \Big|_{T_0}} \quad (3.27)$$

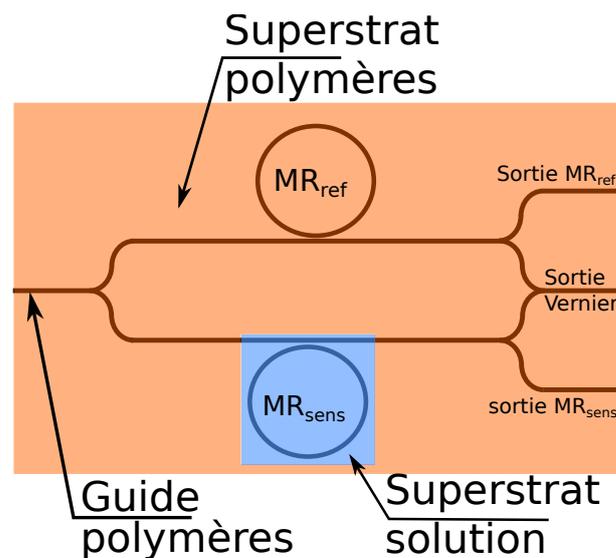


FIGURE 3.47 – Contrôle thermique à l'aide du MR de référence.

3.6 Conclusion

Un transducteur optique à effet Vernier en polymères et en configuration "MZ-pass" pour la biodétection a été réalisé pour la première fois dans ce travail. Pour cela, des guides intégrés en polymères à base de matériaux SU8 et PMATRIFE ont été réalisés et caractérisés en termes de pertes et d'indice de groupe en fonction de la longueur d'onde. L'optimisation des performances du transducteur a pu être réalisée en tenant compte des performances optiques des guides en polymères et des performances du banc optique de caractérisation étudiées préalablement. L'optimisation des paramètres géométriques caractéristiques d'un transducteur à effet Vernier a ensuite été proposée.

La caractérisation du transducteur à effet Vernier à l'aide de solutions de glucose donne une sensibilité expérimentale de 17500 nm/UIR proche de la sensibilité calculée théoriquement. Le gain en sensibilité $G_{Vernier}$ de cette structure par rapport à un MR seul en polymères est de 152. Le fort $G_{Vernier}$ comparé à l'état de l'art (tableau 3.6) illustre la performance de l'optimisation du design des transducteurs à effet Vernier proposé dans ce chapitre.

Enfin, l'évaluation de la LD du transducteur à effet Vernier a été réalisée théoriquement en réutilisant les outils de simulation par la méthode de Monte Carlo développée en Chapitre 2 ; une méthode de traitement du signal simple par filtrage passe-bas a été proposée afin d'abaisser la LD des transducteurs à effet Vernier comparée à l'expression analytique de la LD proposée dans la littérature [2].

Par la suite, l'optimisation du design des transducteurs à effet Vernier développée dans ce chapitre pourra être réutilisée afin d'augmenter la sensibilité des transducteurs à effet Vernier. En particulier, ce protocole permet de développer des transducteurs à effet Vernier avec des guides en matériaux différents. Par exemple, dans le Chapitre 4, des transducteurs à effet Vernier en détection surfacique en matériaux hybrides (polymères et silicium poreux) sont proposés.

Bibliographie

- [1] X.Jiang, Y.Chend, F.Yu, L.Tang, M.Li, and JJ.He, "High-sensitivity optical biosensor based on cascaded mach-zehnder interferometer and ring resonator using vernier effect.," *Optics Letters*, vol. 39, no. 22, pp. 6363–6366, 2014.
- [2] M. L. Notte, B. Troia, T. Muciaccia, C. E. Campanelle, and F. D. L. V. M. Passaro, "Recent advances in gas and chemical detection by vernier effect-based photonic sensors," *Sensors*, vol. 14, no. 3, pp. 4831–4855, 2014.
- [3] T.Claes, W.Bogaerts, and P.Bienstman, "Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the vernier-effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit," *Optics Express*, vol. 18, no. 22, p. 2274722761, 2010.
- [4] V.Zamora, P. Lutzow, M. "Weiland", and D. Pergande, "A highly sensitive refractometric sensor based on cascaded sin microring resonators," *Sensors*, vol. 13, no. 11, p. 1460114610, 2013.

-
- [5] H. Yi, D. Citrin, Y. Chen, and Z. Zhou, “Dualmicroring-resonator interference sensor,” *Applied Physics Letters*, vol. 95, no. 191112, 2009.
- [6] B. Troia, A. Z. Khokhar, M. Nedeljkovic, S. A. Reynolds, Y. Hu, G. Z. Mashanovich, and V. M. N. Passaro, “Design procedure and fabrication of reproducible silicon vernier devices for high-performance refractive index sensing,” *Sensors*, vol. 15, no. 6, pp. 13548–13567, 2015.
- [7] M. Notte and V. Passaro, “Ultra high sensitivity chemical photonic sensing by machzehnder interferometer enhanced vernier-effect,” *Sensors and Actuators B Chemical*, vol. 176, pp. 994–1007, 2013.
- [8] X. Jiang, Y. Chen, F. Yu, L. Tang, M. Li, and J. He, “High-sensitivity optical biosensor based on cascaded machzehnder interferometer and ring resonator using vernier effect,” *Optics Letters*, vol. 39, no. 22, pp. 6363–6366, 2014.
- [9] J. Hu and D. Dai, “Cascaded-ring optical sensor with enhanced sensitivity by using suspended si-nanowires,” *IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS*, vol. 23, no. 13, pp. 842–844, 2011.
- [10] K. Leosson and B. Agnarsson, “Integrated biophotonics with cytop,” *Micromachines*, vol. 3, pp. 114–125, 2012.
- [11] D. Cai, A. Neyer, R. Kuckuk, and H. Heise, “Optical absorption in transparent pdms materials applied for multimode waveguides fabrication,” *Optical materials*, vol. 30, pp. 1157–1161, 2008.
- [12] D. Bosc, A. Maalouf, K. Messaad, H. Mahnd L. Bodiou, “Advanced analysis of optical loss factors in polymers for integrated optics circuits,” *Optical Materials*, vol. 35, pp. 1207–1212, 2013.
- [13] A. Maalouf, M. Gadonna, D. Bosc, and I. Hardy, “Integrated polymers (pvci/pmatrife) microring resonators for low power tunable filters,” *Optics Communications*, vol. 285, no. 10, pp. 4088–4091, 2012.
- [14] S. K. Martham, K. K. Nan, and M. M. Shahimin, “Refractive index modification of su8 polymer based waveguide via fabrication parameters,” *IEEE Student Conference on Research and Development*, pp. 1–5, 2014.
- [15] A. A. Tseng, K. Chen, C. D. Chen, and K. J. Ma, “Electron beam lithography in nanoscale fabrication : Recent development,” *IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRONICS PACKAGING MANUFACTURING*, vol. 26, no. 2, pp. 141–149, 2003.
- [16] süss, “<https://www.suss.com/en/products-solutions/mask-aligner/mjb4>,” mai 2018.
- [17] A. Maalouf, *Contribution l’étude des procéd de réalisation de circuits intégrés optiques en matériaux polymères*. PhD thesis, Institut FOTON, 2007.
- [18] P. Girault, *Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs*. PhD thesis, Institut FOTON, 2016.
- [19] M. Artiglia, G. C. P. D. Vita, M. Potenza, and A. Sharma, “Mode field diameter measurements in single-mode optical fibers,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 7, no. 8, pp. 1139–1152, 1989.
- [20] L. Yin, “Study of nonlinear optical effects in silicon waveguides,” Master’s thesis, University of Rochester, NY, 2009.
-

- [21] M. Daimon and A. Masumura, “Measurement of the refractive index of distilled water from the near-infrared region to the ultraviolet region,” *Applied Optics*, vol. 46, no. 18, 2007.
- [22] C. Carre, K. Audo, J. Lemaitre, I. Hardy, D. Bosc, G. Vignaud, and I. Pillin, “Matériaux polymères pour la création de guides optiques,” *13 Colloque francophone du Club CMOI/SFO*, vol. 35, no. 15, 2013.
- [23] P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, J. Lemaitre, C. Carr. Gadonna, D. Bosc, and G. Vignaud, “Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing applications,” *Journal of Applied Physics*, vol. 117, no. 10, 2015.
- [24] D. I. Johnson and G. E. Town, “Refractive index and thermo-optic coefficient of composite polymers at 1.55 μm ,” *Proceedings of SPIE*, 2006.
- [25] B. H. Ong, X. Yuan, and S. C. Tjin, “Adjustable refractive index modulation for a waveguide with su-8 photoresist by dual-uv exposure lithography,” *Applied Optics*, vol. 45, no. 31, pp. 8036–8039, 2006.
- [26] Y.Liu, Y.Li, M.Li, and J-J.He, “High-sensitivity and wide-range optical sensor based on three cascaded ring resonators,” *Optics express*, vol. 25, no. 2, 2017.
- [27] X. Jiang, J. Ye, J. Zou, M. Li, and J.-J. He, “Cascaded silicon-on-insulator double-ring sensors operating in high-sensitivity transverse-magnetic mode,” *Optics Letters*, vol. 38, no. 8, 2013.
- [28] M. Sharonov, A. Bykov, V. Petricevic, and R. Alfano, “Continuous tunable laser operation in both the 1.31 and 1.55 μm telecommunication windows in liinsi/geo4 olivines doped with trivalent chromium,” *Optics Letters*, vol. 32, no. 24, 2007.

CHAPITRE 4

VERS LES CAPTEURS HYBRIDES À EFFET VERNIER

Sommaire

4.1	Le silicium poreux	186
4.1.1	Introduction sur le silicium poreux	186
4.1.2	Fabrication du silicium poreux par attaque électrochimique . .	187
4.1.3	Oxydation thermique du silicium poreux	189
4.1.4	Indice de réfraction du silicium poreux	189
4.2	Amélioration des performances des MRs en silicium poreux	195
4.2.1	Sélection de couples d'indices coeur/couche de confinement pour la détection	196
4.2.2	Sensibilité théorique des MRs en SiP	199
4.2.3	Détermination des pertes de propagation optiques des guides ridges en SiP	206
4.2.4	Estimation de la limite de détection d'un MR simple en SiP . .	215
4.3	Guides ridges hybrides polymères-silicium poreux	217
4.3.1	Design des guides hybrides polymères/SiP	217
4.3.2	Transducteur à effet Vernier hybride pour la détection surfacique	223
4.4	Fabrication des guides hybrides	225
4.4.1	Étapes de fabrication	226
4.4.2	Vers l'obtention de la condition de guidage dans les guides en polymères	231
4.5	Perspectives sur les transducteurs hybrides polymères-SiP .	232
4.5.1	Autres méthodes de fabrication des guides hybrides polymères / SiP	232
4.6	Conclusion sur les transducteurs hybrides polymères-SiP . .	232
	Bibliographie	233

Dans ce chapitre, le matériau silicium poreux (SiP) est utilisé pour la réalisation de MRs à base de guides d'onde ridges intégrés. Les caractéristiques optiques du SiP développé au laboratoire pour les applications biocapteur dans le proche infrarouge sont présentées. Puis, un modèle permettant d'évaluer les performances des MRs à base de guides ridges en SiP est développé. Pour cela, un modèle de calcul des pertes de propagation optique dans les guides ridges SiP est réalisé, puis le calcul de la sensibilité de MRs fabriqués avec ce matériau est réalisé. La limite de détection tenant compte des pertes de propagation et de la sensibilité est également calculée et sert de facteur de mérite afin d'évaluer les performances des MRs à base de guides ridges en SiP en fonction de leur dimensions et des paramètres de fabrication.

Malgré l'intérêt évident du SiP pour la transduction, les guides en SiP sont connus pour présenter des pertes de propagation optique importantes, ce qui limite leur utilisation pour la fabrication de systèmes de MRs comme les transducteurs à effet Vernier. C'est pourquoi, des structures hybrides à base de matériaux polymères et de SiP ont été envisagées. La conception de ces structures hybrides afin de réaliser des MRs cascades hybrides est expliquée. Ensuite, la simulation de transducteurs à effet Vernier hybrides pour la détection surfacique de la BSA est présentée. Enfin, le procédé de fabrication des guides hybrides polymères/SiP est mis en œuvre. Les problématiques restantes pour la réalisation de guides hybrides fonctionnels sont détaillées et des pistes d'optimisation de fabrication sont envisagées comme perspectives.

4.1 Le silicium poreux

4.1.1 Introduction sur le silicium poreux

Le silicium poreux (SiP) a été découvert par A.Uhlir en 1956 [1]. Il a suscité un intérêt important dans les années 1990 pour ses propriétés de photoluminescence dans le visible [2]. Aujourd'hui, le SiP est particulièrement utilisé pour des applications dans le domaine de la biologie. En effet, sa grande surface spécifique et sa biocompatibilité favorisent le greffage d'espèces biologiques spécifiques par fonctionnalisation. De plus, la possibilité de modifier facilement l'indice de réfraction des couches de SiP pendant sa fabrication permet de réaliser des structures optiques. Le SiP est donc un matériau intéressant pour la biodétection, car ses propriétés optiques et biologiques présentent des avantages intéressants comparées aux matériaux massifs.

Deux des principales caractéristiques du SiP sont la taille et la morphologie de ses pores [3]. Le SiP est classé en trois catégories en fonction de la taille typique de ses pores : nanoporeux pour des pores de diamètre inférieurs à 10 nm, mésoporeux pour des pores de diamètres compris entre 10 et 50 nm et macroporeux pour des pores de taille supérieure à 50 nm. La morphologie et l'orientation des pores du SiP est variée, elle dépend du substrat de silicium utilisé (orientation et dopage) ainsi que des conditions de fabrication du SiP. Dans ce travail, le SiP fabriqué est de type mésoporeux avec un diamètre caractéristique de pores de 25 nm, une orientation des pores perpendiculaire à la surface et un positionnement aléatoire [4].

Du point de vue de la propagation du champ EM dans le domaine du proche infrarouge dans le SiP fabriqué dans ce travail, le matériau est considéré comme un milieu composite biréfringent (partie 4.1.4.3), dont l'inhomogénéité structurelle agit sur l'indice de

réfraction du matériau (développé en partie 4.1.4) et les pertes de propagation optique (développées en partie 4.2.3). Cependant, la taille de ces pores est suffisante pour permettre la diffusion des biomarqueurs de types protéines présentés dans le Chapitre 1. On peut noter que certains types de SiP macroporeux présentent des pores colonnaires ordonnés qui permettent la fabrication de cristaux photoniques [3].

La fabrication du SiP est détaillée en partie 4.1.2. Elle est réalisée par attaque électrochimique dans une solution d'acide fluorhydrique sur un substrat de silicium dopé. Le SiP peut ensuite être oxydé thermiquement ou chimiquement afin de modifier ses propriétés physiques. L'indice de réfraction du SiP varie entre l'indice du silicium massif dopé et l'indice de l'air ; il dépend des fractions volumiques de silicium, d'air et de silice en cas d'oxydation. Des méthodes analytiques, comme la méthode de Bruggeman détaillée en partie 4.1.4, permettent de calculer l'indice de réfraction d'une couche de SiP en fonction des fractions volumiques des matériaux le constituant. L'indice de réfraction du SiP peut être contrôlé par les différents paramètres de l'attaque électrochimique (densité de courant, temps d'anodisation, composition de la solution d'attaque, température,...), ainsi que par le taux d'oxydation et le type de dopage du substrat de silicium. Ces relations sont détaillées en partie 4.1.4.2.

4.1.2 Fabrication du silicium poreux par attaque électrochimique

La réaction électrochimique d'attaque du silicium dans une solution d'acide fluorhydrique (HF) est présentée en Figure 4.1 [5]. L'attaque électrochimique pour la formation du SiP dans une solution de HF peut se résumer en trois étapes : les ions fluorures remplacent d'abord les atomes d'hydrogène au niveau d'un défaut qui forme une zone de charge d'espace au bout de laquelle la réaction est facilitée par l'arrivée des porteurs de charge (Figure 4.1.a) ; du gaz dihydrogène est ensuite émis (Figure 4.1.b)), un atome de Si est arraché et forme une molécule de fluorosilicates dont la concentration augmente avec le temps d'anodisation électrochimique (Figure 4.1.c)). Pour que les pores se forment, il est nécessaire que la réaction soit catalysée au niveau de défauts au départ de la réaction puis au fond de ces défauts pour former les pores.

Plusieurs modèles ont été développés afin d'expliquer l'anisotropie de la réaction présentée en Figure 4.1. Ils sont basés sur la formation de zones de charge d'espace qui facilitent la réaction au fond des pores (présenté en Figure 4.2) [6].

L'apparition de pores dans le SiP nécessite certaines conditions spécifiques en fonction notamment du type de substrat de silicium utilisé. Par exemple, la densité de courant appliquée permet de contrôler la porosité du SiP formé. Au delà d'une certaine densité de courant, le substrat de silicium est gravé de manière homogène sans former de pores, ce régime s'appelle l'électropolissage. La fabrication du SiP est donc réalisée en dessous de ce régime.

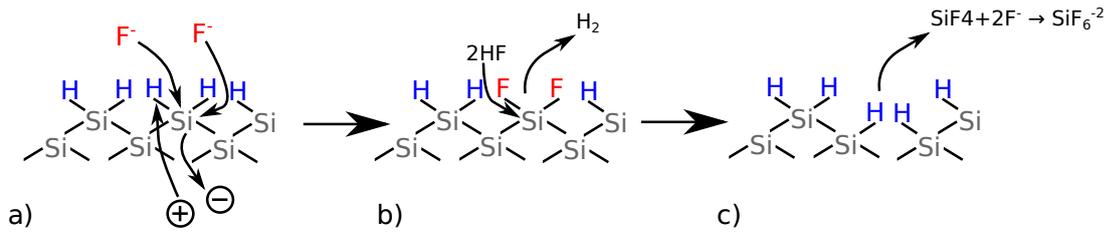


FIGURE 4.1 – Les différentes étapes de réaction chimique de fabrication du SiP : a) Remplacement des ions hydrogènes par les ions fluorures .b) Émission du gaz dihydrogène .c) Arrachement d'un atome de Si et émission de fluorosilicate

Dans cette thèse, le SiP est réalisé à l'aide d'une attaque électrochimique d'un substrat de silicium (100) dopé p+ (de résistivité $5 \text{ m}\Omega.\text{cm}$) par une solution d'acide fluorhydrique diluée dans de l'éthanol et de l'eau avec les ratios volumiques respectifs (2 :2 :1). La cathode fabriquée en platine est mise en rotation lors de l'attaque électrochimique afin de faciliter le renouvellement de la solution à proximité du substrat au cours de l'attaque. Le substrat de silicium est positionné sur une électrode en aluminium ; une goutte de solution de nitrate d'argent est déposée sur l'électrode en aluminium avant la mise en place du substrat de silicium et assure la bonne conductivité entre le substrat de silicium et l'électrode. La cellule électrochimique en PVC (polychlorure de vinyle) (matériau résistant à l'acide fluorhydrique) et l'agencement du montage sont illustrés en Figure 4.2.a). Le SiP se propage à partir de la surface du substrat vers l'intérieur (Figure 4.2.b)) et il est possible de former des couches de SiP de différentes porosités en appliquant successivement différentes densités de courant (méthode détaillée en partie 4.1.4.2), par exemple afin de former des guides d'onde optiques (Figure 4.2.c)).

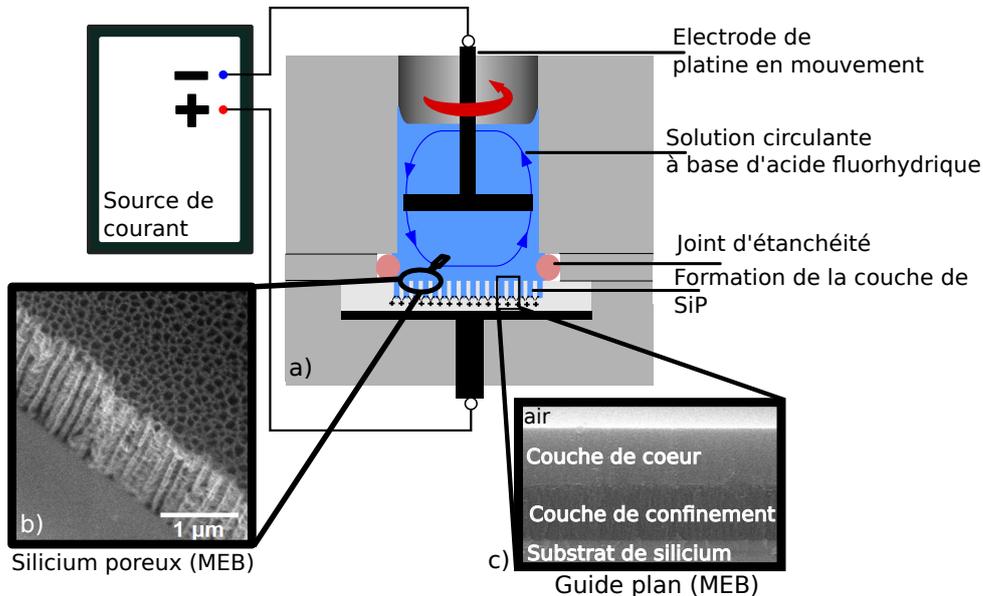


FIGURE 4.2 – Schéma de la cellule de l'attaque électrochimique pour la fabrication du SiP a) cellule électrochimique, b) couche poreuse se formant, c) formation de plusieurs couches de porosités différentes pour la fabrication de guides d'onde en SiP

4.1.3 Oxydation thermique du silicium poreux

L'oxydation thermique du SiP est nécessaire pour stabiliser la structure dans le temps. De plus, elle permet d'enlever l'hydrophobicité initiale du SiP non oxydé, ce qui permet la pénétration de solutions aqueuses pour le greffage d'analytes dans la structure. L'oxydation thermique du SiP a été étudiée expérimentalement, un modèle empirique permettant d'estimer la vitesse d'oxydation du SiP pour une porosité fixée en fonction de la température a été proposé [7].

Pour réaliser l'oxydation, les échantillons de SiP sont placés dans un four de thermo-oxydation. L'oxydation s'effectue sous atmosphère ambiante par application de paliers successifs de température (Figure 4.3) : un premier palier de 300°C de durée une heure permet de pré-oxyder et stabiliser le SiP [8] puis la température est montée à la température T_{ox} qui est maintenue 5 minutes avant de redescendre à température ambiante.

La température T_{ox} influe sur la composition du silicium poreux en terme de fraction volumique de silicium non oxydé, de silice et d'air. Son influence sur l'indice de réfraction du SiP sera détaillée en partie 4.1.4. Tant qu'il reste une fraction volumique de silicium non nulle dans le SiP, l'oxydation est dite partielle, elle sera totale lorsque tout le silicium est transformé en silice. Dans ce cas, on parlera de silice poreuse.

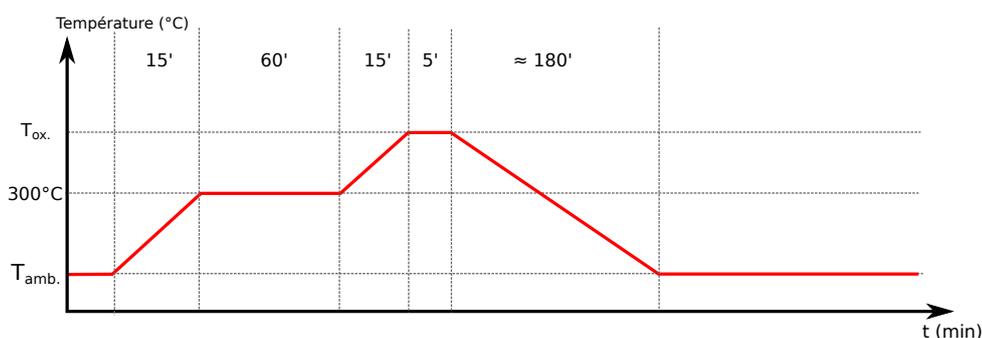


FIGURE 4.3 – Paliers de température d'oxydation pour l'oxydation partielle du SiP.

4.1.4 Indice de réfraction du silicium poreux

L'indice de réfraction du SiP peut être mesuré par spectroscopie ou ellipsométrie [9]. Le SiP après sa fabrication est constitué d'air, de silicium et de silice. Il est possible de remonter, par le calcul, aux fractions volumiques de chacun des matériaux en utilisant un modèle d'indice effectif approprié comme le modèle de Bruggeman détaillé ci-dessous afin de faire correspondre les indices de réfraction expérimental et théorique. Le modèle des milieux effectifs peut ensuite être adapté au cas où les pores sont remplis d'une solution ou recouverts de molécules servant à sa fonctionnalisation.

4.1.4.1 Le modèle de Bruggeman pour l'approximation des milieux effectifs désordonnés

La méthode de Bruggeman [10] est une méthode analytique qui permet de calculer l'indice de réfraction d'un matériau composite constitué de matériaux désordonnés présentant chacun une permittivité diélectrique différente. La compatibilité de ce modèle

pour le calcul de l'indice optique du SiP a été démontrée en comparant le calcul et l'expérience [11]. Dans le modèle de Bruggeman, l'indice de réfraction n d'une couche de matériau comportant N matériaux dépend de la fraction volumique f_i et de l'indice du matériau n_i de chaque matériau i par la relation :

$$\sum_{i=1}^N (f_i \frac{n_i^2 - n^2}{n_i^2 + 2n^2}) = 0 \quad (4.1)$$

Dans le cas du SiP non oxydé, l'équation générale 4.1 peut se réécrire :

$$f_{air_{init}} \frac{n_{air}^2 - n^2}{n_{air}^2 + 2n^2} + f_{Si_{init}} \frac{n_{Si}^2 - n^2}{n_{Si}^2 + 2n^2} = 0 \quad (4.2)$$

avec $f_{air_{init}}$ la fraction volumique d'air du SiP appelée aussi porosité initiale, $f_{Si_{init}}$ la fraction volumique de silicium, $n_{air} = 1$ l'indice de l'air et $n_{Si}(\lambda)$ l'indice du silicium massif dépendant de la longueur d'onde.

Dans le cas du SiP partiellement oxydé on a :

$$f_{air_{ox}} \frac{n_{air}^2 - n^2}{n_{air}^2 + 2n^2} + f_{Si_{ox}} \frac{n_{Si}^2 - n^2}{n_{Si}^2 + 2n^2} + f_{SiO_2} \frac{n_{SiO_2}^2 - n^2}{n_{SiO_2}^2 + 2n^2} = 0 \quad (4.3)$$

Avec $f_{air_{ox}}$, $f_{Si_{ox}}$ les fractions volumiques d'air et de silicium après oxydation, f_{SiO_2} la fraction volumique de silice.

Les fractions volumiques, prenant en compte le taux d'expansion volumique du silicium de 27% lors de son oxydation, avant et après oxydation suivent les relations [12] :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{Si_{ox}} = f_{Si_{init}} - t_{ox} f_{Si_{init}} \end{array} \right. \quad (4.4a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{air_{ox}} = f_{air_{init}} - 1, 27 \cdot t_{ox} f_{Si_{init}} \end{array} \right. \quad (4.4b)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{SiO_2} = 2, 27 \cdot t_{ox} f_{Si_{init}} \end{array} \right. \quad (4.4c)$$

Avec $t_{ox} = 1 - \frac{f_{Si_{ox}}}{f_{Si_{init}}}$ le taux d'oxydation.

4.1.4.2 Paramétrisation de l'indice de réfraction du silicium poreux

Une étude de matériau est nécessaire afin d'identifier la relation entre les paramètres jouant sur l'indice de réfraction du SiP au cours de sa fabrication (température lors de l'attaque électrochimique, densité de courant, concentration de la solution d'attaque), mais aussi le dopage initial du substrat de silicium, la température du traitement d'oxydation T_{ox} pour le SiP partiellement oxydé.

Bien que les relations générales entre les paramètres de fabrication et les caractéristiques du SiP soient connues [12], les caractéristiques spécifiques des cellules de l'attaque électrochimique fabriquées dans les différents laboratoires ne permettent pas d'obtenir une reproductibilité parfaite. En effet, la géométrie de la cellule influe sur l'attaque électrochimique (renouvellement de la solution, lignes de courant dépendant de la forme et de la position des électrodes, conditions spécifiques de température et de pression,...).

Pour la cellule électrochimique utilisée dans cette thèse, la caractérisation des monocouches de SiP (pour différentes valeurs de densités de courant et températures d'oxydation T_{ox}) a été réalisée précédemment durant la thèse de Pauline Girault par la méthode de réflectométrie (Visible + proche infrarouge) [8]. Ces mesures ont permis d'évaluer l'indice de réfraction de couches de SiP en fonction de la densité de courant appliquée durant l'attaque électrochimique par la réalisation d'un ajustement du modèle de Bruggeman. L'indice de réfraction a été estimé avec une précision de $\Delta n = 2.10^{-2}$.

Dans un premier temps, des modèles empiriques permettant d'évaluer la vitesse de formation du SiP en fonction de la densité de courant appliquée ainsi que l'indice de réfraction en fonction des densités de courant appliquées, pour différentes températures T_{ox} , ont été réalisés. Ensuite, l'évolution des fractions volumiques de silicium, silice et d'air avec les conditions de fabrication est résumée en Figure 4.6 et 4.7 sous la forme de diagrammes ternaires afin d'observer l'effet des paramètres de fabrication sur les couches de SiP.

La vitesse de gravure des couches de SiP a été étudiée en observant au Microscope Électronique à Balayage (MEB) l'épaisseur de monocouches de SiP réalisées avec des densités de courant comprises entre $J_{min} = 10$ et $J_{max} = 100 \text{ mA.cm}^{-2}$ [8]. Pour les densités de courant étudiées, la relation entre la vitesse de gravure du SiP et la densité de courant suit une loi affine (Figure 4.4) dont l'expression est :

$$v(\text{nm/s}) = (0,46.J(\text{mA/cm}^{-2}) + 7,89) \pm 0,24 \text{ nm/s} \quad (4.5)$$

Cette loi est utilisée pour calculer le temps nécessaire à l'obtention d'une couche de SiP durant l'attaque électrochimique.

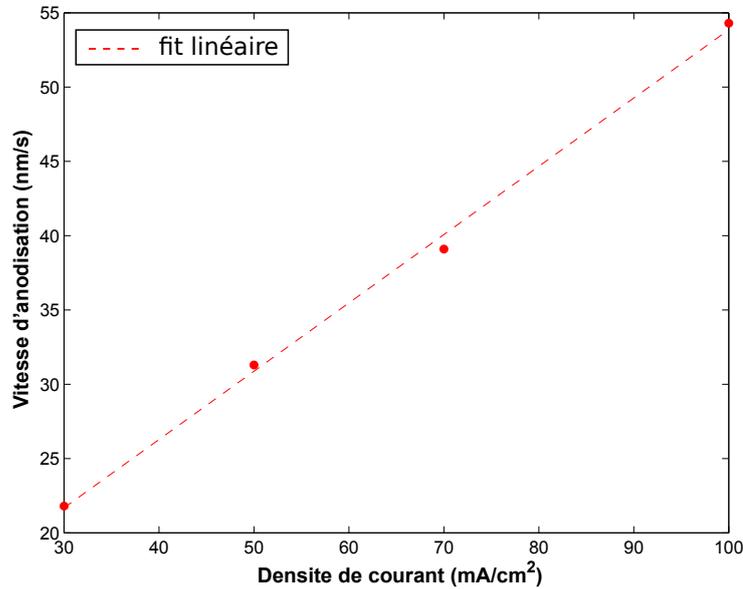


FIGURE 4.4 – Vitesse d'anodisation du SiP en fonction de la densité de courant.

Pour chaque température d'oxydation, une régression polynomiale du second ordre est effectuée sur les mesures expérimentales de l'indice du SiP obtenues lors de la thèse de P. Girault [8] (Figure 4.5) :

$$n_{SiP}(J) = J^2.A(T_{ox}) + J.B(T_{ox}) + C(T_{ox}) \quad (4.6)$$

Avec A,B et C les coefficients de la régression du second ordre. Ces coefficients sont présentés dans le tableau 4.1 pour des pores remplis d'air et dans le tableau 4.2 pour les pores remplis d'eau (afin d'évaluer l'indice du SiP en présence de solution pour son utilisation dans les transducteurs). Ils permettent d'évaluer l'indice de réfraction d'une couche de SiP pour une valeur de densité de courant quelconque sur l'intervalle d'étude avec une faible incertitude sur les résultats expérimentaux.

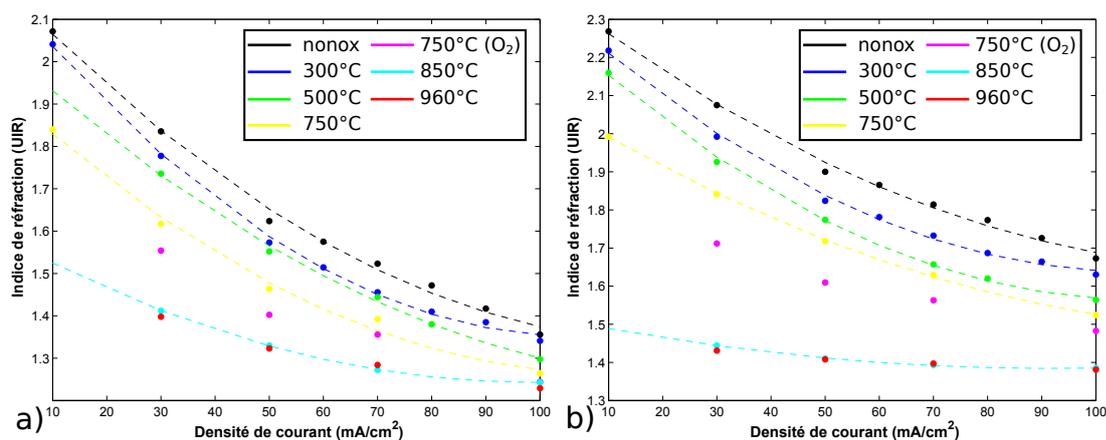


FIGURE 4.5 – Indice de réfraction du SiP pour différentes températures en fonction de la densité de courant : a) Mesuré à l'air. b) Extrapolé à l'eau.

Tableau 4.1 – Coefficients de la régression polynomiale d'ordre 2 pour la détermination de n_{SiP} avec des pores remplis d'air pour différentes T_{ox}

Température d'oxydation (T_{ox})	A (10^{-5} UIR/(mA.cm ⁻²) ²)	B (10^{-2} UIR/(mA.cm ⁻²))	C (UIR)	Ecart type (UIR)
non oxydé	5,3	-1,35	2,19	$2,5 \cdot 10^{-3}$
300 °C	7,31	-1,56	2,18	$1,7 \cdot 10^{-3}$
500 °C	4,29	-1,17	2,04	$8,2 \cdot 10^{-4}$
750 °C	5,22	-1,19	1,94	$2,0 \cdot 10^{-3}$
850 °C	3,53	-0,70	1,59	$8,3 \cdot 10^{-5}$

Tableau 4.2 – Coefficients de la régression polynomiale d’ordre 2 pour la détermination de n_{SiP} avec des pores remplis d’eau pour différentes T_{ox}

Température d’oxydation (T_{ox})	A ($10^{-5} UIR/(mA.cm^{-2})^2$)	B ($10^{-2} UIR/(mA.cm^{-2})$)	C (UIR)	Ecart type (UIR)
non oxydé	4,11	-1,09	2,37	$2,1.10^{-3}$
300 °C	5,99	-1,29	2,33	$1,7.10^{-3}$
500 °C	6,07	-1,32	2,28	$8,9.10^{-4}$
750 °C	3,15	-0,86	2,07	$3,4.10^{-4}$
850 °C	1,56	-0,29	1,52	$9,6.10^{-5}$

Par la suite, les couches de SiP sont donc fabriquées en choisissant la densité de courant entre 30 et 100 $mA.cm^{-2}$ et la durée d’anodisation pour une température T_{ox} donnée à l’aide des relations 4.5 et 4.6.

Pour la cellule et le SiP dopé p+ étudiés au laboratoire, les densités de courant appliquées pour l’électro-anodisation sont comprises entre 1 et 100 $mA.cm^{-2}$. Pour les conditions d’attaque comprises entre $J_{min}= 30$ et $J_{max}= 100 mA.cm^{-2}$, les monocouches de SiP présentent une porosité suffisante pour que les pores ne soient pas rebouchés après oxydation totale (ce qui est le cas pour les densités de courant située en dessous de la zone rayée Figure 4.6).

Sur cette figure, on peut observer que f_{SiO_2} augmente quand f_{air} augmente. De plus, la cinétique d’oxydation pour une température donnée est liée à l’oxydation finale pour une densité de courant donnée [7]. On retrouve la rupture de pente dans la cinétique d’oxydation présentée dans [7], entre une oxydation partielle dont la cinétique évolue lentement pour des températures (T_{ox}) comprises entre 300°C et 750°C et l’oxydation totale à 850°C. De plus, il est intéressant de noter que pour une densité de courant donnée, on retrouve les relations linéaires entre les différentes fractions volumiques présentées dans les équations 4.4a-4.4c.

Les densités de courant utiles pour la pénétration des analytes dans le SiP sont donc situées en dehors des zones grises correspondant d’une part au régime de faible courant dont la fraction volumique d’air est faible et qui se rebouchent après oxydation totale et au régime d’électropolissage d’autre part.

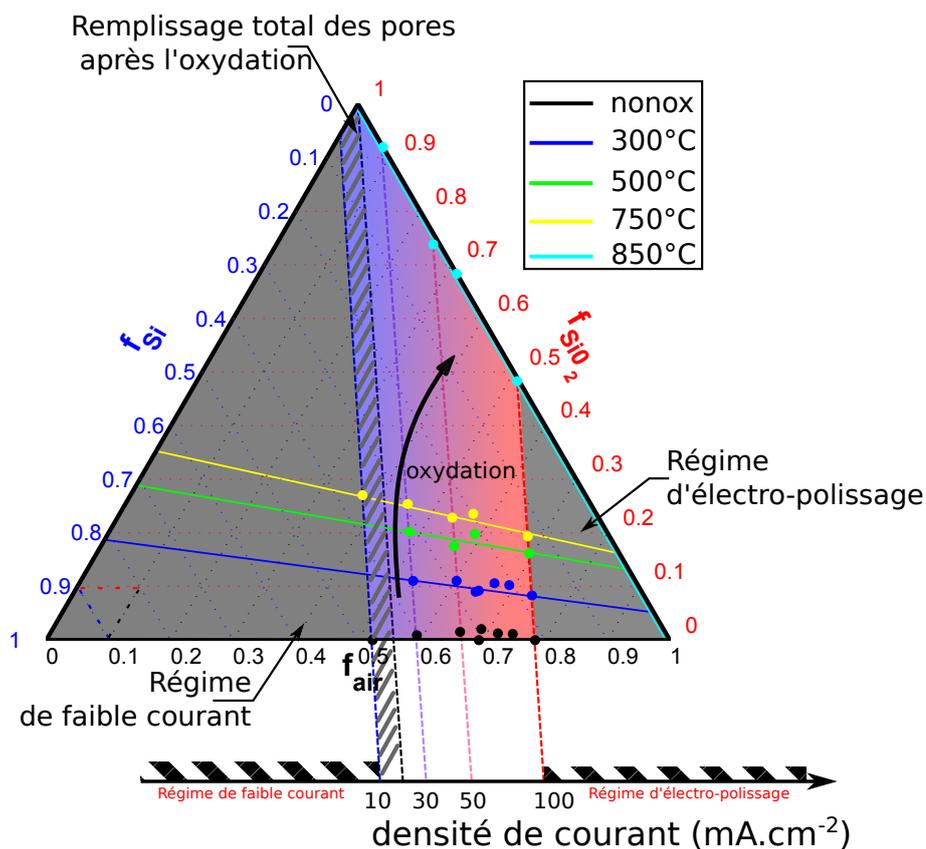


FIGURE 4.6 – Effet des conditions de fabrication du SiP sur les fractions volumiques finales de silicium, de silice et d'air.

En Figure 4.7, l'indice du SiP est extrapolé à partir des mesures expérimentales (points noirs sur la Figure 4.7) à l'intérieur de la plage de fractions volumiques atteintes en variant les conditions de fabrication (température d'oxydation et densité de courant) présentées en Figure 4.6 et détaillées précédemment.

La Figure 4.7, permet de choisir facilement les densités de courant et la température d'oxydation T_{ox} du SiP en fonction des fractions volumiques et de l'indice de réfraction du SiP souhaité pour l'application biocapteur.

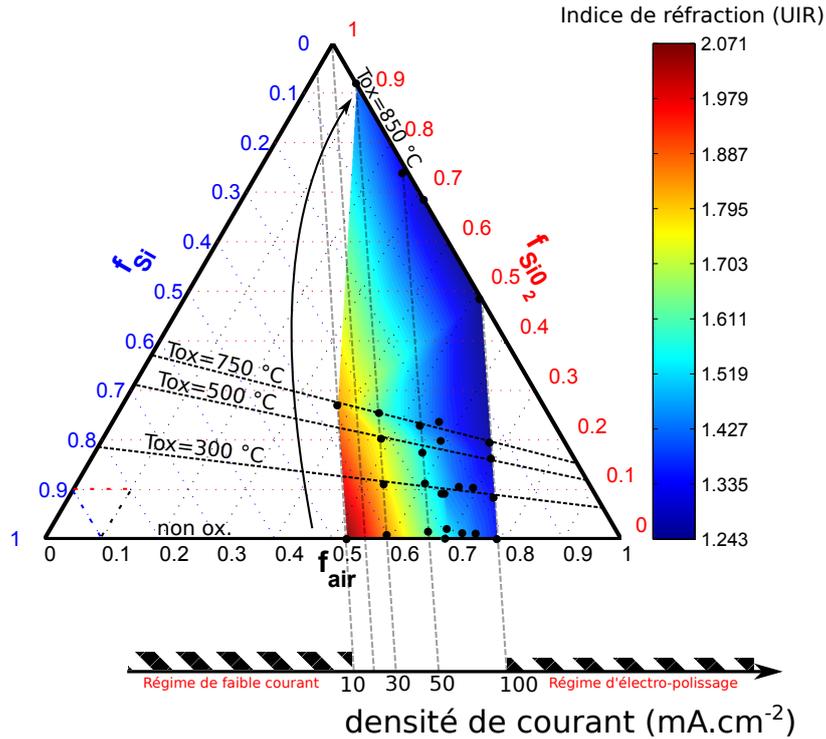


FIGURE 4.7 – Indice de réfraction du SiP @1550 nm en fonction des fractions volumiques de silicium, d'air et de silice.

4.1.4.3 Biréfringence du silicium poreux

Une revue des autres caractéristiques optiques du SiP a été réalisée. Parmi les propriétés spécifiques du silicium mésoporeux fabriqué dans cette thèse, on peut noter que le SiP mésoporeux présente une forte biréfringence. Dans le cas du SiP fabriqué sur un substrat Si (100), il présente les propriétés d'un cristal uniaxe positif suivant (100). Les guides d'onde sont fabriqués dans le plan perpendiculaire à l'axe (100). On peut donc s'attendre à un écart important entre l'indice effectif des modes TM dont le champ électrique est orienté parallèlement à l'axe (100) et l'indice effectif des modes TE dont le champ électrique est orienté perpendiculairement à l'axe (100). De plus, l'indice des couches de SiP présenté en partie 4.1.4.2 a été mesuré avec un champ EM dont la propagation est perpendiculaire au substrat de SiP. Les indices de SiP présentés en partie 4.1.4.2 sont donc valables seulement pour les modes TE.

4.2 Amélioration des performances des MRs en silicium poreux

Les guides ridges en SiP ont été fabriqués au laboratoire durant la thèse de Pauline Girault [8]. Le procédé de fabrication des guides en SiP est détaillé en partie 4.4.1. La structure générale d'un guide ridge en SiP est présentée en Figure 4.8. Le guide est composé de deux couches de SiP de porosités différentes (réalisées par l'application successive de deux densités de courant différentes lors de l'attaque électrochimique) afin d'assurer

le guidage. Les dimensions du guide sont choisies de manière à assurer une propagation monomodale.

La densité de champ EM est répartie entre le coeur, le superstrat et le substrat :

$$\Gamma_{coeur} + \Gamma_{sup.} + \Gamma_{sub.} = 1 \quad (4.7)$$

La position des différentes densités de champ EM est représentée en Figure 4.8.

Les guides ridges en SiP sont particulièrement intéressants pour les applications de détection. En effet, leur sensibilité (détaillée en partie 4.2.2) est élevée pour les couples coeur/couche de confinement optique de SiP (donnés en partie 4.2.1).

Afin d'optimiser la limite de détection (LD) de ces structures, il est nécessaire d'utiliser une relation simple entre la LD et les autres paramètres du transducteur et du système de détection. Pour cela, la définition de la LD développée dans [13] est utilisée. Les pertes de propagation des guides SiP, qui interviennent dans la détermination de la LD par l'intermédiaire du facteur de qualité, doivent être déterminées. Les pertes de propagation ont donc été modélisées en partie 4.2.3.1.

La connaissance de l'origine physique des pertes optiques dans les guides ridges SiP permet d'optimiser la fabrication des guides en SiP pour trouver le meilleur compromis entre pertes et la sensibilité afin d'optimiser la LD (détaillée en partie 4.2.4).

Nous allons voir que l'optimisation de la sensibilité, des pertes et de la LD nécessitent de bien appréhender la répartition du champ EM (présenté en Figure 4.8) dans le guide et son impact sur les différents critères de performances.

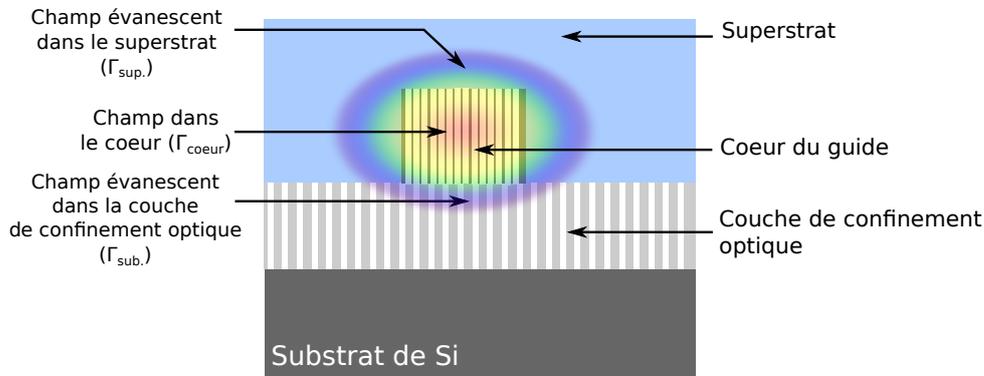


FIGURE 4.8 – Schéma d'un guide ridge en SiP et distribution du champ EM dans le guide.

4.2.1 Sélection de couples d'indices coeur/couche de confinement pour la détection

Afin de sélectionner la meilleure configuration de guide ridge en SiP en termes de couples d'indices (coeur/couche de confinement optique) et de géométrie, il est nécessaire d'évaluer l'évolution de la sensibilité en fonction de ces paramètres.

Pour commencer, l'évolution de la sensibilité avec la porosité des couches de coeur et de confinement optique a été étudiée. Pour cela, on commence par évaluer l'indice de réfraction avec la porosité initiale du SiP. En Figure 4.9, l'indice de réfraction des couches de SiP oxydées à 500 °C est reporté en fonction de f_{air} la porosité et de J la densité de courant

correspondante. L'oxydation à 500°C permet d'obtenir des couches de SiP partiellement oxydées stables dans le temps et dont le greffage des analytes est facilité par la couche d'oxyde qui passive la surface des pores. De plus, le faible degré d'oxydation de l'ordre de 20 à 30 % en fonction de la porosité (Figure 4.6) limite l'expansion volumique (qui réduit le volume des pores) ce qui augmente la quantité d'analytes présents dans les pores.

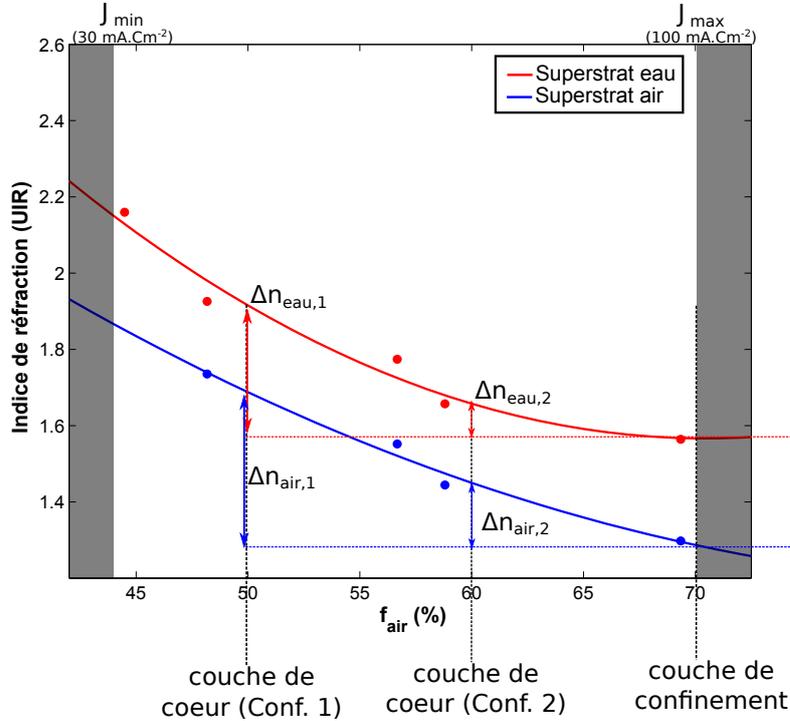


FIGURE 4.9 – Indice de réfraction du SiP oxydé à 500°C avec superstrat d'eau ou d'air en fonction de la porosité et des densités de courant correspondantes (les zones grisées correspondent à des densités de courant hors de l'étude)

Par la suite, deux couples de porosité (cœur / couche de confinement optique) sont choisis (Figure 4.9), les fractions volumiques et les indices de réfractifs de ces deux configurations sont résumés dans le tableau 4.3.

La porosité de la couche de confinement est choisie juste en dessous du seuil d'électropolissage (pour une densité de courant $J_{max} = 100 \text{ mA.cm}^{-2}$ définie en partie 4.1.4.2) en Figure.4.9 et est de $f_{air,sub} = 70\%$. La porosité de la couche de cœur est choisie de manière à ce que la différence entre l'indice de réfraction du cœur et de la couche de confinement soit suffisamment grande pour que les dimensions du guide soient réalisables technologiquement.

La porosité du cœur est fixée à $f_{air,coeur} = 50\%$ (que l'on appellera configuration 1 par la suite) et $f_{air,coeur} = 60\%$ (que l'on appellera configuration 2 par la suite), ce qui donne des valeurs de $\Delta n_{surf.,hom.}$ de $\simeq 0,5$ pour la configuration 1 et de $\simeq 0,15$ pour la configuration 2 permettant d'observer l'effet du contraste d'indice entre le cœur et la couche de confinement sur les dimensions du guide.

Tableau 4.3 – Caractéristiques des couches de SiP pour les configurations 1 et 2

	$f_{air,sub}$ (%)	$n_{sub,air}$ (UIR)	$n_{sub,eau}$ (UIR)	$f_{air,coeur}$ (%)	$n_{coeur,air}$ (UIR)	$n_{coeur,eau}$ (UIR)	$\Delta n_{surf.}$ (UIR)	$\Delta n_{hom.}$ (UIR)
Configuration 1	70	1,35	1,57	50	1,89	2,03	0,54	0,46
Configuration 2	70	1,35	1,57	60	1,51	1,70	0,16	0,13

4.2.1.1 Zones monomodes des couples d'indices coeur/confinement sélectionnés

Une fois que les indices de réfraction des couches de coeur et de confinement ont été sélectionnés, les dimensions des guides ridges permettant d'atteindre les zones monomodes sont identifiées. Ces dimensions apparaissent en Figure 4.10 pour un superstrat d'eau et Figure 4.11 pour un superstrat d'air. L'identification de ces zones monomodes est réalisée en calculant l'indice effectif des modes par la méthode FDM [14]. On observe que les dimensions de la configuration 1 sont plus faibles que celles de la configuration 2 ; ceci est lié au plus fort contraste d'indice coeur/confinement de la configuration 1. Par la suite, la sensibilité, les pertes et la limite de détection des guides SiP sont calculées dans les zones monomodes.

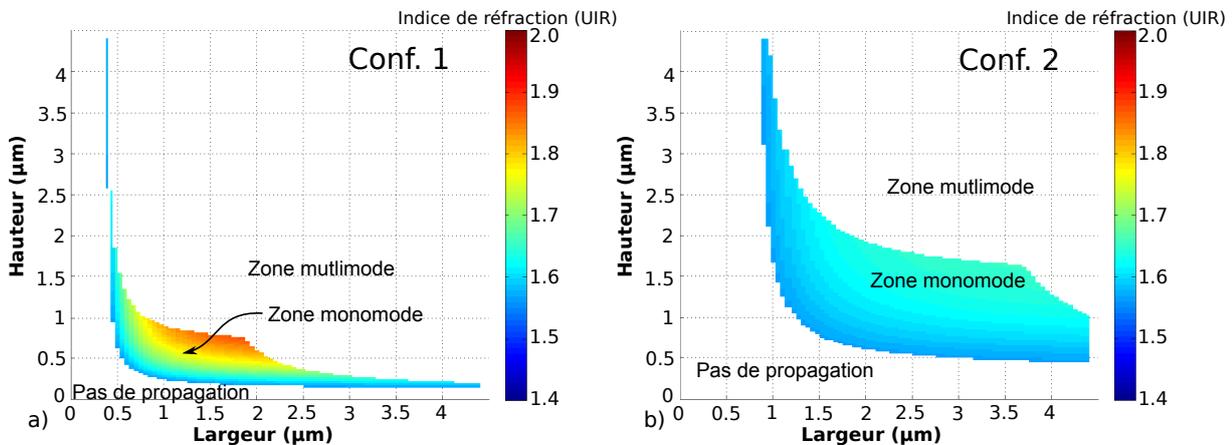


FIGURE 4.10 – Zone monomode TE_{00} pour les guides SiP dans l'eau a) pour la configuration 1 ,b) pour la configuration 2.

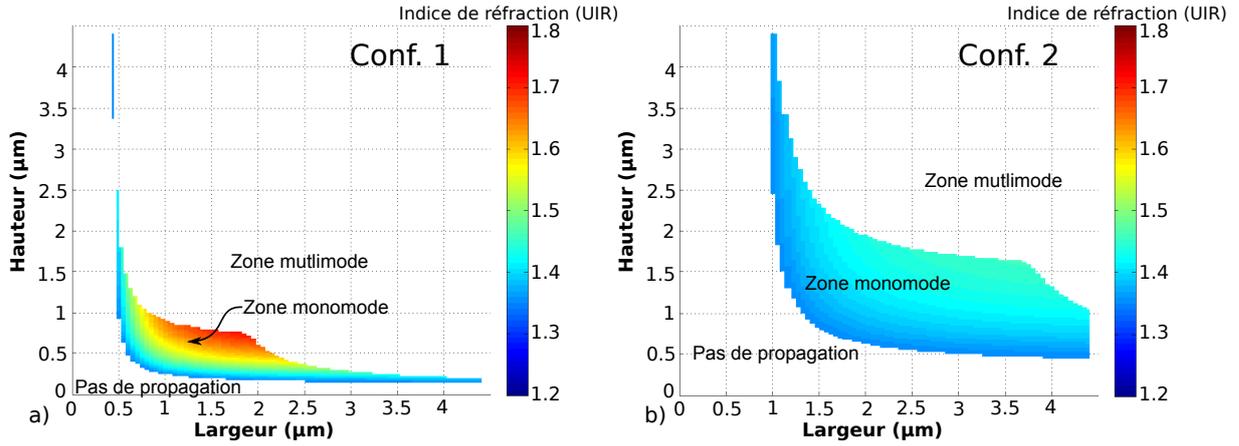


FIGURE 4.11 – Zone monomode TE_{00} pour les guides SiP dans l'air a) pour la configuration 1 ,b) pour la configuration 2.

4.2.2 Sensibilité théorique des MRs en SiP

4.2.2.1 Sensibilité en détection homogène

La sensibilité théorique en détection homogène des guides ridges SiP est calculée en évaluant l'évolution de l'indice de réfraction des couches de coeur, de couche de confinement et du superstrat avec de l'eau (n_{eau}) puis avec une faible concentration de solution ($n_{eau} + \Delta n$ ($\Delta n = 10^{-2}$ UIR)) à l'aide du modèle de Bruggeman (pour le coeur et la couche de confinement) présenté en partie 4.1.4.1. Ensuite, l'indice effectif est calculé pour différentes tailles de guide [14].

Les zones monomodes associées à l'eau (solution aqueuse sans analytes) (n_{eau}) et à une solution faiblement concentrée (liée à une faible d'analytes en solution) ($n_{eau} + \Delta n$) sont similaires comme $\frac{n_{eau}}{n_{eau} + \Delta n} \simeq 1$.

La sensibilité homogène est alors évaluée à l'aide de la relation présentée dans le chapitre 2, en partie 2.4.2.1 (équation 2.91) et présentée pour la configuration 1 et 2 en Figure 4.12.

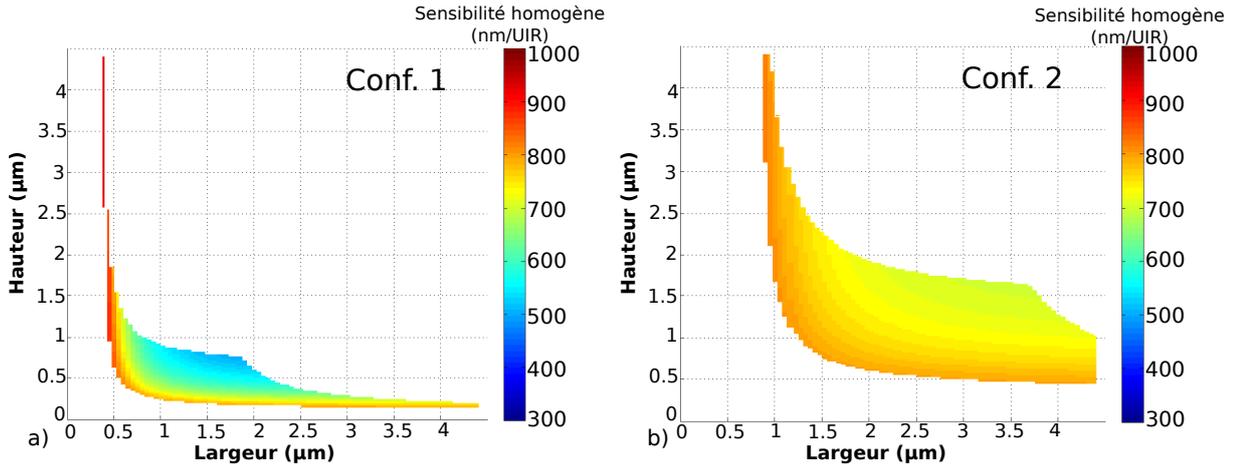


FIGURE 4.12 – Sensibilité en détection homogène TE_{00} @1550 nm : a) Pour la configuration 1, b) Pour la configuration 2.

La dépendance de la sensibilité avec la géométrie s'explique en observant la répartition du champ EM dans le guide : Γ_{coeur} , $\Gamma_{sup.}$ et $\Gamma_{sub.}$ présentés précédemment en Figure 4.8. Nous avons vu dans le chapitre 2 que dans le cas d'un guide ridge massif, l'augmentation de la sensibilité est liée à l'augmentation de la partie évanescente du champ EM ; l'optimisation de la sensibilité se résume donc à : $\Gamma_{sup.} \rightarrow 1$. Pour un guide ridge poreux, ce principe reste valable. En effet, on voit, en comparant les Figures 4.12 et 4.13, que les guides hauts et de faibles largeurs présentent les taux de champ évanescent et les sensibilités les plus élevées.

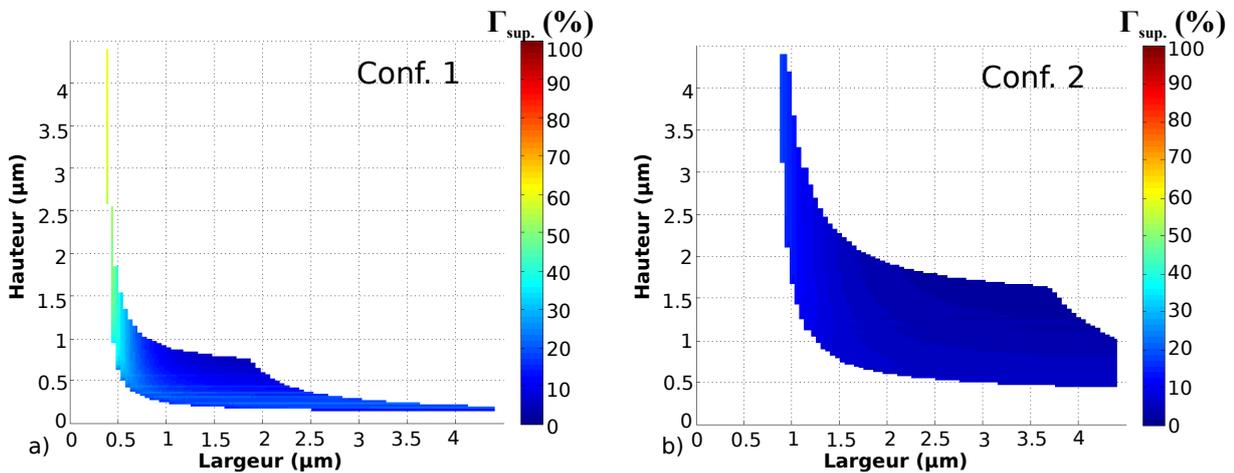


FIGURE 4.13 – Taux de champ évanescent des guides SiP ridges dans l'eau a) Pour la configuration, 1 b) Pour la configuration 2.

Dans les guides en SiP (Figure 4.12), de plus fortes sensibilités apparaissent aussi pour des guides larges et de faibles hauteurs pour les deux configurations. Cette évolution s'explique par l'augmentation de $\Gamma_{sub.}$ pour ces dimensions. En effet, la variation d'indice de réfraction induite par la solution est plus élevée dans le substrat que dans le coeur car la

porosité du substrat est plus élevée, ce qui induit une plus grande variation d'indice effectif.

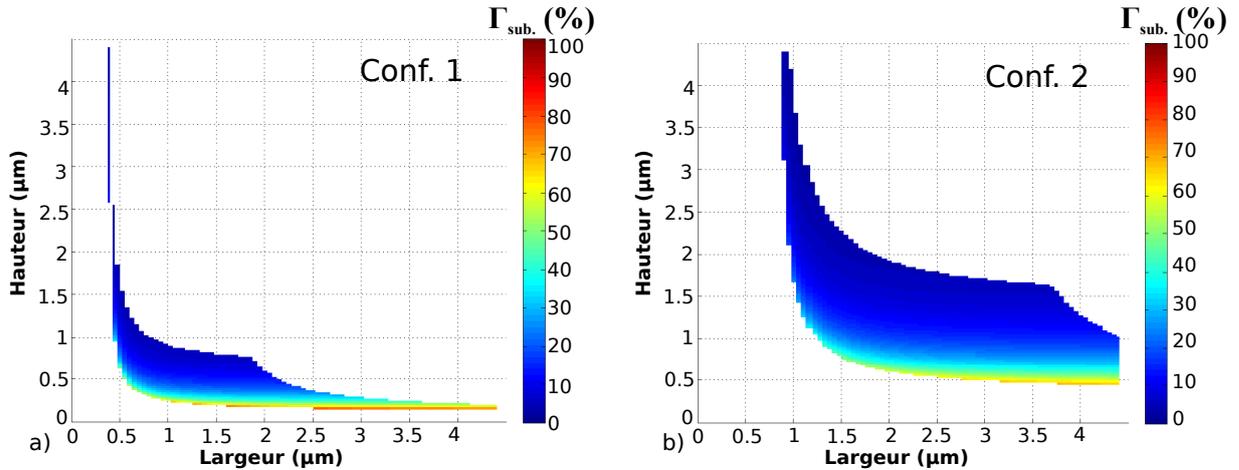


FIGURE 4.14 – Taux de champ dans la couche de confinement des guides ridges SiP dans l'eau a) Configuration 1, b) Configuration 2.

Pour conclure, des sensibilités homogènes de l'ordre de 800 nm/UIR (par exemple $Hauteur \times Largeur = 0,75 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$) peuvent être atteintes dans la configuration 2 et sont facilement réalisables technologiquement. En effet, ces sensibilités sont atteintes pour des faibles hauteurs et des largeurs importantes. Pour la configuration 1, les guides peuvent aussi atteindre des sensibilités élevées, jusqu'à 1000 nm/UIR pour des guides hauts et de faibles largeurs (par exemple $Hauteur \times Largeur = 3,5 \mu\text{m} \times 0,5 \mu\text{m}$), cependant, ces dimensions de guides ridges sont plus difficilement réalisables technologiquement avec le procédé classique de photolithographie utilisé.

4.2.2.2 Sensibilité en détection surfacique

Le calcul de la sensibilité en détection surfacique du SiP nécessite d'étudier plus en détail le SiP. En effet, il est nécessaire de pouvoir déterminer la surface sur laquelle viennent se greffer les analytes (biomarqueurs et biorécepteurs). De plus, il est nécessaire de bien connaître les dimensions des analytes, leur indice de réfraction et l'efficacité de leur adhésion sur la surface du SiP.

Pour le SiP, un protocole de fonctionnalisation APTES ((3-Aminopropyl)triéthoxysilane) \rightarrow GL (Glutaraldéhyde) \rightarrow BSA (Bovin Serum Albumin) a été mis en place à l'Institut Foton durant la thèse de Mohammed Hiraoui [4]; la quantité d'analytes greffés à chaque étape de fonctionnalisation a été mesurée et a permis de mettre en place un modèle de pores simplifiés et d'adapter le modèle de Bruggeman pour calculer les fractions volumiques des différents analytes greffés pendant la fonctionnalisation.

Par la suite, il sera nécessaire de réaliser systématiquement une comparaison entre expérience et modèle pour d'autres types de greffages ou de SiP. En effet, la qualité du greffage peut varier d'un protocole de fonctionnalisation à l'autre avec la diffusion des analytes dans le SiP et l'affinité des analytes avec la surface [15]- [16].

4.2.2.2.1 Fonctionnalisation du SiP avec de l'APTES et greffage des molécules de BSA

La fonctionnalisation pour le greffage de la BSA sur les pores du SiP s'effectue en quatre étapes présentées en Figure 4.15 [4]. Pour commencer, la surface des pores est passivée en réalisant une oxydation thermique du SiP (Figure 4.15.a)), ensuite, l'APTES est greffé à la surface des pores (Figure 4.15.b)), puis le GL est greffé (Figure 4.15.c)) et enfin la BSA peut être greffée (Figure 4.15.d)).

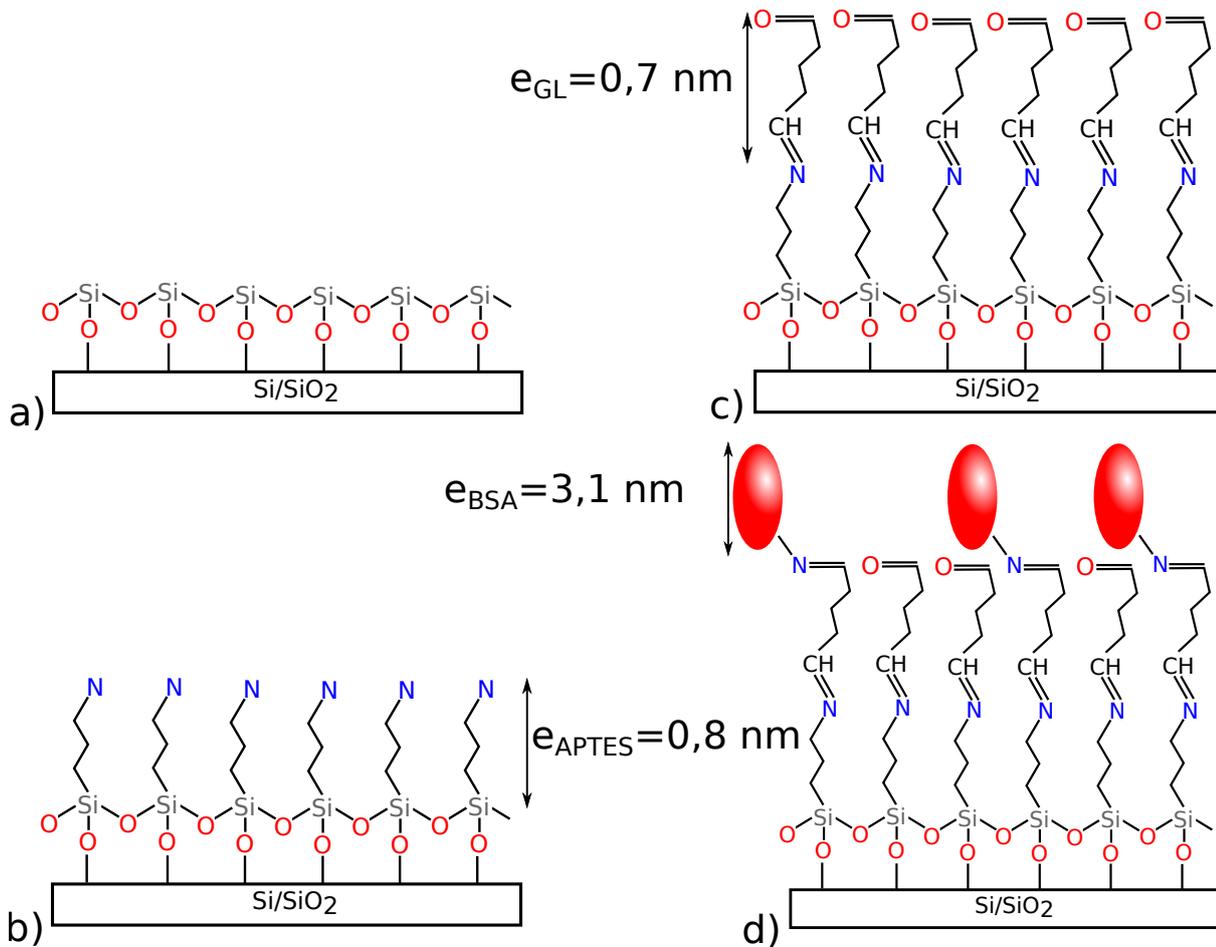


FIGURE 4.15 – Fonctionnalisation du SiP : a) Silicium poreux oxydé en surface, b) Greffage de l'APTES, c) Greffage du glutaraldéhyde (GL), d) Greffage des molécules de BSA.

Avant de calculer la sensibilité surfacique d'un guide en SiP, il est nécessaire de pouvoir calculer l'évolution de l'indice de réfraction des couches de SiP lors des différentes étapes de fonctionnalisation. Pour cela, il faut connaître les paramètres opto-géométriques des analytes greffés lors des différentes étapes de fonctionnalisation afin de pouvoir appliquer le modèle de Bruggeman.

Les fractions volumiques d'APTES (f_{APTES}), de GL (f_{GL}) et de BSA (f_{BSA}) peuvent alors être déduites en supposant que les pores sont cylindriques et de diamètre D_{pore} et que la fonctionnalisation est optimale ne faisant apparaître qu'une monocouche d'APTES

et de GL (Figure 4.16) [4] par les relations :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{APTES} = \frac{4 \cdot e_{APTES} \cdot f_{air_{ox}}}{D_{pore}} \end{array} \right. \quad (4.8a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{GL} = \frac{4 \cdot e_{GL} \cdot (f_{air_{ox}} - f_{APTES})}{D_{pore} - 2 \cdot e_{APTES}} \end{array} \right. \quad (4.8b)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{BSA,max} = \frac{4 \cdot e_{GL} \cdot (f_{air_{ox}} - f_{APTES} - f_{GL})}{D_{pore} - 2 \cdot e_{APTES} - 2 \cdot e_{GL}} \end{array} \right. \quad (4.8c)$$

avec e_{APTES} , e_{GL} et e_{BSA} les épaisseurs connues des couches d'APTES, de GL et de BSA respectivement dont les valeurs sont données en Figure 4.15 [4]. Le greffage de ces analytes s'apparente donc à la présence de fines couches de matériau organique tapissant les pores du guide ridge SiP (Figure 4.16).

On peut observer que la fraction volumique $f_{BSA,max}$ de BSA maximale est proportionnelle à la porosité après le traitement d'oxydation ($f_{air_{ox}}$). Comme dans le cas de la détection homogène, on a intérêt à choisir des couches fortement poreuses afin d'augmenter la quantité de molécules greffées. Cependant, le modèle développé par [4] s'applique au SiP mésoporeux étudié ici. Dans le cas de SiP présentant une structure non colonnaire (ex : nanoporeux (structure fortement branchée)), la surface de greffage peut être plus importante avec des porosités plus faibles.

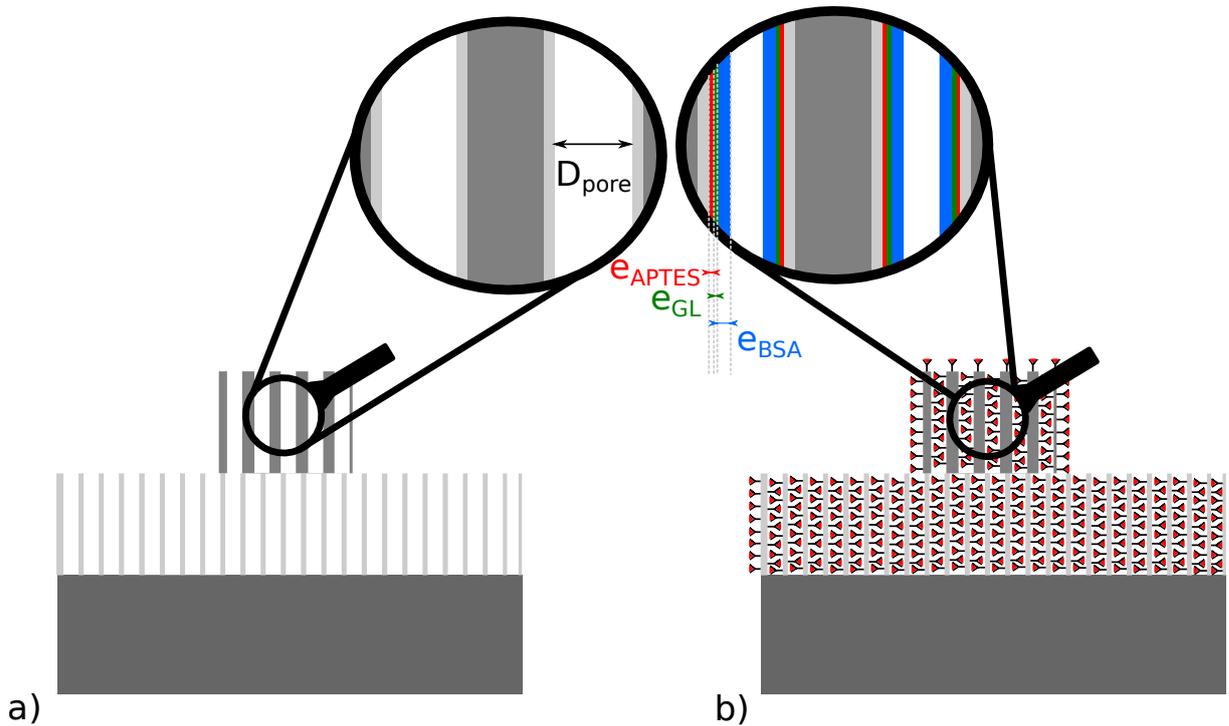


FIGURE 4.16 – Illustration de la fonctionnalisation de la BSA dans les pores d'un guide ridge SiP : a) SiP partiellement oxydé avant greffage b) SiP partiellement oxydé après greffage.

La surface développée par le SiP peut s'exprimer en fonction de la fraction volumique

d'air $f_{air_{ox}}$ et du diamètre moyen D_{pore} des pores suivant [17] :

$$S_s(m^2.cm^{-3}) = \frac{4000.f_{air_{ox}}}{D_{pore}(nm)} \quad (4.9)$$

On peut alors déduire la quantité de BSA greffée par unité de surface du SiP :

$$M_{BSA}(pg.mm^{-2}) = \frac{f_{BSA,max}.M_{molBSA}}{S_s.V_{BSA}.N_a} \quad (4.10)$$

Avec V_{BSA} le volume d'une molécule de BSA estimé par le fabricant et de masse molaire M_{molBSA} .

La méthode de Bruggeman peut alors être appliquée. La fraction volumique de BSA varie donc entre 0 et $f_{BSA,max}$ qui correspond à la formation d'une monocouche de BSA. Les indices de réfraction des molécules d'APTES, GL et BSA sont donnés par le fabricant :

$$f_{air_{ox}} \frac{n_{air}^2 - n^2}{n_{air}^2 + 2n^2} + f_{Si_{ox}} \frac{n_{Si}^2 - n^2}{n_{Si}^2 + 2n^2} + f_{SiO_2} \frac{n_{SiO_2}^2 - n^2}{n_{SiO_2}^2 + 2n^2} + f_{GL} \frac{n_{GL}^2 - n^2}{n_{GL}^2 + 2n^2} + f_{APTES} \frac{n_{APTES}^2 - n^2}{n_{APTES}^2 + 2n^2} + f_{BSA} \frac{n_{BSA}^2 - n^2}{n_{BSA}^2 + 2n^2} = 0 \quad (4.11)$$

La fraction volumique de BSA f_{BSA} est comprise entre 0 lorsque le BSA n'est pas greffée et $f_{BSA,max}$ lorsqu'une monocouche complète de BSA est formée.

L'équation 4.11 est appliquée à la couche de coeur et à la couche de confinement optique [4]. Pour cela, le diamètre des pores du SiP est fixé à $D_{pore} = 25$ nm pour la couche de coeur et la couche de confinement optique. Cette approximation pourra être affinée par la suite en établissant la dépendance du diamètre des pores avec la porosité du SiP [11]. La variation de l'indice effectif est ensuite évaluée. L'évolution de l'indice effectif en fonction de M_{BSA} pour un guide ridge carré de côté $1,5 \mu m$ [14] de configuration 2 est tracée en Figure 4.17. La sensibilité surfacique du guide $S_{w,s}$ définie en équation 2.92 dans le Chapitre 2 correspond à la pente de la droite de la Figure 4.17.

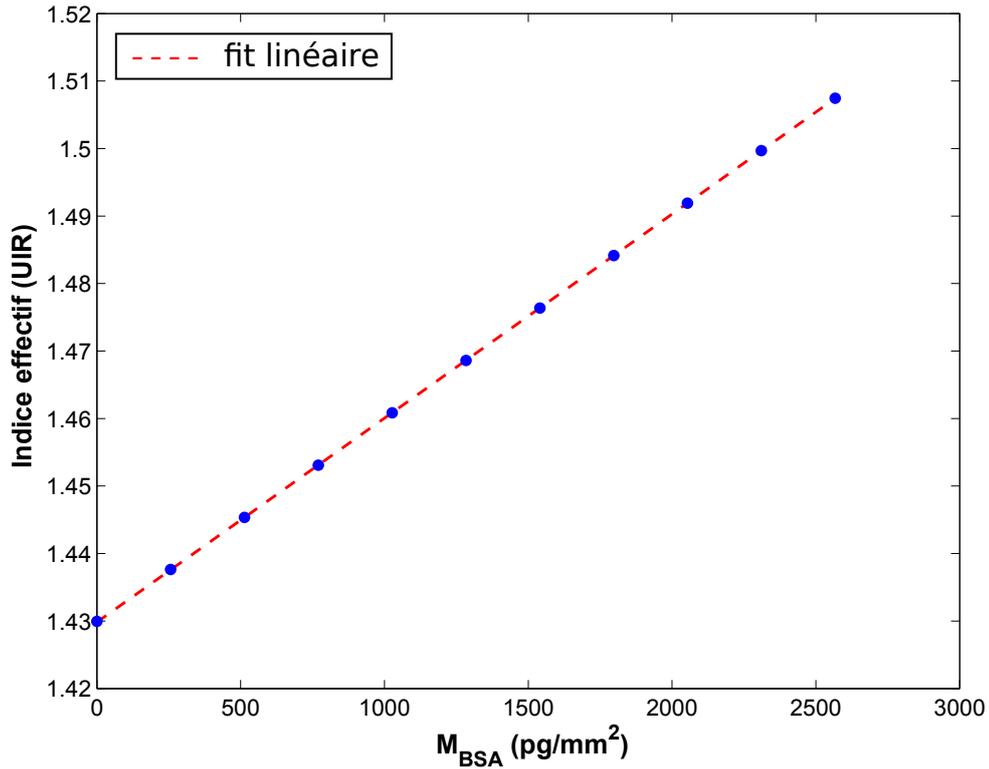


FIGURE 4.17 – Variation de l'indice effectif du mode TE_{00} pour un guide ridge carré de côté $1,5 \mu m$ pour la configuration 2 en fonction de la masse de BSA M_{BSA} greffée par unité de surface, (régression linéaire d'incertitude $\sigma = 3,1 \cdot 10^{-5}$ UIR/($pg \cdot mm^{-2}$)).

4.2.2.2.2 Calcul de la sensibilité surfacique du MR en silicium poreux avec la BSA

La sensibilité surfacique du MR est calculée à l'aide de $S_{w,s}$ et de l'indice de groupe du guide en utilisant l'équation 2.92 pour une fraction volumique de BSA comprise entre 0 et $\Delta f_{BSA} \ll f_{BSA,max}$ (afin de conserver les mêmes zones monomodes avant et après greffage comme dans le cas de la sensibilité surfacique). La sensibilité surfacique des MRs en SiP est présentée en Figure 4.18 pour les deux configurations.

Les variations de sensibilité sont liées à l'évolution de l'interaction entre le champ EM et les analytes greffés dans le guide. Pour la sensibilité surfacique, l'optimisation de l'efficacité de l'interaction champ EM-analytes est différente de la sensibilité homogène $S_{w,h}$ vue précédemment. En effet, le champ évanescant n'est pas intéressant pour la détection surfacique puisque les analytes sont greffés à l'intérieur du guide.

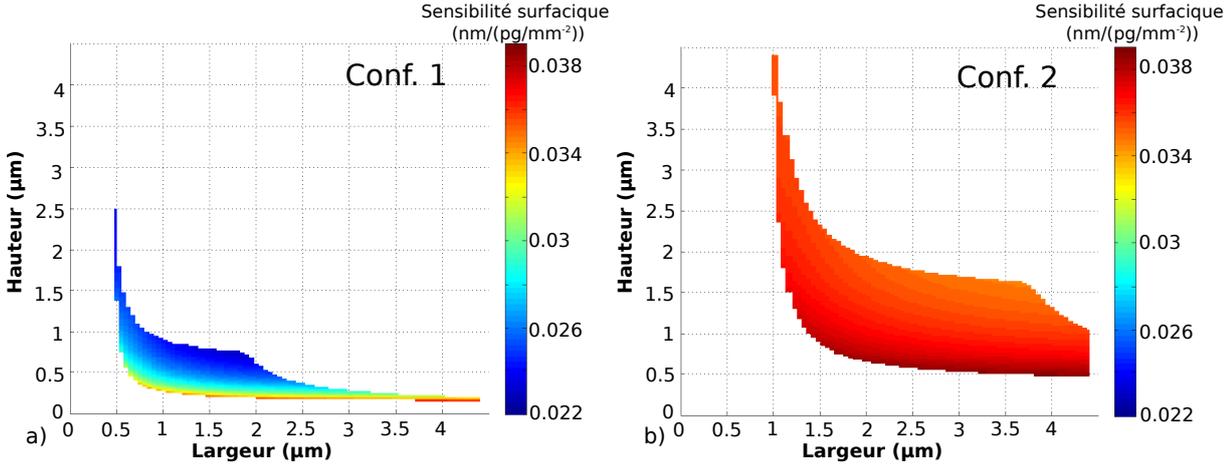


FIGURE 4.18 – Sensibilité en détection surfacique TE_{00} en fonction de la géométrie pour deux couples de porosités coeur/confinement : a) configuration 1, b) configuration 2.

Les géométries permettant d'obtenir une sensibilité surfacique élevée, de l'ordre de $0,038 \text{ nm}/(\text{pg} \cdot \text{mm}^{-2})$, sont légèrement différentes de celles obtenues pour la sensibilité homogène. En effet, cette fois-ci, la contribution de $\Gamma_{eva.}$ dans la sensibilité surfacique est nulle. Il est donc préférable d'avoir un mode dont le champ EM sera majoritairement dans le coeur et le substrat dans lesquels se greffent les molécules de BSA. Cette condition est remplie pour les guides de faibles hauteurs pour les deux configurations.

4.2.3 Détermination des pertes de propagation optiques des guides ridges en SiP

Les pertes de propagation optique ont été mesurées pour des guides en SiP par la méthode du *cut-back* par [8]. Par la suite, les différentes composantes des pertes ont été modélisées et sont détaillées en partie 4.2.3.1 afin d'optimiser les dimensions des guides SiP.

Comme pour le calcul de la sensibilité dans les parties précédentes, les pertes de propagation optique sont calculées pour les configurations 1 et 2 des guides ridges en SiP. Les valeurs de sensibilité et de pertes seront ensuite rassemblées pour calculer la LD en partie 4.2.4 qui est le facteur de mérite important pour le choix de guides performants pour la transduction.

4.2.3.1 Modèle théorique des pertes optiques

Afin de comprendre et de diminuer les pertes dans les guides ridges en SiP, les différentes composantes des pertes sont calculées pour différents couples (coeur/couche de confinement optique) présentés en partie 4.2.1.

Les pertes optiques dans les guides en SiP proviennent des pertes par rugosité de surface $\alpha_{rug.}$, des pertes par diffusion de volume $\alpha_{diff,ridge}$, des pertes par absorption des matériaux $\alpha_{mat,ridge}$ et des pertes par courbure $\alpha_{curv.}$ lorsque le guide est courbé (présentées en Chapitre 2 en partie 2.2.5).

Les pertes dans le SiP fabriqué à partir d'un substrat de silicium dopé p+ ont été étudiées expérimentalement par [18] et l'influence des différentes composantes de l'absorption a été étudiée pour des guides plans par [19].

4.2.3.2 Pertes par rugosité de surface

Les pertes par rugosité de surface sont dues au caractère intrinsèquement poreux du SiP et aux conditions de fabrication qui peuvent ajouter des rugosités supplémentaires. La rugosité des pores peut être caractérisée expérimentalement à l'aide de mesures AFM (*Atomic Force Microscopy*) ou par MEB [20]. Ces mesures permettent d'accéder aux variations de la taille du guide autour d'une valeur moyenne et à la longueur de corrélation l_c caractéristique de ces variations.

Le modèle de Payne-Lacey (PL) [21] permet d'évaluer la valeur des pertes par rugosité pour des guides plans en fonction des dimensions du guide et des valeurs de rugosité. Ce modèle est adapté à des guides ridges, et les pertes par rugosité de guides ridges carrés pour les configurations 1 et 2 et pour un superstrat d'eau ou d'air sont présentées en Figure 4.19.a).

L'interprétation de l'évolution des pertes par rugosité de surface en fonction de la dimension du guide peut se faire en observant l'évolution de l'intensité du champ EM au bord du guide. En effet, on observe en Figure 4.19.a) et en Figure 4.19.b) que le guide ridge carré en SiP en configuration 2 de dimension $1,75 \mu m$ présente moins de pertes du fait de la plus faible intensité du champ au bord du guide.

Pour les guides en SiP, la rugosité de surface a été évaluée à 12 nm [22] pour des guides plans et la longueur de corrélation $l_c = 30$ nm [23] pour un procédé de photolithographie et de gravure sèche standard. Cette valeur de rugosité est utilisée ici pour le calcul des pertes par rugosités de surface dans les guides ridges en SiP (présenté en Figure 4.19.a)). Cependant, il est nécessaire de spécifier que la valeur réelle de la rugosité de surface dans les guides SiP est sûrement anisotrope entre la rugosité au sommet du guide et la rugosité sur les flancs. Cette anisotropie est liée à l'anisotropie inhérente au SiP (orientation verticale des pores) et à la fabrication. Pour la rugosité sur les flancs, on peut s'attendre à une corrélation entre la rugosité d'une part et le diamètre des pores et la porosité du SiP d'autre part ($\alpha_{rug.} = f(D_{pore}, f_{air})$). Le modèle des pertes par rugosité de surface dans le SiP pourra donc être affiné par la suite.

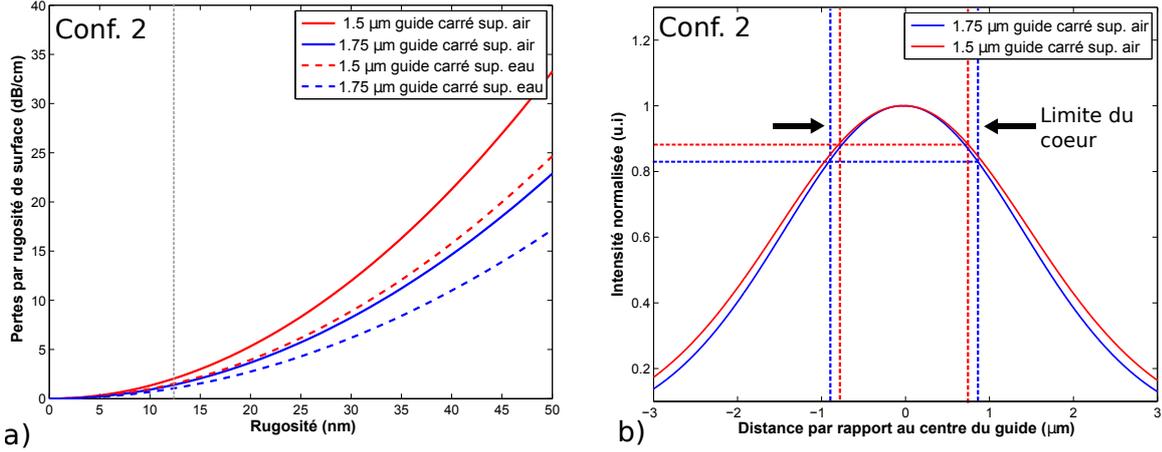


FIGURE 4.19 – a) Pertes par rugosité de surface en fonction de la rugosité @1550nm et pour le mode TE_{00} , pour la configuration 2 : dépendance des pertes par rugosité de surface à la valeur de la rugosité pour différentes tailles de guides, b) Répartition du champ EM dans un guide en fonction de la largeur du guide.

4.2.3.3 Pertes par diffusion de volume

Les pertes par diffusion de volume dans le SiP sont causées par la variation de la constante diélectrique due à la présence de pores dans le matériau. En effet, une partie de la lumière est diffractée lorsqu'elle rencontre la surface des pores. Des méthodes de calcul comme la FDTD ("*Finite Difference Time Domain*") permettent de résoudre des problèmes de diffusion dans les matériaux présentant une répartition aléatoire de cylindres diélectriques [24]. Cependant un modèle analytique basé sur les travaux de Kirchner *et al.* [25] peut être adapté en supposant que la taille des pores colonnaires varie peu par rapport à la longueur d'onde. Pour un guide ridge, on peut définir les pertes par diffusion de volume $\alpha_{diff_{ridge}}$ dans le guide par :

$$\alpha_{diff_{ridge}} = \alpha_{diff}(f_{air,coeur})\Gamma_{coeur} + \alpha_{diff}(f_{air,sub})\Gamma_{sub}. \quad (4.12)$$

avec $\alpha_{diff}(f_{air})$, les pertes par diffusion de volume calculée par le modèle de Kirchner *et al.* [25] (présentée en Figure 4.20) qui dépendent du diamètre des pores et de la porosité, $f_{air,coeur}$ du guide ridge en SiP ($f_{air,coeur} = 50\%$ pour la configuration 1 et $f_{air,coeur} = 60\%$ pour la configuration 2), et $f_{air,sub}$ la porosité du substrat fixée à 70% pour les deux configurations.

Pour le diamètre de pore de 25 nm, les pertes par diffusion de volume dans le matériau SiP sont inférieures à 1 dB/cm. Cependant, il est important de noter que dans le cas de la fabrication de SiP dont les pores sont plus larges (par exemple pour la diffusion et le greffage dans les pores de molécules plus grosses dans le matériau), les pertes par diffusion de volume deviennent vite élevées (Figure 4.20).

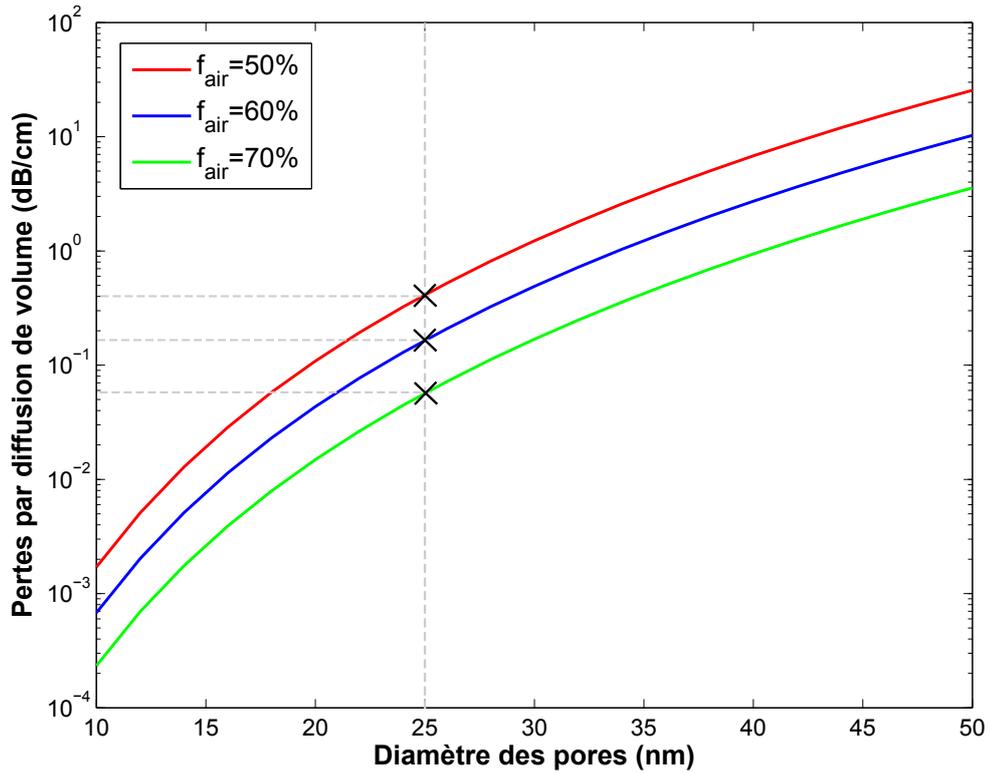


FIGURE 4.20 – Pertes par diffusion de volume en fonction du diamètre des pores @1550nm TE_{00} .

4.2.3.4 Pertes par absorption des matériaux

Les matériaux impliqués dans les guides ridges SiP sont le silicium dopé p+ à 5 mΩ.cm, la silice lorsque le guide est oxydé ou partiellement oxydé et l'eau lorsque les guides sont utilisés pour des applications de capteurs en milieu aqueux.

4.2.3.4.1 Absorption dans le silicium poreux

En plus des pertes linéaires liées au confinement du champ EM dans le guide (rugosités, pertes par courbure, pertes par diffusion) et rencontrées dans les guides intégrés, on peut s'intéresser à l'ensemble des pertes induites par les interactions particulières entre le champ EM et le SiP afin de les classer par ordre d'importance et de les inclure dans le modèle théorique des pertes de propagation optique dans les guides en SiP.

Premièrement, le SiP se différencie du silicium massif par la modification de ses propriétés physiques liées à la forme des cristallites :

— État de surface des cristallites

Les cristallites du SiP présentent une grande surface spécifique sur laquelle différentes espèces chimiques sont présentes en fonction des conditions de fabrication et d'oxydation du SiP. Ces espèces peuvent modifier les conditions d'absorption [26].

— Porteurs libres dans les cristallites

Les porteurs libres sont confinés dans les cristallites. Leur libre parcours est donc affecté par la structure particulière du matériau SiP comparé au silicium massif [26]. Les pertes liées aux porteurs libres sont le principal facteur de pertes dans le silicium massif dopé p+. En effet, les pertes induites par les porteurs libres sont proportionnelles à la densité de porteurs dans le matériau.

Plusieurs phénomènes physiques influent sur l'absorption dans le SiP, ceux-ci sont modifiés par rapport au substrat initial de silicium massif dopé p+ qui a servi pour la formation du SiP :

— Absorption non-linéaire à deux photons

L'absorption à deux photons (Two Photons Absorption TPA) est un processus non-linéaire d'ordre 3 qui doit être quantifié car il ne requiert pas de condition d'accord de phase, il est donc susceptible de devenir important dans le cas où l'intensité du champ EM est élevée. La TPA a deux effets principaux : l'absorption du champ EM et la génération de porteurs libres qui sont eux-mêmes source d'absorption (dans le cas de silicium dopé, on peut comparer les porteurs générés par la TPA avec les porteurs introduits par le dopage). Dans le cas du silicium, ce phénomène apparaît pour les photons dont l'énergie est inférieure à l'énergie du gap du matériau mais dont l'énergie de deux photons est supérieure à celle du gap du matériau. Cependant, le silicium est un matériau peu favorable à ce type d'absorption de par son gap indirect. Or, dans le SiP, des transitions de plus faibles énergies liées aux états de surface peuvent faciliter l'apparition de la TPA.

Dans notre cas, le champ EM est injecté en continu dans les guides et le résonateur. Il convient d'évaluer l'intensité du champ EM à l'entrée des guides droits en SiP, puis d'évaluer les pertes induites par le processus TPA à l'aide du coefficient d'absorption β_{TPA} de la TPA. Ces pertes doivent rester faibles devant les pertes linéaires mesurées dans les guides ridges SiP.

Dans le cadre de cette thèse, les pertes de propagation optiques des guides en SiP sont supérieures à 10 dB/cm [8], la puissance injectée dans les guides est inférieure à $P_{in,max} = 1$ mW et la taille caractéristique d'un guide ridge est $A_{eff,SiP} = 1,5 \mu m \times 1,5 \mu m$.

L'intensité dans un guide droit en SiP est donc inférieure à $I_{max} = \frac{P_{in,max}}{A_{eff,SiP}} = 0,04$ MW/cm².

Le coefficient d'absorption TPA le plus élevé enregistré dans le SiP est de $\beta_{TPA,SiP,max} = 22,5$ cm/MW (@1059 nm (1,17 eV) et 3 MW/cm² [26]) (comparé à $\beta_{TPA,Si}$ compris entre 0 et $2 \cdot 10^{-3}$ cm/MW pour le silicium massif sur la gamme 800-2000 nm [27]).

Pour le coefficient $\beta_{TPA,SiP,max}$, les pertes linéiques maximales liées à la TPA dans les guides en SiP pour I_{max} et $A_{eff,SiP}$ sont de $\alpha_{TPA} = I_{max} \cdot \beta_{TPA,SiP,max} = 0,9$ cm⁻¹ @1059 nm (3,9 dB/cm @1059 nm). Cependant, on peut s'attendre à des pertes par absorption à deux photons α_{TPA} plus faibles dans la gamme de longueur d'onde (1550 nm) étudiée dans ce travail étant donné la décroissance du

taux d'absorption à deux photons avec le longueur d'onde.

— **Absorption par les porteurs libres**

L'absorption par les porteurs libres dans le silicium dopé p+ dans le domaine du proche infrarouge a été aussi étudiée [28]. L'absorption du SiP dopé p+ en fonction de la porosité a été étudiée par [18] pour du SiP non oxydé et est représentée en fonction de la longueur d'onde en Figure 4.21.a). On remarque déjà que les pertes dans le SiP sont supérieures aux pertes par absorption à deux photons α_{TPA} estimées auparavant, on les négligera par la suite. Les pertes dans le SiP en fonction de la porosité sont reportées en Figure 4.21.b) et sont utilisées pour évaluer les pertes liées au matériau dans les guides en SiP. Pour une porosité de 50 % utilisée dans le coeur des guides en configuration 1, les pertes liées au matériau dans le SiP sont évaluées à $\alpha_{SiP}(f_{air} = 50\%) = 13$ dB/cm. Pour les porosités de 60 % (Coeur de la Conf. 2) et 70 %, les pertes sont estimées à 5 dB/cm. L'effet de l'oxydation partielle sur les pertes liées au matériau est donc négligée, ceci revient à surestimer les pertes dans le guide étant donné que les pertes de propagation optique diminuent avec l'oxydation [19]. Les pertes liées au matériau dans les guides SiP pour la détection homogène en milieu aqueux sont donc estimées pour les deux configurations par :

$$\alpha_{mat,hom.ridge} = \begin{pmatrix} \alpha_{eau} \\ \alpha_{eau} \cdot f_{air,coeur} + \alpha_{SiP}(f_{air,coeur}) \\ \alpha_{eau} \cdot f_{air,sub.} + \alpha_{SiP}(f_{air,sub.}) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \Gamma_{sup.} \\ \Gamma_{coeur} \\ \Gamma_{sub.} \end{pmatrix} \quad (4.13)$$

avec α_{eau} les pertes de propagation liées à l'eau (43 dB/cm @1550 nm voir chapitre 2 partie 2.2.5.1) et $\alpha_{SiP}(f_{air,(coeur/sub)})$ les pertes liées au matériau SiP qui dépendent de la porosité du SiP (dans le coeur : $f_{air,coeur} = 50$ % pour la configuration 1 et $f_{air,coeur} = 60$ % pour la configuration 2, $f_{air,sub.} = 70$ % pour les deux configurations).

Pour les pertes en détection surfacique des guides SiP, le terme de pertes liées à l'eau est supprimé :

$$\alpha_{mat,surf.ridge} = \begin{pmatrix} 0 \\ \alpha_{SiP}(f_{air,coeur}) \\ \alpha_{SiP}(f_{air,sub}) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \Gamma_{sup.} \\ \Gamma_{coeur} \\ \Gamma_{sub.} \end{pmatrix} \quad (4.14)$$

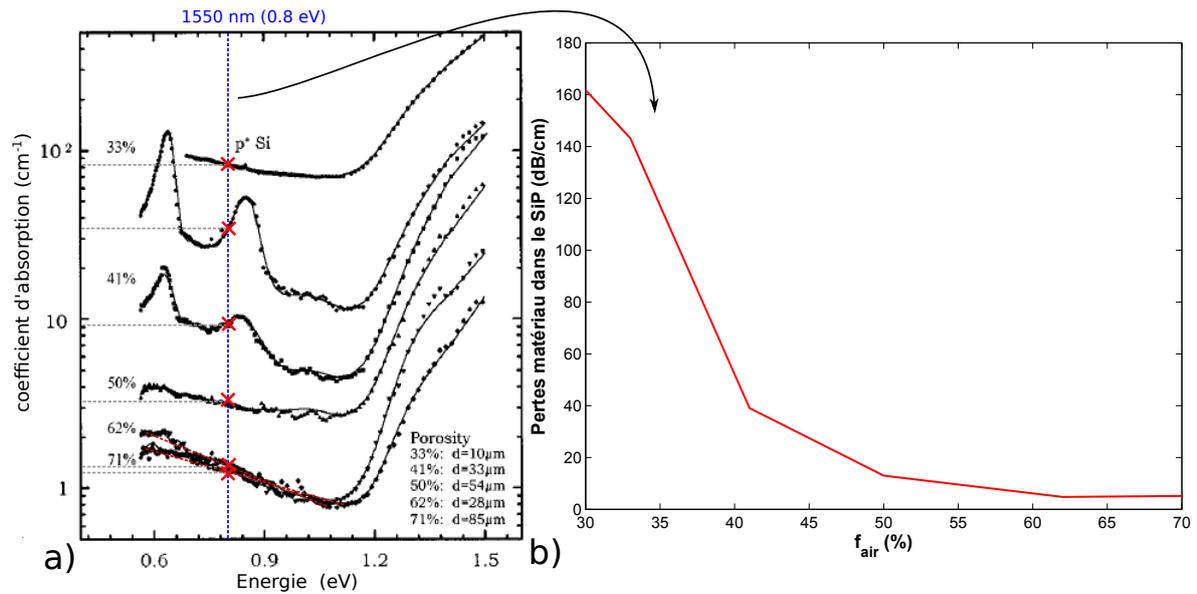


FIGURE 4.21 – a) Coefficient d’absorption en fonction de l’énergie des photons dans le SiP fabriqué avec un substrat de silicium p+ massif [18]. b) Pertes extraites de [18] dans le SiP à 1550 nm (0.8 eV) en fonction de la porosité (f_{air}).

4.2.3.5 Pertes par courbure

Les pertes par courbure dépendent principalement du confinement du mode dans le guide. Pour des guides SOI standards, le contraste d’indice est de l’ordre de 2, les pertes par courbure sont souvent négligeables pour des rayons de courbure $R_c > 10 \mu m$. Pour des guides en polymères ou SiP, le contraste d’indice est de l’ordre de 10^{-1} , les pertes par courbure doivent être étudiées. Elles ont été calculées à l’aide du logiciel FIMMWAVE comme dans le Chapitre 3, partie 3.3.1.3. Elles ont été évaluées pour un guide standard avec un superstrat à l’eau et à l’air. Comme pour les guides en polymères, les rayons de courbure supérieurs à $50 \mu m$ permettent d’éviter les pertes par courbure. Ce rayon minimum sera utile lors de la conception du masque de photolithographie.

4.2.3.6 Pertes totales

Les pertes linéaires totales sont estimées en négligeant les pertes par courbure (rayon de MR suffisamment important). Les pertes de diffusion dans le SiP, de rugosité à la surface des guides et d’absorption liée aux matériaux (SiP et eau) sont additionnées :

$$\alpha_{tot.} = \alpha_{rug.} + \alpha_{diff_{ridge}} + \alpha_{mat_{ridge}} \quad (4.15)$$

Les pertes totales sont représentées pour des guides ridges carrés dans la configuration 2 pour des guides dans l’eau (Figure 4.22.a)) servant à la détection homogène et des guides dans l’air (Figure 4.22.b) pour la détection surfacique.

Dans les deux cas, les pertes liées aux matériaux dominent. Dans le cas du guide SiP dans l'air, l'absorption liée aux porteurs libres dans le silicium est prépondérante. Dans le cas du guide SiP dans l'eau, l'absorption de l'eau apporte une forte contribution aux pertes liées au matériau $\alpha_{mat,ridge}$. Les pertes par rugosité augmentent quand les dimensions du guide diminuent.

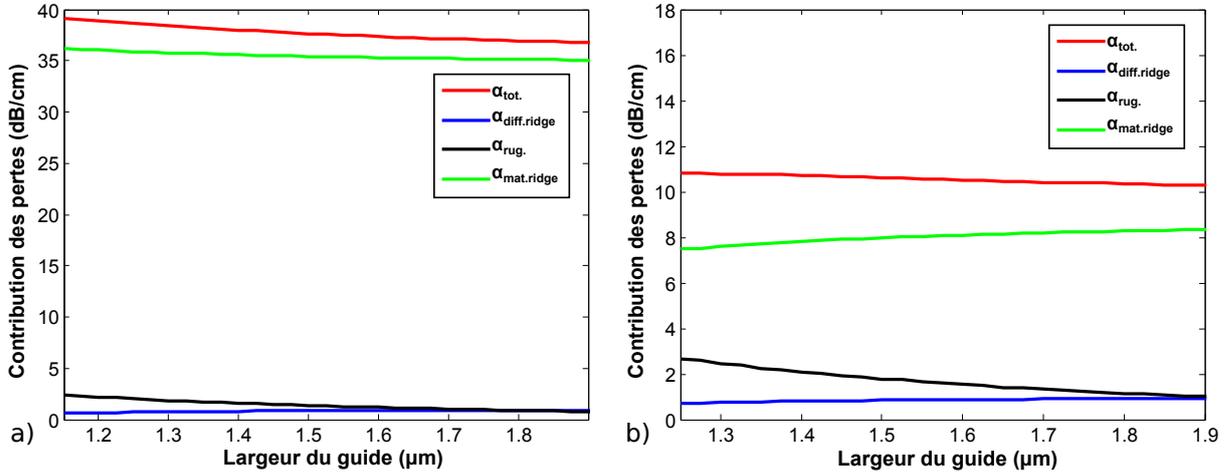


FIGURE 4.22 – Pertes dans les guides carrés (Hauteur = Largeur) ridges en SiP a) Pour des guides dans l'eau (déttection homogène) b) Pour des guides à l'air (déttection surfacique).

Une fois que l'effet des différentes contributions des pertes sur la géométrie d'un guide ridge carré est connu, les pertes totales représentées en Figure 4.23 et Figure 4.24 peuvent être calculées sur toute la zone monomode des deux configurations et pour les deux milieux de détection (air et eau). L'évolution des pertes totales avec la géométrie s'interprète comme pour la Figure 4.22. En effet, que ce soit dans l'eau ou dans l'air, les pertes augmentent significativement pour des dimensions de guides plus petites. Cette variation s'explique par l'augmentation des pertes par rugosité quand la dimension des guides diminue.

Pour les guides en configuration 2, les pertes évoluent lentement en fonction de la géométrie : pour les guides SiP dans l'eau, les pertes sont comprises entre 35 et 40 dB/cm et dans l'air, les pertes sont comprises entre 10 et 15 dB/cm.

Pour les guides en configuration 1, les pertes varient de manière importante avec la géométrie et sont systématiquement plus élevées que pour la configuration 2.

L'ordre de grandeur de la valeur des pertes de propagation optiques estimées théoriquement peut être comparé aux pertes de propagation optique de guides SiP ridges mesurées expérimentalement par P. Girault [29]. Pour l'étude expérimentale, des guides SiP ridges partiellement oxydés à 500 °C carrés de côté 2 μm et de porosité (coeur/couche de confinement) égale à 56% et 63% respectivement ont été fabriqués [29] (les paramètres de fabrication de ces guides SiP sont donc proches de la configuration 2). Les pertes de propagation optique ont été mesurées par la méthode du *cut-back* à 27,5 dB/cm (1550 nm), ce qui est 40 % plus élevé que les pertes de propagation optiques théoriques dans les guides en SiP pour les mêmes dimensions en configuration 2. Cette différence peut s'expliquer par les approximations réalisées pour la simulation des pertes. En particulier, la valeur de rugosité des guides, de 12 nm, utilisée dans la simulation est sûrement trop

faible, notamment sur les flancs des guides. Afin d'affiner la valeur de rugosité, il serait intéressant d'effectuer une mesure de rugosité des guides SiP par AFM au dessus des guides et sur les flancs.

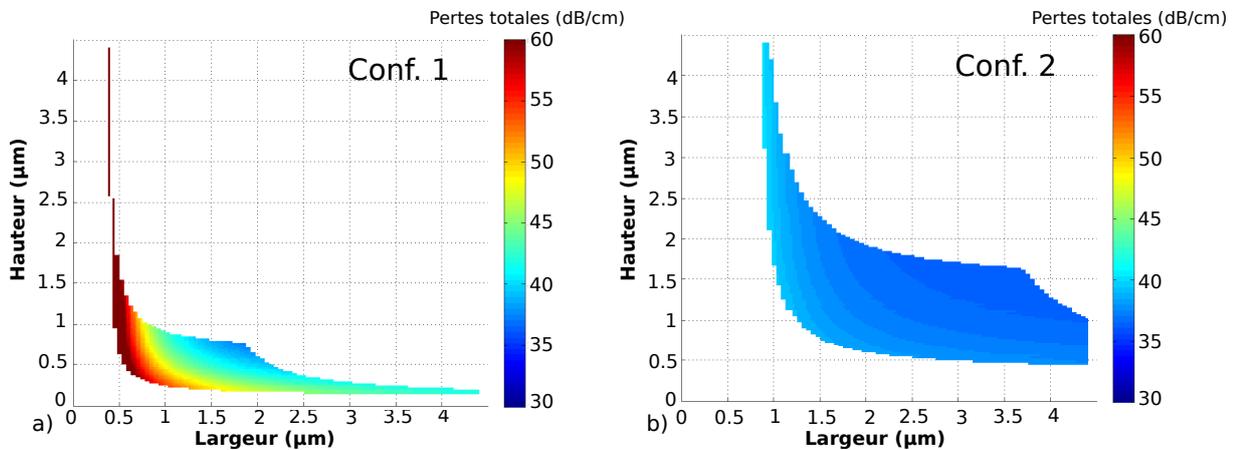


FIGURE 4.23 – Pertes dans les guides carrés ridges SiP dans l'eau : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.

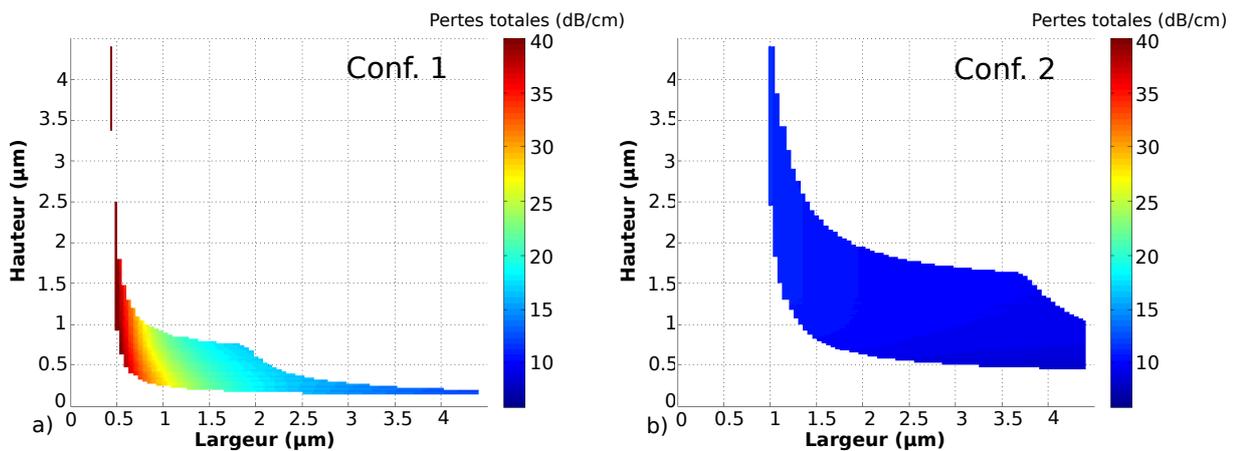


FIGURE 4.24 – Pertes dans les guides carrés ridges SiP dans l'air : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.

4.2.3.7 Synthèse de l'estimation des pertes de propagation optique dans le SiP

Une estimation des pertes optiques dans un guide ridge en SiP a été réalisée. Cette estimation a permis de mettre en évidence l'importance des différentes contributions des pertes de propagation. La connaissance de ces différentes composantes permet d'envisager des pistes de réduction des pertes dans ce type de guide.

L'estimation des pertes de propagation optique dans les guides en SiP est difficile. En effet, les effets de confinement des porteurs dans ce matériau modifient les composantes des pertes optiques que l'on rencontre dans le SiP par rapport au silicium massif dopé

p+. Chaque composante des pertes nécessite de développer un modèle ou une approche particulière : anisotropie de rugosité liée à l'orientation des pores, pertes de diffusion anisotropes et complexité de l'évaluation des différentes composantes des pertes liées au matériau SiP.

Par la suite, il conviendra d'améliorer la connaissance des guides ridges SiP par leur caractérisation (mesure de rugosité sur les flancs du guide, mesure des pertes massives dans le SiP partiellement oxydé) afin d'affiner le modèle des pertes en ajustant les paramètres et les modèles proposés dans cette thèse. Ces mesures permettront de rapprocher le modèle des mesures expérimentales effectuées sur les guides ridges en SiP en ajustant les paramètres et en optimisant les modèles.

4.2.4 Estimation de la limite de détection d'un MR simple en SiP

Nous avons vu en Chapitre 2 que la limite de détection dépend du transducteur, du montage expérimental et du traitement du signal. Dans cette partie, la limite de détection d'un MR simple en SiP a été estimée à l'aide du modèle d'incertitude σ proposé par [13] et présenté en équation 2.102 dans le Chapitre 2.

Pour cela, le rapport signal sur bruit (SNR) a été pris à 20 dB, ce qui est une valeur proche de celle mesurée sur le banc optique de caractérisation (voir Chapitre 2 partie 2.5.3.1). De plus, le facteur de qualité a été estimé pour un couplage critique à l'aide des pertes calculées en Figure 4.23 et 4.24 et des équations 2.73 et 2.78.

Bien que cette estimation de la limite de détection soit limitée aux seuls bruits d'intensité et sans traitement du signal, elle permet de lier aisément sensibilité et pertes de propagation optiques. La simplicité des relations développées par [13] permet donc de donner un ordre de grandeur de la LD et d'optimiser la fabrication du guide ridge en SiP en utilisant la LD calculée comme le facteur de mérite à minimiser.

4.2.4.1 LD en détection homogène

La limite de détection (LD) homogène calculée et présentée en Figure 4.25 s'interprète à partir des pertes (Figure 4.23) et de la sensibilité homogène (Figure 4.12). La plus faible différence de porosité de la configuration 2 (Figure 4.25.b) permet d'accéder à de plus faibles pertes que dans le cas de la configuration 1. La LD homogène est donc meilleure pour la configuration 1. La meilleure LD en détection homogène est de 2.10^{-5} UIR pour la configuration 2 pour des tailles de guides de fortes largeurs et de faibles hauteurs.

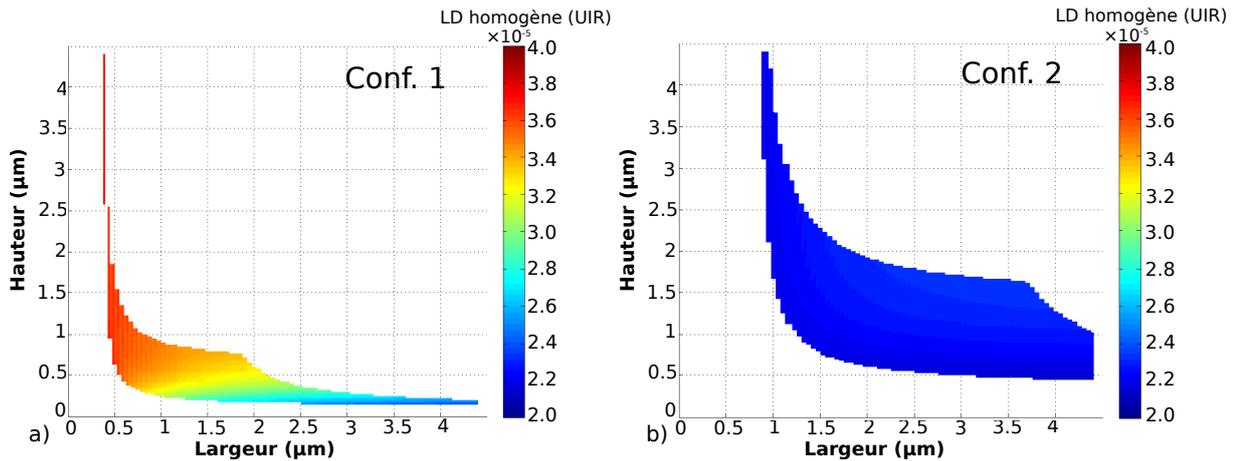


FIGURE 4.25 – Limite de détection calculée d’un MR en SiP en détection homogène : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.

4.2.4.2 LD en détection surfacique

Comme la LD homogène, la LD surfacique présentée en Figure 4.26 s’interprète à partir des Figure 4.24 et Figure 4.18 des pertes et de la sensibilité surfacique. La configuration 2 reste la plus intéressante étant données les plus faibles pertes de propagation. Les performances des MRs en SiP en détection surfacique sont estimées à 0.1 pg.mm^{-2} pour des guides de forte largeur et de faible hauteur.

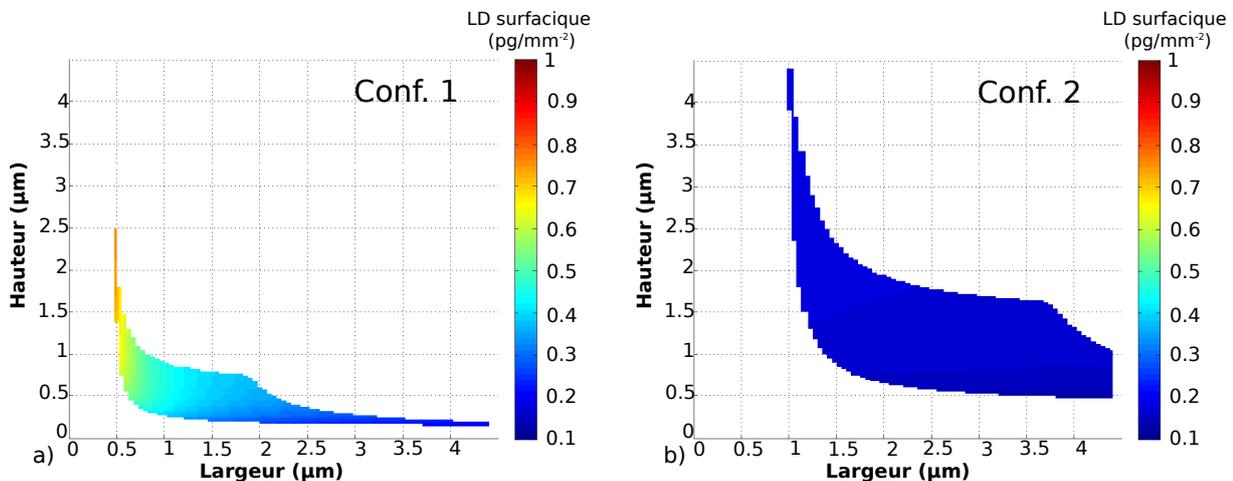


FIGURE 4.26 – Limite de détection calculée d’un MR en SiP en détection surfacique : a) Pour la configuration 1 ; b) Pour la configuration 2.

4.2.4.3 Conclusion sur l’évaluation des performances des MRs à base de guides en SiP

Une routine d’optimisation a été mise en place afin d’évaluer les performances des MRs à base de guides d’onde intégrés en matériaux poreux SiP. L’optimisation passe par le calcul de la sensibilité, des pertes de propagation optique et de l’estimation de la LD.

Pour le SiP, la principale difficulté repose dans l'estimation des pertes de propagation optique qui nécessite une bonne connaissance du matériau. Dans ce travail, le modèle des pertes de propagation optique des guides ridges en SiP prend en compte les principales composantes des pertes : les pertes par diffusion, les pertes par rugosité et les pertes dues aux matériaux. Cependant, une connaissance plus fine des spécificités des guides ridges en SiP (notamment leur rugosité de surface) permettra d'affiner le modèle des pertes de propagation optique.

Pour la LD, l'évaluation s'est faite à l'aide de l'expression analytique de la LD développée par [13] qui prend en compte le rapport signal sur bruit et le facteur de qualité des MRs. Par la suite, de nouvelles expressions analytiques prenant en compte les différents facteurs de bruits et le traitement du signal développés dans le chapitre 2 pourraient permettre d'affiner la valeur de la LD.

Les performances des guides ridges en SiP sont améliorées pour des guides présentant un plus faible contraste d'indice (configuration 2), ce qui permet de réaliser des guides de plus grandes tailles moins sensibles aux rugosités de surface.

4.3 Guides ridges hybrides polymères-silicium poreux

Nous avons vu dans le chapitre 2 que l'amélioration de la LD passe par la mise en place de MRs de référence afin de limiter l'impact des variations thermiques. De plus, l'utilisation de plusieurs MRs de mesure permet aussi d'envisager de réduire les incertitudes et d'augmenter le nombre d'analytes détectés. Il est possible d'utiliser plusieurs sources et détecteurs par l'intermédiaire de couplages multiples de type fibre-guide (par l'intermédiaire de V-groove [30]). Cependant, ce genre de fonctionnalité augmente fortement le coût du système optique et complexifie l'alignement. Les coupleurs intégrés sont faciles à réaliser et sont donc privilégiés en optique intégrée.

Pour cela, les guides d'onde doivent présenter des pertes faibles car les coupleurs induisent une division du signal optique qui réduit l'intensité du signal. Comme les guides SiP présentent des pertes élevées, la conception de guides hybrides en polymères et SiP permet d'envisager d'augmenter le nombre de transducteurs sur la puce. En effet, les guides d'onde en polymères présentent de faibles pertes et sont donc intéressants dans les guides d'accès et coupleurs dont la seule fonction est de transporter le signal. Ensuite, les transducteurs sont réalisés en SiP afin de profiter de la forte sensibilité de ces guides.

Dans cette partie, le choix du couplage entre les deux types de guides est présenté, puis les étapes de fabrication en salle blanche envisagées permettant de réaliser les transducteurs hybrides sont détaillées.

4.3.1 Design des guides hybrides polymères/SiP

Initialement, le couplage évanescent entre les guides en SU8 et les guides en SiP a été envisagé (Figure 4.27). Le couplage peut se faire horizontalement ou verticalement. Cependant une étude des incertitudes liées à la fabrication a mis en évidence un risque important de manque de reproductibilité lors de la fabrication des guides hybrides dans cette configuration. La configuration "bout à bout" présentée dans la partie 4.3.1.2 a finalement été retenue.

Dans un premier temps, les limites en termes de désaccord de phase et d'alignement du couplage évanescent sont présentées dans le cas du couplage entre guides polymères et guides en SiP. Puis la solution du couplage "bout à bout" est développée ainsi que la conception des tapers pour relâcher les contraintes d'alignement.

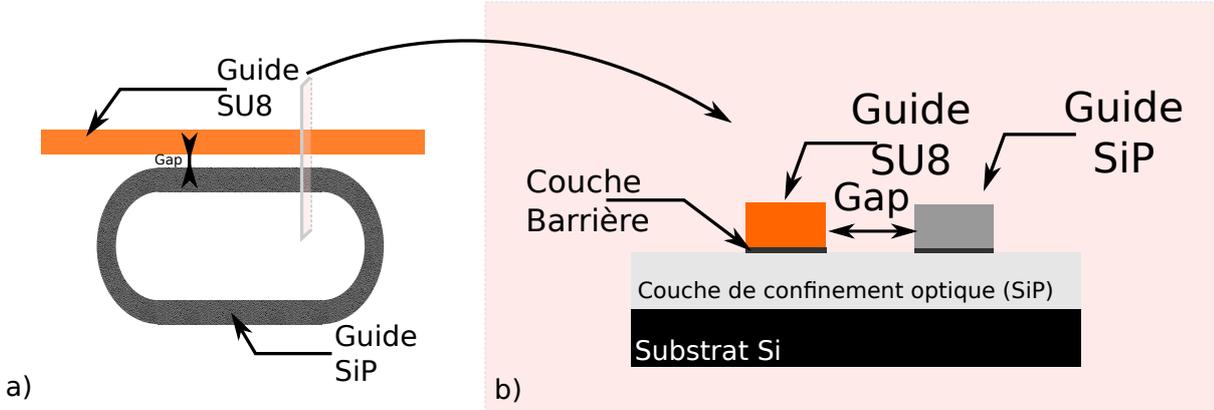


FIGURE 4.27 – Illustration du couplage évanescent entre les guides en polymères et les guides en SiP : a) Vue de dessus ; b) Vue en coupe.

4.3.1.1 Couplage évanescent entre les guides en polymères et en SiP

Dans le cas du couplage évanescent entre les deux types de guides de natures différentes et réalisés à des étapes technologiques différentes, il est nécessaire d'étudier si le couplage peut se faire de manière reproductible d'un procédé de fabrication à l'autre et si le couplage est suffisant pour que le transducteur soit performant.

Les pertes de propagation optique dans les MRs en SiP sont importantes pour la configuration 2 présentée précédemment. Elles varient entre 15 dB/cm pour les guides dans l'air et 40 dB/cm pour les guides dans l'eau.

Nous avons vu dans le Chapitre 2 que le couplage critique qui offre le meilleur contraste de résonance et qui est le plus intéressant pour la détection vérifie la relation $|t|_{crit} = a(e^{-\alpha L})$. Le taux de couplage critique $\kappa_{crit} = \sqrt{1 - |t|_{crit}^2}$ doit donc atteindre des valeurs élevées et reproductibles afin d'atteindre le couplage critique sur tous les MRs de la puce intégrée pour assurer des conditions de détection efficace.

Pour le couplage évanescent, l'accord de phase doit être maîtrisé afin d'assurer un couplage fort. De plus, l'écart (ou gap) entre les guides doit être reproductible.

4.3.1.1.1 Désaccord de phase entre les guides

Lorsque l'on cherche à coupler deux guides de matériaux différents ou réalisés lors d'étapes technologiques différentes, il est important d'étudier le désaccord de phase qui peut apparaître. En effet, nous avons vu dans le Chapitre 2, que l'efficacité de couplage dépend du désaccord de phase. Dans le cas des guides SU8 et SiP, le désaccord de phase Δ s'exprime en fonction des indices effectifs des deux guides et est donné par :

$$\Delta = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot |n_{eff,SiP} - n_{eff,SU8}| \quad (4.16)$$

Dans le cas d'un désaccord de phase, il faut s'intéresser particulièrement au couplage maximal $E = \frac{1}{1+(\frac{\Delta}{2\kappa})^2}$ possible entre les deux guides [31]. L'évolution de l'efficacité du couplage avec la différence d'indice effectif entre les deux guides est représentée en Figure 4.28.

Elle est étudiée pour deux gaps différents pour un guide carré en SU8/PMATRIFE dans l'eau de largeur $2 \mu m$ et est présentée en Figure 4.28. Typiquement, pour des guides SiP à l'air dans la configuration 2, les pertes sont de 15 dB/cm, le rayon minimal d'un MR en SiP est de $100 \mu m$ pour limiter les pertes par courbure. Pour ces valeurs, les pertes par tour $a_{SiP,max}$ sont de 0.8. Afin d'atteindre le couplage critique, le coefficient de couplage doit être de $\kappa_{min} = \sqrt{1 - a_{SiP,max}^2} = 0.6$. L'efficacité de couplage minimale $E_{min,SiP}$ doit donc atteindre κ_{min} .

En Figure 4.28, $E_{min,SiP}$ correspond à un désaccord d'indice effectif de l'ordre de $\Delta_{neff,min} = 10^{-2}$. Concrètement, le désaccord d'indice effectif doit être maintenu en dessous de $\Delta_{neff,min} = 10^{-2}$ pour atteindre les gammes de coefficients de couplage utilisées pour les MRs en SiP.

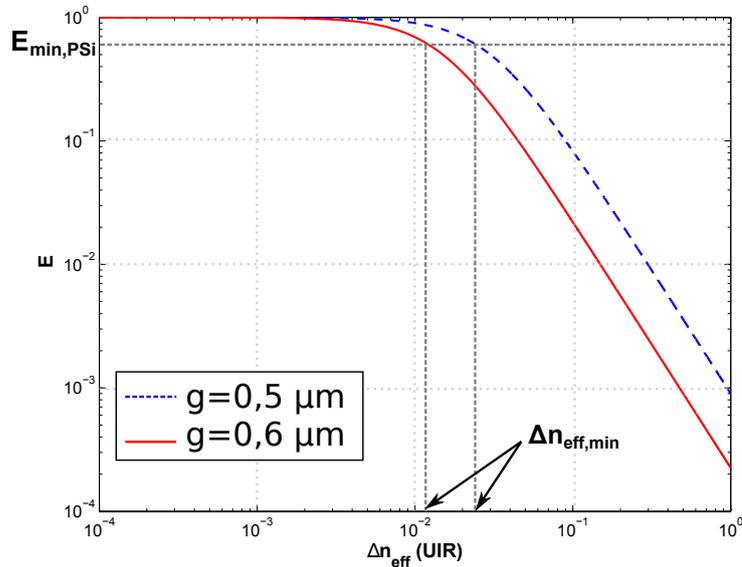


FIGURE 4.28 – Evolution de l'efficacité couplée entre les guides en fonction de la différence d'indice effectif pour deux gaps différents (guide initial ridge SU8/PMATRIFE dans l'eau largeur de $2 \mu m$).

Comme dans le Chapitre 3, il convient d'étudier les différentes sources d'incertitude d'indice effectif $\Delta n_{eff,SU8}$ et $\Delta n_{eff,SiP}$ sur chacun des guides. Comme les guides SU8 et SiP sont fabriqués à des étapes technologiques différentes, les sources d'incertitudes d'indice effectif sur chacun des guides sont décorrélées et induisent une incertitude de la différence d'indice effectif entre les deux guides :

$$\Delta(\Delta n_{eff}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \Delta n_{eff,i,SiP}^2 + \sum_{j=1}^M \Delta n_{eff,j,SU8}^2} \quad (4.17)$$

Avec N et M le nombre de sources d'incertitudes sur l'indice effectif des guides SiP et SU8 respectivement.

Par la suite, les guides ridges carrés en SiP utilisés sont de côté $2 \mu m$ et le couple d'indice (coeur / couche de confinement optique) a été choisi tel que le coeur soit d'indice proche de la SU8 (pour un faible désaccord modal) et que l'indice de la couche de confinement permette une propagation monomodale pour les dimensions choisies. $\Delta(\Delta n_{eff})$ a été calculé à partir de deux facteurs d'incertitudes de fabrication :

— **Incertitude sur l'indice des matériaux :** $\Delta n_{eff,mat}$

Une incertitude existe sur l'indice des couches de SiP lors de sa fabrication. En effet, la fabrication se fait sans contrôle de la température de la pièce et de l'hygrométrie qui influent sur les conditions de fabrication et d'oxydation des couches poreuses. L'incertitude sur l'indice d'une couche de SiP a été évaluée à $\Delta n_{mat,SiP} = 0.02$ UIR. Pour le matériau SU8, nous avons vu en Chapitre 3 qu'une incertitude plus faible existait et était liée aux conditions de fabrication $\Delta n_{mat,SU8} = 10^{-3}$ UIR.

— **Incertitude sur la taille des guides** $\Delta n_{eff,taille}$

Comme pour les guides polymères présentés en Chapitre 3, il existe une incertitude sur la taille des guides lors de leur fabrication. L'incertitude sur l'indice effectif due à l'incertitude de la taille des guides est du même ordre de grandeur que pour les guides SU8/PMATRIFE vu en Chapitre 3 et s'applique aux deux types de guides : $\Delta n_{eff,mat,SU8} = \Delta n_{eff,mat,SiP} = 2.10^{-2}$ UIR.

— **Variation de l'indice du SiP lors de la fonctionnalisation**

En plus des incertitudes de fabrication, la variation de l'indice effectif du SiP lors de la fonctionnalisation $n_{eff,SiP,0}$ (guide SiP fonctionnalisé) $< n_{eff,SiP}(t)$ (guide SiP en cours de greffage) $< n_{eff,SiP,MBSA,max}$ (guide SiP totalement greffé avec de la BSA) doit être considérée.

En effet, dans le cas de la détection surfacique, lors de la fonctionnalisation, l'indice du coeur du guide en SiP varie. La variation de l'indice effectif entre l'étape de fonctionnalisation et l'étape de greffage a été présentée en Figure 4.17. Dans le cas du couplage évanescent entre guides polymères et SiP, le greffage des analytes modifie donc considérablement le désaccord de phase entre les guides, de l'ordre de $\sigma_{SiP} = n_{eff,SiP,MBSA,max} - n_{eff,SiP,0} = 5.10^{-2}$ UIR pour un greffage complet.

Le couplage évanescent entre les guides SiP et SU8 sera donc difficile à atteindre de par la valeur élevée de $\Delta(\Delta n_{eff})$. De plus, le processus de fonctionnalisation n'est pas compatible avec le couplage évanescent d'un guide SiP avec un guide massif de par la forte variation σ_{PSi} d'indice effectif induite par la fonctionnalisation du guide SiP.

4.3.1.1.2 Reproductibilité du gap : Résolution d'alignement des photolithographies successives

Lors de la deuxième étape de photolithographie, la précision de l'alignement est cruciale afin d'obtenir le couplage désiré (Figure 4.29). La précision d'alignement de l'appareil MJB4 est estimée par le constructeur à $\Delta_{photolithographie} = \pm 0.5 \mu m$. Cette précision d'ali-

gnement introduit une erreur de 100 % pour les gaps de $0,5 \mu m$ utilisés afin de réduire la longueur L_c de la zone de couplage, cette erreur ne permet pas de maîtriser le taux de couplage correctement.

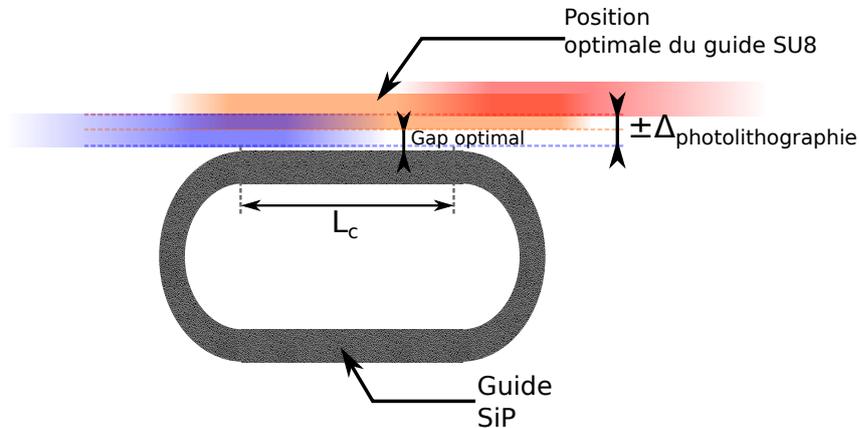


FIGURE 4.29 – Illustration de la position du guide en polymères par rapport au MR en SiP en fonction de la qualité de l’alignement lors de la deuxième étape de photolithographie.

Le couplage évanescent entre guides polymères et SiP est donc difficile à réaliser dans une optique d’utilisation des MRs hybrides pour l’application biocapteur. En effet, deux limitations apparaissent : la différence et la variation de l’indice effectif des deux types de guides qui rendent incertaines la valeur et l’évolution du couplage ainsi que l’incertitude de positionnement du guide en polymères lors de la deuxième étape de photolithographie. Par la suite, le couplage "bout à bout" entre guides polymères et SiP est envisagé afin de résoudre les problématiques identifiées dans le cas du couplage évanescent.

4.3.1.2 Couplage bout à bout entre les guides polymères et SiP

La solution de couplage retenue entre les guides en polymères et en SiP est le couplage bout à bout "*butt coupling*" présenté en Figure 4.30. Ce type de couplage permet de coupler deux guides en accolant leurs extrémités. Il est déjà utilisé pour le couplage de la fibre micro-lentillée au guide intégré en entrée et sortie du transducteur intégré. Afin d’assurer l’adaptation modale entre les guides et de relâcher les contraintes d’alignement, les bouts des guides sont adaptés à l’aide de *tapers* linéaires. Les *tapers* linéaires sont des parties de transition du guide qui permettent de faire varier la taille du mode en modifiant progressivement les dimensions du guide dans le sens de la propagation de la lumière.

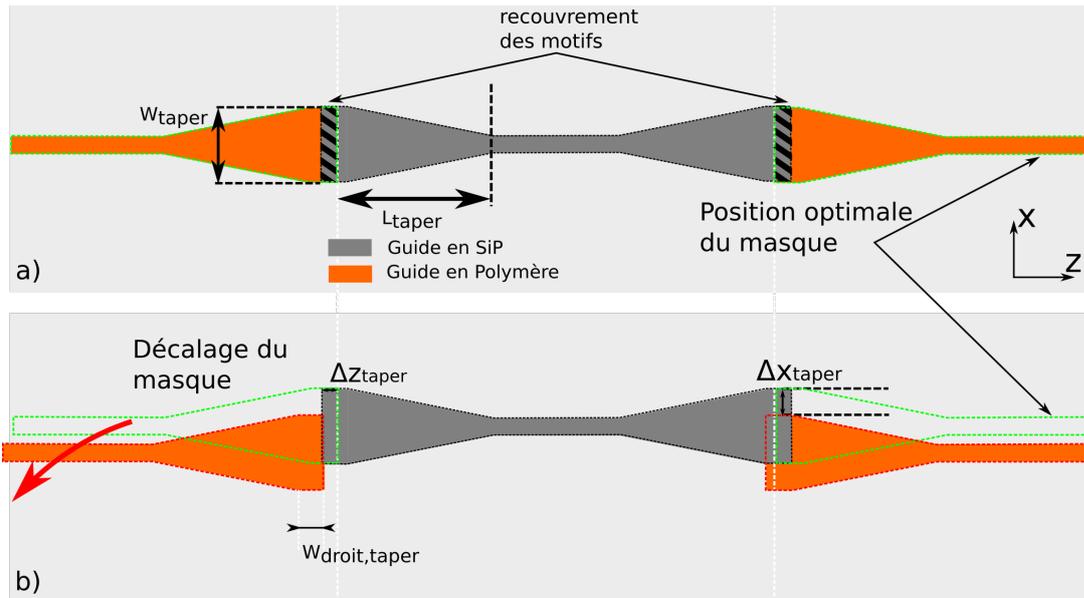


FIGURE 4.30 – Illustration de couplage par tapers linéaires bout à bout : a) Alignement idéal. b) Effet d'un désalignement suivant les axes x et z .

Un guide taperisé devient généralement multimode. Cependant, lorsque le mode fondamental est injecté en entrée de la partie taperisée, il est possible de limiter le couplage entre le mode fondamental et les modes d'ordres supérieurs et ainsi d'éviter les pertes radiatives qui apparaissent lorsque le guide se réduit à nouveau. Pour choisir la bonne longueur du taper, la structure taperisée sans désalignement présentée en Figure 4.31.a) est réalisée sous FIMMPROP avec une largeur finale de *taper* $W_{Taper} = 10 \mu m$.

Le mode TE_{00} est injecté en entrée du taper et la transmission à travers le taper est mesurée. On observe en Figure 4.31.a) que la transmission tend asymptotiquement vers une transmission quasi-totale. Les battements observés pour les faibles longueurs de tapers sont caractéristiques du couplage avec les modes d'ordres supérieurs. En Figure 4.31.b), l'effet d'un désalignement axial suivant l'axe x (voir Figure 4.30 pour les axes) est présenté. On observe que pour une longueur de *taper* suffisante ($L_{taper} = 200 \mu m$), les contraintes d'alignement sont relâchées. Cette longueur est faible comparée aux longueurs des interféromètres utilisés et impactera peu les pertes totales dans le transducteur.

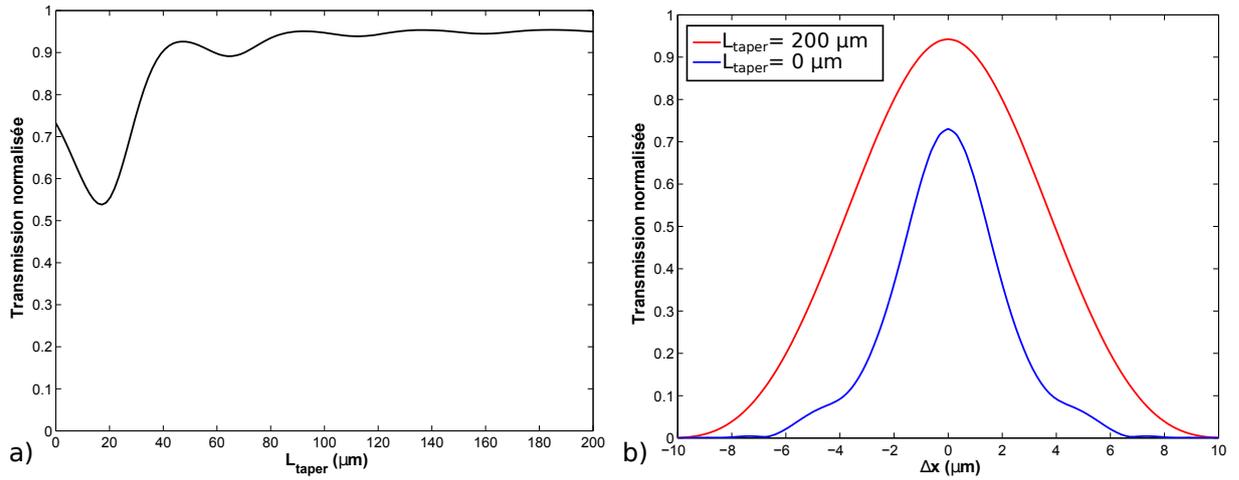


FIGURE 4.31 – Simulation de l’efficacité du couplage entre les *tapers* pour un *taper* de 10 μm de large : a) En fonction de la longueur du *taper* ; b) En fonction du désalignement suivant l’axe x.

4.3.2 Transducteur à effet Vernier hybride pour la détection surfacique

Le potentiel des transducteurs à effet Vernier avec des guides hybrides SiP/SU8 a été évalué pour la détection surfacique des molécules de BSA dont le protocole de fonctionnalisation a été présenté pour le SiP en partie 4.2.2.2.1.

La conception des transducteurs à effet Vernier hybride de type MRs cascades (Figure 4.32.a)) et MR+MZ (Figure 4.32.b)) a été développée en tenant compte des pertes induites par les guides ridges en SiP (fixée à 20 dB/cm @1550nm) et des pertes possibles dans les guides en polymères (fixées à 2 dB/cm @1550nm).

Les étapes de conception sont similaires à celles du transducteur MZ pass en polymères développé dans le Chapitre 3. Ainsi, les performances maximales de ces transducteurs ont été évaluées en prenant en compte des limites imposées par la source accordable large bande commerciale présente au laboratoire (TUNICS HP 100 de plage de mesure 100 nm) et du contraste minimal mesurable expérimentalement.

Ces travaux ont donné lieu à une publication dans laquelle sont résumées les performances de ces transducteurs pour les configurations présentées en Figure 4.32 [32].

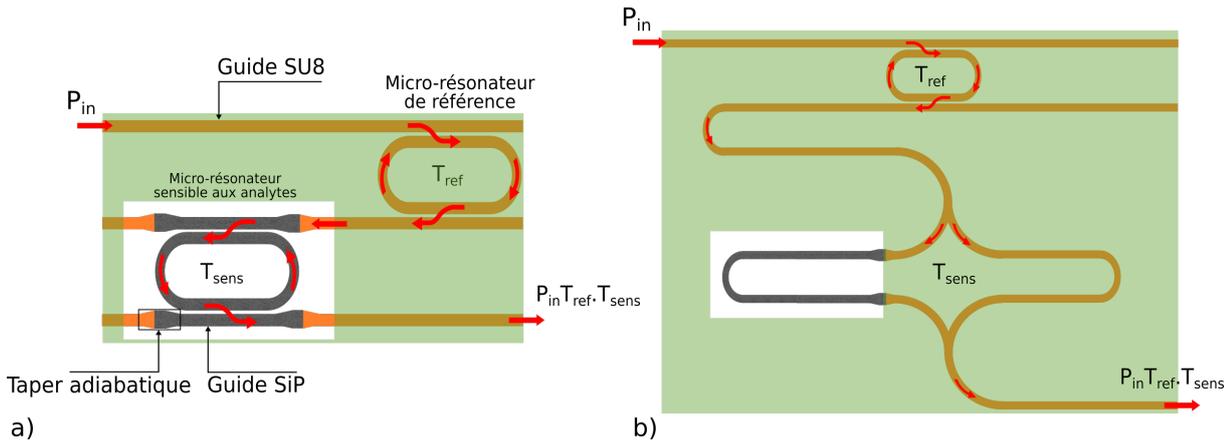


FIGURE 4.32 – Transducteurs à effet Vernier hybride : a) MRs cascades. b) MR cascade avec un MZ.

La principale différence des transducteurs à MRs cascades et en configuration MR+MZ comparés aux transducteurs en configuration "MZ-pass" repose dans l'évolution du contraste (Figure 4.33) avec la longueur des interféromètres. En effet, comme des MRs en configuration *add-drop* sont utilisés, le contraste total de la fonction de transfert diminue quand la longueur des interféromètres augmente. Le contraste est donc le facteur qui limite la longueur des interféromètres contrairement au transducteur "MZ-pass" pour lesquels le facteur limitant était l'évolution du minimum de l'enveloppe avec la longueur des interféromètres.

La sensibilité et la limite de détection ont été évaluées pour des transducteurs à effet Vernier hybride dont la longueur des interféromètres ne dépasse pas $6500 \mu\text{m}$ à $S_{Vernier} = 12,5 \text{ nm}/(\text{pg}.\text{mm}^{-2})$ et $LD_{Vernier} = 0,02 \text{ pg}.\text{mm}^{-2}$. Pour cette longueur, les coefficients de transmission pour lesquels le contraste est important ont été calculés en Figure 4.33.a) et le contraste maximal de l'enveloppe reste supérieur à 15 dB (Figure 4.33.b)).

Les performances en LD et sensibilité sont respectivement 10 fois et 330 fois plus importantes que celle d'un MR ridge en SiP en configuration 2 de dimensions $3,5 \times 1 \mu\text{m}$.

Les performances en LD et sensibilité sont respectivement 8 fois et 200 fois plus importantes que celle des transducteurs à effet Vernier fabriqués à base de guides "slot" massifs en SiNx réalisés par X.Tu *et.al.* [33].

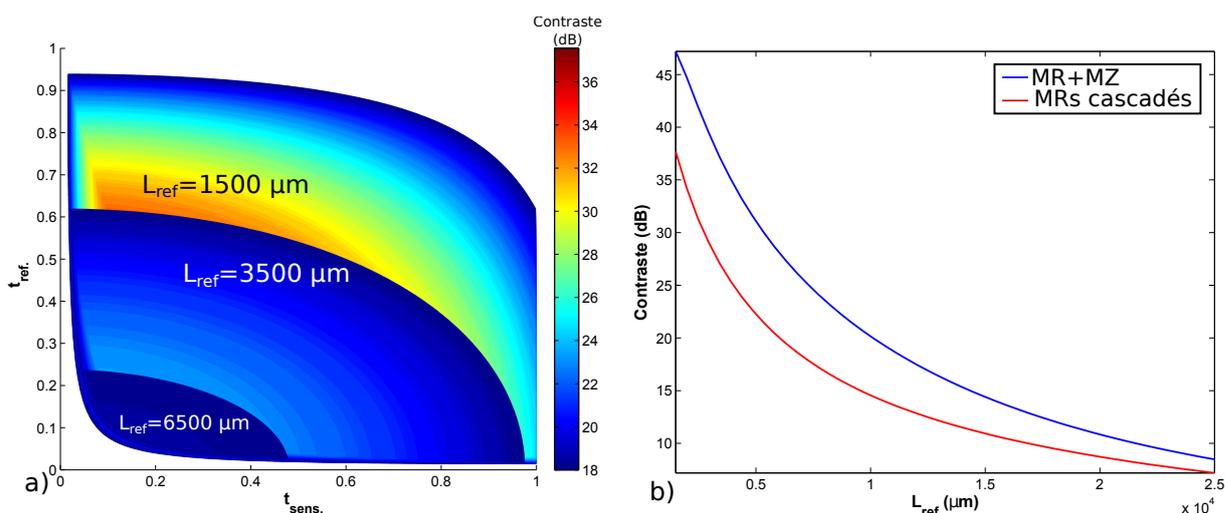


FIGURE 4.33 – a) Évolution du contraste en fonction du coefficient de couplage et de la longueur des interféromètres pour la configuration MRs cascades ; b) Comparaison des contrastes maximaux pour les configurations MRs cascades et MR+MZ.

4.4 Fabrication des guides hybrides

Les grandes étapes de fabrication des guides hybrides réalisés au cours de cette thèse sont détaillées ci-dessous. Afin d'étudier l'effet des différents paramètres de couplage et des tapers sur la transmission du transducteur, un masque de photolithographie a été réalisé et est présenté en Annexe n°4. Les paramètres de fabrication testés et les principales problématiques rencontrées lors de la fabrication des guides sont mises en avant.

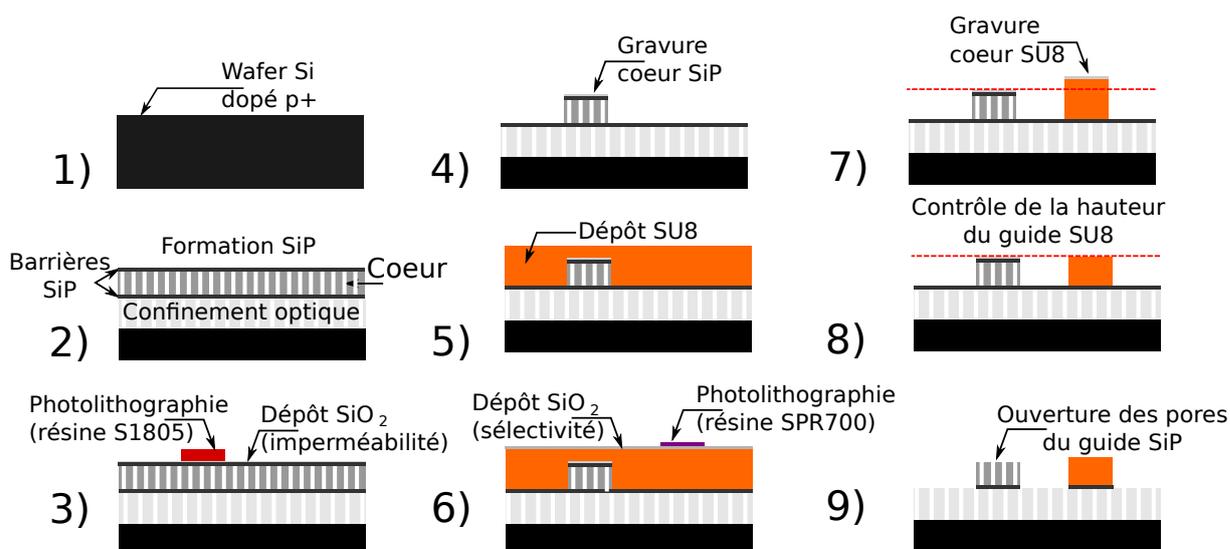


FIGURE 4.34 – Etapes de fabrication des guides hybrides SiP/SU8.

4.4.1 Étapes de fabrication

- **Étape 1 et 2 : Fabrication des couches de SiP par attaque électrochimique à partir d'un substrat de silicium dopé p+**

L'attaque électrochimique est effectuée en 4 étapes à l'aide du montage présenté en début de chapitre (Figure 4.1). Les paramètres d'attaque du SiP pour le procédé hybride ont été choisis de manière à obtenir une propagation monomodale pour des guides ridges carrés de $2 \mu\text{m}$ de côté après une oxydation partielle à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ et sont présentés en Tableau 4.4.

Le polymère utilisé pour la couche de coeur des guides en polymères est la SU8 (voir chapitre 3 partie 3.2.1 pour les spécifications du polymère SU8).

En plus des couches de coeur et de confinement optique, deux couches technologiques sont ajoutées : la barrière supérieure est une couche de SiP de faible porosité qui empêche la pénétration de la résine de photolithographie servant à la fabrication du coeur en SiP (étape 3) ; la barrière intermédiaire est une couche de SiP de même porosité que la couche barrière supérieure, cette couche empêche la pénétration du polymère SU8 de coeur de rentrer dans la couche de confinement optique (étape 5).

Les paramètres de la couche barrière entre le coeur et la couche de confinement optique ont été variés afin de tester son imperméabilité. L'imperméabilité de cette couche barrière est étudiée lors de l'étape 4 de fabrication présentée ci-dessous.

Les couches sont ensuite partiellement oxydées à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ et une couche de silice de 25 nm est déposée sur la première barrière afin d'assurer son imperméabilité lors de la première photolithographie.

On peut noter que les barrières supérieures et intermédiaires ont des propriétés physiques légèrement différentes. En effet, une couche de SiP de très faible porosité se forme lors du démarrage de l'attaque électrochimique, ce qui rend la barrière supérieure moins poreuse que la barrière intermédiaire (cette particularité est bien détaillée dans la thèse de M. Dribek [17]). Cette particularité est un des paramètres qui peut expliquer la faible imperméabilité de la barrière intermédiaire par la suite.

Tableau 4.4 – Paramètres de l'attaque électrochimique du SiP

Couche	Densité de courant (mA.cm^{-2})	Temps (s)	Épaisseur (nm)
Barrière supérieure	1	25	25
Coeur	50	75	2000
Barrière intermédiaire	1	33-100	75-200
Couche de confinement optique	80	115	5000

- **Étape 3 : Photolithographie pour la gravure du coeur en SiP**

La photolithographie du coeur du SiP est réalisée à l'aide de la résine S1805 épaisse (500 nm) afin d'obtenir une épaisseur de coeur suffisante du fait de la sélectivité

de gravure sèche S1805/SiP. Cette étape a été développée durant la thèse de P. Girault [8].

— **Étape 4 : Gravure sèche du coeur SiP**

En étape 4, la gravure sèche du coeur SiP est réalisée à l'aide du gaz CHF_3 qui assure une sélectivité de gravure entre le SiP qui est gravé chimiquement et la résine qui est gravée physiquement (voir gravure RIE en chapitre 3 partie 3.2.2.4). Les paramètres de gravures ont été développés pendant la thèse de P. Girault [8]. Contrairement aux guides ridges en SiP simples pour lesquels une sur-gravure n'altère pas la condition de guidage, le suivi de gravure des guides en SiP pour la fabrication de guides hybrides est critique. En effet, il faut atteindre la barrière sans la graver pour déposer le polymère SU8 sans qu'il pénètre dans la couche de confinement optique en SiP.

En Figure 4.35.a), l'affichage du logiciel de suivi de gravure par interférométrie d'un laser HeNe installé sur la machine de gravure RIE Corial est présenté. Le coeur du SiP d'épaisseur visée $2 \mu m$ est gravé pendant environ 4'30", puis la transition correspondant à la barrière apparaît. Lorsque la gravure n'est pas arrêtée, on observe ensuite un nouveau cycle d'interférences correspondant à la gravure de la couche de confinement optique.

La décision d'arrêt de gravure est difficile à définir étant données la rapidité de la gravure, la faible visibilité de la transition coeur/barrière et la faible reproductibilité des temps de transition (typiquement la transition est visible entre 4 et 5 minutes suivant l'échantillon).

Lorsque l'arrêt est effectué correctement, on observe systématiquement des inhomogénéités macroscopiques liées à la gravure partielle de la barrière en Figure 4.35.b).

Ces inhomogénéités peuvent s'expliquer par l'accumulation des inhomogénéités d'épaisseur des couches lors de la fabrication du SiP (en étape 2) et par l'inhomogénéité de la gravure sèche (vitesses de gravure différentes sur différentes parties du substrat).

Afin de conserver une barrière intacte, plusieurs types de barrières ont été testés et les paramètres utilisés pour ces barrières sont résumés en Tableau 4.5. L'épaisseur de la barrière a été augmentée afin d'améliorer son imperméabilité dans la limite du guidage monomode, que la couche barrière modifie à mesure que son épaisseur augmente.

Une couche de $SiNx$ a aussi été testée directement sans couche barrière intermédiaire afin d'essayer de reboucher directement les pores de surface.

La partie centrale du masque présenté en Annexe n°4, dédiée à la fabrication des structures hybrides est pourvue de guides droits. Il a donc été possible de tester le guidage des guides en polymères et en SiP indépendamment après la réalisation des étapes 1 à 7. La lumière est guidée dans les guides ridges en SiP. Cependant, aucune des conditions de fabrication de barrière n'a permis d'obtenir une condition de guidage pour les guides en polymères sur le substrat de SiP, ce problème est développé en partie 4.4.2.

Tableau 4.5 – Paramètres des barrières intermédiaires testées

Densité de courant barrière ($mA.cm^{-2}$)	Epaisseur (nm)	Type de dépôt PVD	Epaisseur visée dépôt PVD (nm)
1	75	SiO_2	25
1	100	SiO_2	25
1	200	SiO_2	25
0	0	SiN_x	100

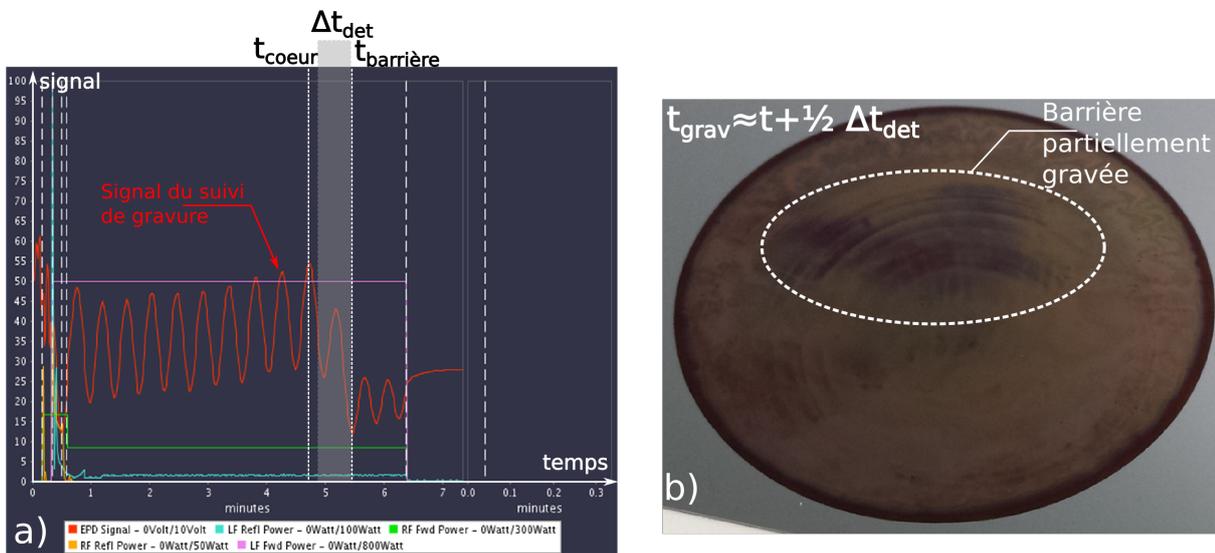


FIGURE 4.35 – a) Suivi de gravure des guides en SiP ; b) Inhomogénéités visibles (gravure partielle de la barrière).

— Étape 5 : Dépôt de la couche de coeur en polymère SU8

Afin d'obtenir la bonne épaisseur de SU8, des dilutions entre deux types de SU8 ont été effectuées (SU8-2000 et SU8-2050). En effet, la SU8-2000 utilisée pour la fabrication des guides en polymères présentait une épaisseur faible attribuée à une faible adhérence de la SU8 sur le SiP. Lorsque le ratio SU8-2000 / SU8-2050 est trop faible (Figure 4.36.a), les guides SiP ne sont pas totalement recouverts. En augmentant le ratio SU8-2000 / SU8-2050, on augmente l'épaisseur. Le ratio 25/75 présenté en Figure 4.36.b) présente une épaisseur intéressante. Il recouvre totalement les guides en SiP et ne présente pas de sur-épaisseur au niveau des guides en SiP.

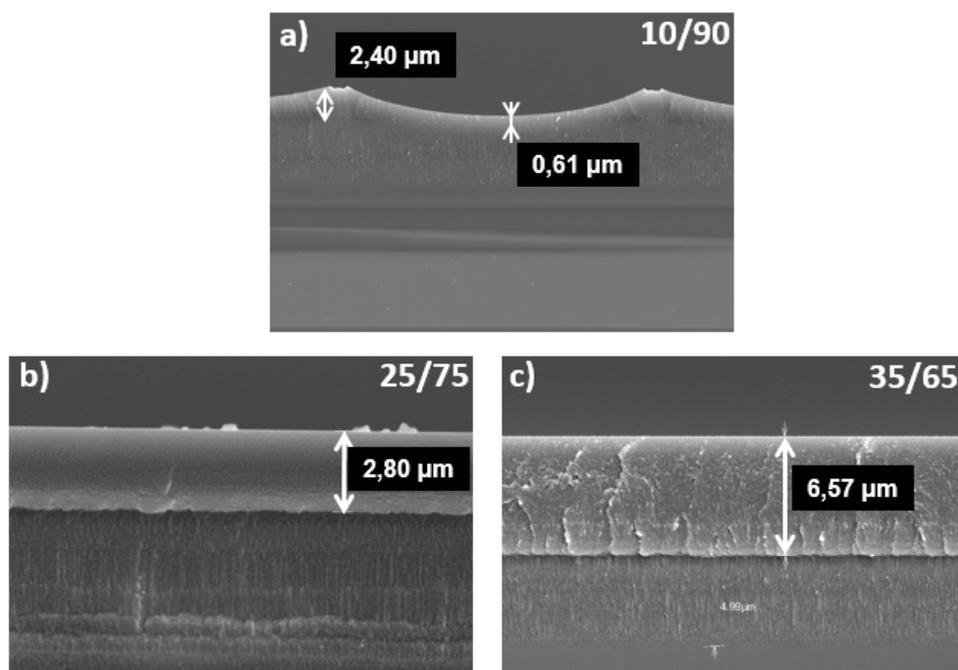


FIGURE 4.36 – Optimisation de l'épaisseur de la SU8 par dilution SU8 2050/2000 pour différents rapports : a) 10/90; b) 25/75; c) 35/65.

— **Étape 6 : Photolithographie pour la gravure du coeur en SU8**

L'alignement du masque avec les guides en SiP fabriqués lors de la première photolithographie est critique afin d'obtenir les plus faibles désalignements possibles (Figure 4.37). Sur l'ensemble des substrats testés, le désalignement est resté inférieur à $2,5 \mu\text{m}$. Ce désalignement permettra d'obtenir une efficacité de couplage supérieure à 70 % entre les guides ridges en SU8 et en SiP (voir Figure 4.31) avec les tapers linéaires présents sur le masque.

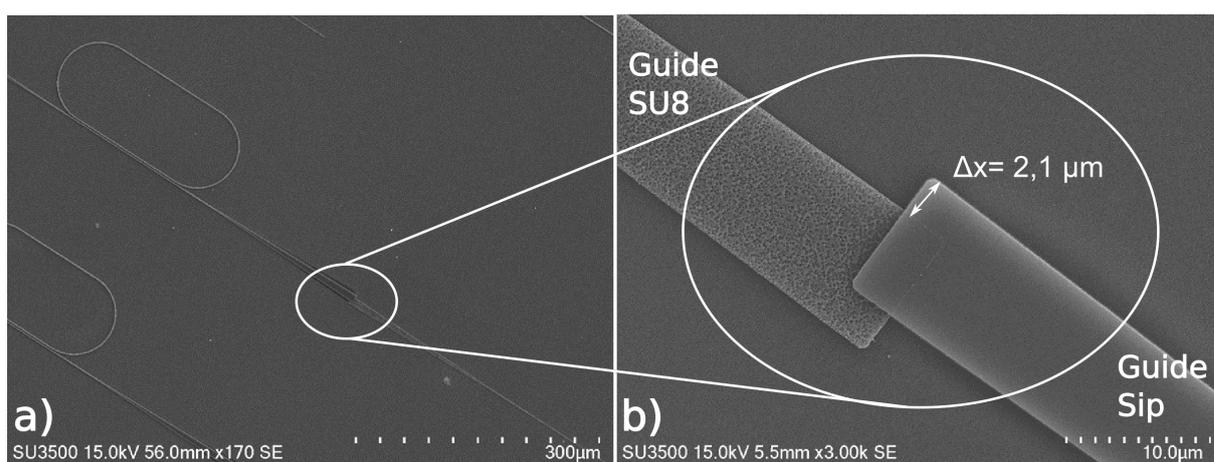


FIGURE 4.37 – Alignement des Tapers SU8/SiP à l'issue de l'étape 7

— **Étape 7 : Gravure sèche du coeur en SU8**

La gravure sèche des coeurs de SU8 est réalisée par un plasma d'oxygène. On peut observer la formation des guides ridges en SU8 à partir de la couche de SU8 déposée sur l'ensemble du substrat en étape 6, et l'absence de gravure des guides ridges en SiP avec la gravure de la SU8 en fonction du temps de gravure au MEB (Figure 4.38).

On peut vérifier que cette gravure laisse le guide ridge en SiP intact quel que soit le temps de gravure (Figure 4.38e-h)). Un phénomène de sur-gravure sur les guides en polymères apparaît après 15 minutes de gravure (Figure 4.38.c)). A l'issue de la gravure, le guide en SU8 est légèrement sur-gravé et le guide en SiP est intact. La couche de silice assurant la sélectivité de gravure avec le polymère déposée à l'étape 6 devra donc être augmentée afin d'améliorer la sélectivité de la gravure du polymère SU8 à l'étape 7.

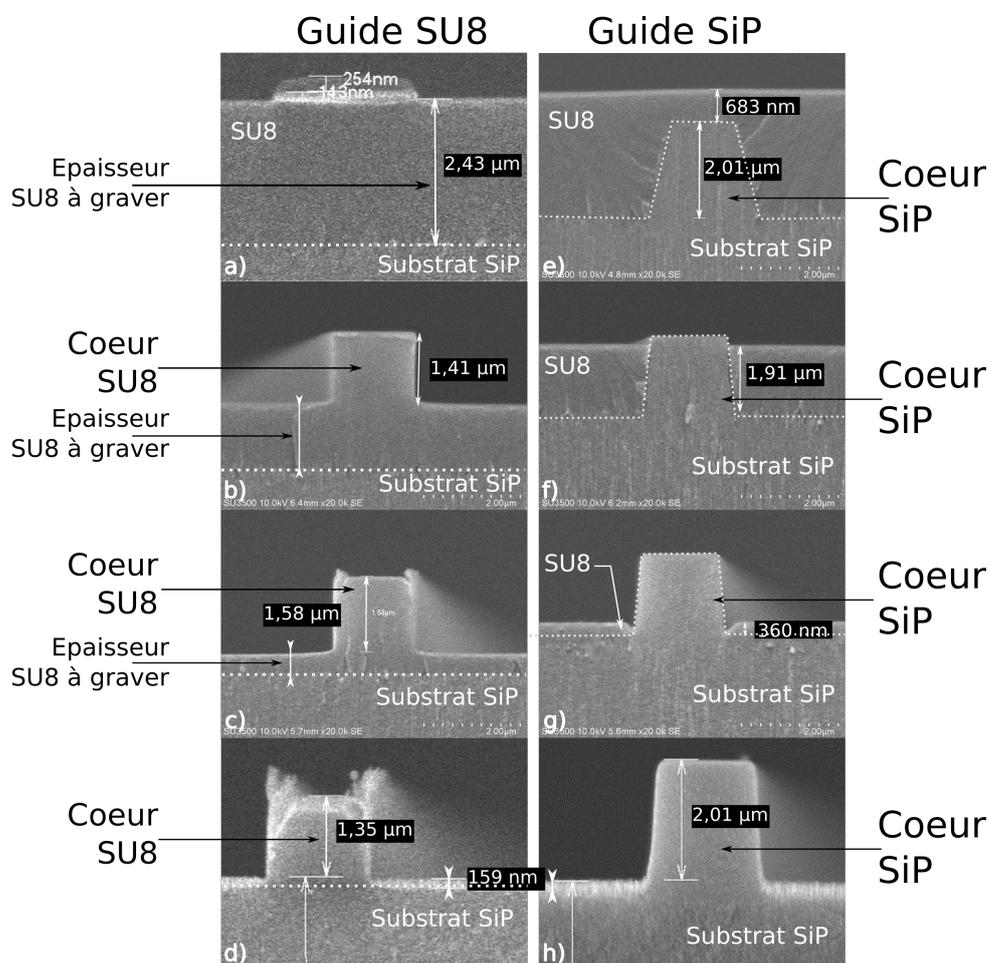


FIGURE 4.38 – Gravure oxygène des guides en SU8 : a) Après la gravure SF6 ; b) Après 10 minutes de gravure oxygène ; c) 15 minutes ; d) 20 minutes. Observation du guide en SiP pendant la gravure : e) Après la gravure SF6 ; f) 5 minutes de gravure oxygène ; g) 15 minutes ; h) 20 minutes.

- **Étape 8 et 9 : Homogénéisation de la hauteur du coeur en SU8 et ouverture des pores du guide en SiP**

Les étapes 8 et 9 n'ont pas été testées expérimentalement, elles consistent à effectuer de petites gravures RIE supplémentaires afin d'homogénéiser les hauteurs des guides et de supprimer la couche barrière technologique supérieure pour ouvrir les pores du guide SiP et ainsi faciliter la pénétration des analytes.

4.4.2 Vers l'obtention de la condition de guidage dans les guides en polymères

La condition de guidage des guides en polymères est la dernière barrière à la fabrication des guides hybrides. Des guides ridges SU8/SiP ont été réalisés (étape 5 du procédé) et ne guident pas. La condition de réflexion totale interne n'est pas respectée, on a donc :

$$n_{SU8} > n_{SiP, \text{confinement}}$$

Deux hypothèses principales peuvent être formulées pour expliquer le guidage inexistant : la pénétration de la SU8 dans la couche de confinement poreuse (Figure 4.39) et/ou la couche de confinement poreuse d'indice trop élevé. Ces deux hypothèses restent à vérifier. Si la couche de confinement est d'indice de réfraction trop élevé, il peut facilement être abaissé en augmentant la densité de courant lors de la fabrication du SiP. Cependant, cette hypothèse est la moins plausible car elle impliquerait une erreur importante dans l'évaluation de l'indice du SiP.

La pénétration de la SU8 dans la couche de confinement reste donc l'hypothèse la plus vraisemblable. Afin de lever l'incertitude, plusieurs méthodes de caractérisation pourront être envisagées : mesure au spectromètre de l'indice de la couche de confinement ou analyse par spectrométrie Raman de la couche de confinement (présence de SU8 dans la couche de confinement par identification de liaisons de type organiques).

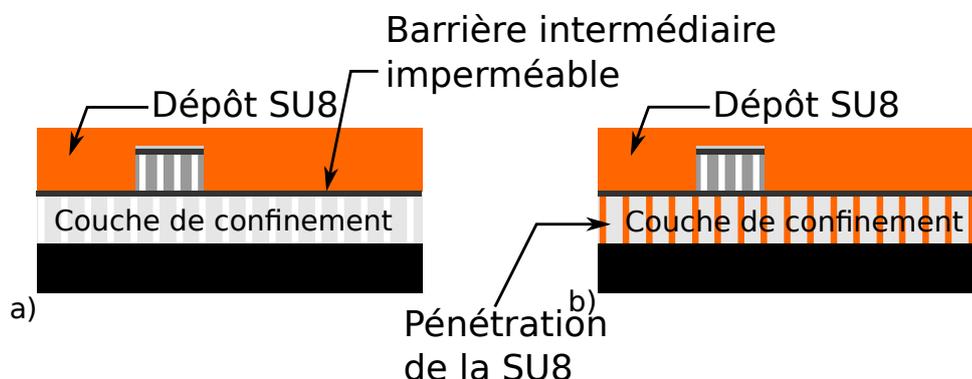


FIGURE 4.39 – Etape 5 de fabrication : a) Couche intermédiaire de SiP imperméable (condition de guidage); b) Pénétration de la SU8 dans la couche de confinement optique (couche intermédiaire de SiP non imperméable; pas de condition de guidage).

4.5 Perspectives sur les transducteurs hybrides polymères-SiP

4.5.1 Autres méthodes de fabrication des guides hybrides polymères / SiP

Une piste importante de simplification est de réaliser directement un guide en SiP sur un substrat de SOI dopé p+ réalisé par "*wafer bonding*". Les guides en SiP sur substrat de silice présenteraient alors une couche de confinement massive qui éviterait toute pénétration de la SU8. La réalisation technologique de Silicium poreux sur isolant (SiPOI) repose sur la disponibilité des substrats SOI dopé p+ présentant une épaisseur de silicium dopé p+ comprise entre 0,5 et 4 μm et sur l'adaptation de la cellule d'attaque électrochimique afin d'effectuer le contact électrique de la cathode sur le haut du substrat de SOI (contrairement à un contact par le dessus pour un substrat de silicium).

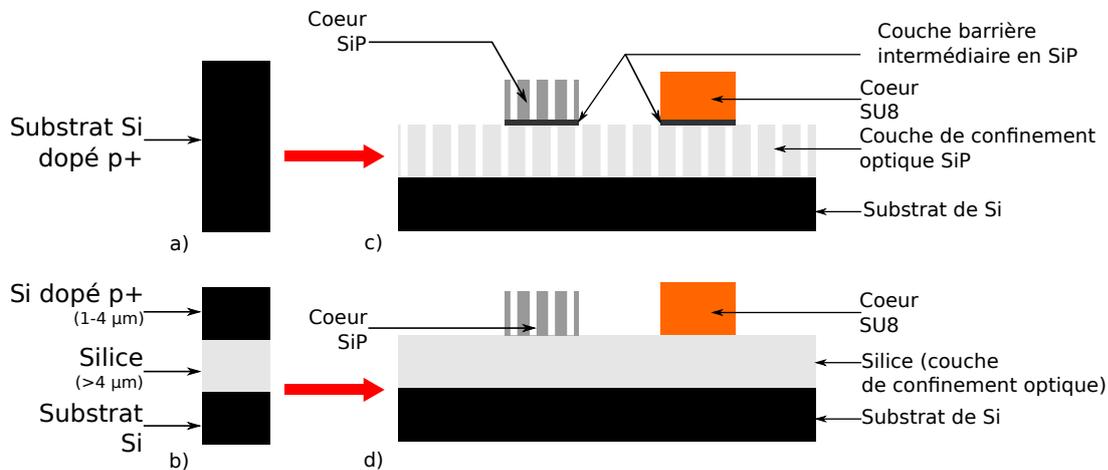


FIGURE 4.40 – Substrats initiaux utilisés pour la fabrication des guides hybrides intégrés a) Substrat de silicium b) Substrat de SOI. Configuration des guides après fabrication c) Guides hybrides réalisés dans ce travail avec couche de confinement en SiP d) Guides hybrides avec couche de confinement en silice.

4.6 Conclusion sur les transducteurs hybrides polymères-SiP

L'étude théorique des pertes de propagation et de la sensibilité des guides en SiP développée dans ce chapitre permet de mieux comprendre l'effet des différents paramètres (taille du guide et porosités) impliqués dans la propagation du champ EM dans un guide ridge en SiP et de la détection de molécules à l'aide de ce matériau. La sensibilité des MRs à base de guides en SiP peut atteindre 800 nm/UIR en détection homogène et 0,038 $\text{nm}/(\text{pg}.\text{mm}^{-2})$ en détection surfacique.

Pour les guides SiP, plusieurs contributions de pertes de propagation (pertes par rugosité, pertes de diffusion volumique et pertes d'absorption dues aux matériaux) ont été étudiées. Parmi ces contributions, les pertes par rugosité et les pertes dues aux matériaux sont les

plus importantes dans les guides en SiP. La valeur exacte de ces deux contributions de pertes pourra être affinée par la suite en effectuant des mesures de rugosité sur les guides SiP et de pertes sur du SiP partiellement oxydé.

L'utilisation de la définition de la limite de détection développée par [13] permet d'estimer la LD de MRs fabriqués avec des guides SiP en utilisant les pertes de propagation optique calculées, les performances évaluées sont de 2.10^{-5} UIR en détection homogène et inférieure à 1 pg.mm^{-2} en détection surfacique.

Pour répondre à la forte contrainte des pertes de propagation élevées dans le SiP, une structure hybride comportant des guides en SiP et en polymères a été proposée. La conception de cette structure a été réalisée et les principaux défis liés à sa fabrication ont été mis en évidence. Le principal défi de fabrication des guides hybrides repose dans la non pénétration du polymère dans le SiP. La fabrication de SiP à partir d'un substrat SOI adéquat (dopé p+ et de bonne épaisseur) peut être envisagée.

Les structures hybrides composées à la fois de guides massifs en polymères et de guides poreux en SiP sont prometteuses pour la détection surfacique d'analytes. En effet, le calcul des performances des transducteurs à effet Vernier hybride composés de guides SiP/SU8 montre une amélioration des performances par rapport à un MR en SiP seul d'un facteur 330 pour la sensibilité ($S_{Vernier,hybride} = 12,5 \text{ nm}/(\text{pg.mm}^{-2})$) et $S_{surf,SiP}=0,038 \text{ nm}/(\text{pg.mm}^{-2})$) et proche d'un facteur 10 pour la limite de détection ($LD_{Vernier,hybride}=0,02 \text{ pg.mm}^{-2}$ et $LD_{surf,SiP}= 0,1 \text{ pg.mm}^{-2}$).

Bibliographie

- [1] A.Uhlir, "Electrolytic shaping of germanium and silicon," *The Bell System Technical Journal*, vol. 35, no. 2, pp. 333–347, 1956.
- [2] A. G. Cullis, L. T. Canham, and P. D. J. Calcott, "The structural and luminescence properties of porous silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 82, no. 3, pp. 909–965, 1997.
- [3] H. Foll, M. Christophersen, J. Carstensen, and G. Hasse, "Formation and application of porous silicon," *Materials Science and Engineering R*, vol. 280, pp. 1–49, 2002.
- [4] M. Hiraoui, *Etude et réalisation de nano-structures photoniques anti-resonantes se de silicium poreux oxyde et fonctionnalise : applications aux biocapteurs*. PhD thesis, Institut FOTON, 2012.
- [5] R.L.Smith and S.D.Collins, "Porous silicon formation mechanisms," *J. Appl. Phys.*, vol. 71, no. 8, 1992.
- [6] S. Basu and J. Kanungo, *Nanocrystalline Porous Silicon, Chap.10*. 2011.
- [7] B. Bardet, D. D. S. Meneses, T. Defforge, J. Billoue, and G. Gautier, "In situ investigation of mesoporous silicon oxidation kinetics using infrared emittance spectroscopy," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 18, pp. 18201–18208, 2016.
- [8] P. Girault, *Micro-resonateurs integres pour des applications capteurs*. PhD thesis, Institut FOTON, 2016.
- [9] B. Fodor, E. Agocs, B. Bardet, T. Defforge, F. Cayrel, D. Alquier, M. Fried, G. Gautier, and P. Petrik, "Porosity and thickness characterization of porous si and oxidized

- porous silicon layers an ultraviolet-visible-mid infrared ellipsometry study,” *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 227, pp. 112–120, 2016.
- [10] V. Bruggeman, “Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen. i. dielektrizitätskonstanten und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen,” *Ann Phys*, vol. 416, no. 7, pp. 636–664, 1935.
- [11] N. Lorrain, M. Hiraoui, M. Guendouz, and L. Haji, “Functionalization control of porous silicon optical structures using reflectance spectra modeling for biosensing applications,” *Materials Science and Engineering : B*, vol. 176, no. 14, pp. 1047–1053, 2011.
- [12] G. Bomchil and A. Halimaoui, “Porous silicon : The material and its applications to soi technologies,” *Microelectronic Engineering*, vol. 8, pp. 293–310, 1988.
- [13] I.M. White and X. Fan, “On the performance quantification of resonant refractive index sensors,” *Optics Express*, vol. 16, no. 2, pp. 1020–1028, 2008.
- [14] A. B. Fallahkhair, K. S. Li, and T. E. Murphy, “Vector finite difference modesolver for anisotropic dielectric waveguides,” *J. Lightwave Technol.*, vol. 26, pp. 1423–1431, 2008.
- [15] R. Caroselli, D. M. Sanchez, S. P. Alcantara, F. P. Quilez, L. T. Moran, and J. Garcia-Ruperez, “Real-time and in-flow sensing using a high sensitivity porous silicon microcavity-based sensor,” *Sensors*, vol. 17, p. 2813, 2017.
- [16] J. Lawrie, Y. Jiao, and S. Weiss, “Size-dependent infiltration and optical detection of nucleic acids in nanoscale pores,” *IEEE transactions of nanotechnology*, vol. 9, no. 5, pp. 596–602, 2010.
- [17] M. Dribek, *Etude et réalisation de nanostructures photoniques se de silicium poreux chimiquement fonctionnalisées vue d’une application biocapteur*. PhD thesis, Institut FOTON, 2010.
- [18] M. H. Chan, S. K. So, and K. W. Cheah, “Optical absorption of free-standing porous silicon films,” *J. Appl. Phys.*, vol. 79, no. 6, 1996.
- [19] P. Pirasteh, J. Charrier, Y. Dumeige, S. Haesaert, and P. Joubert, “Optical loss study of porous silicon and oxidized porous silicon planar waveguides,” *Journal of Applied Physics*, vol. 101, 2007.
- [20] K. P. Yap, A. Delage, J. Lapointe, B. Lamontagne, J. H. Schmid, P. Waldron, B. A. Syrett, and S. Janz, “Correlation of scattering loss, sidewall roughness and waveguide width in silicon-on-insulator (soi) ridge waveguides,” *JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY*, vol. 27, no. 18, 2009.
- [21] F. P. Payne and J. P. R. Lacey, “A theoretical analysis of scattering loss from planar optical waveguides,” *Optical and Quantum Electronics*, vol. 26, pp. 977–986, 1994.
- [22] J. Charrier, Y. Dumeige, P. Pirasteh, and M. Gadonna, “Effect of interface roughness and polarization on the optical losses of porous silicon-based waveguides,” *IET Micro and Nano Letters*, vol. 7, no. 3, pp. 275–278, 2012.
- [23] V. Chamard, P. Bastie, D. L. Bolloch, E. Elkaim, C. Ferrero, J.-P. Lauriat, F. Rieutord, and D. Thiaudiere, “Evidence of pore correlation in porous silicon : An x-ray grazing-incidence study,” *Physical Review B*, vol. 64, no. 24, 2001.
- [24] S. F. Liew, S. M. Popoff, A. P. M. W. L. Vos, and H. Cao, “Transmission channels for light in absorbing random media : From diffusive to ballistic-like transport,” *Physical Review B*, vol. 89, 2014.

- [25] A. Kirchner, K. Busch, and C. M. Soukoulis, “Transport properties of random arrays of dielectric cylinders,” *PHYSICAL REVIEW B*, vol. 57, no. 1, 1998.
- [26] L. Golovan and V. Y. Timoshenko, “Nonlinear-optical properties of porous silicon nanostructures,” *Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics*, vol. 8, no. 223-239, 2013.
- [27] A. D. Bristow, N. Rotenberg, and H. M. V. Driel, “Two-photon absorption and kerr coefficients of silicon for 850–2200 nm,” *Applied Physics letters*, vol. 90, p. 191104, 2007.
- [28] S. C. Baker-Finch, K. R. McIntosh, D. Yan, K. C. Fong, and T. C. Kho, “Near-infrared free carrier absorption in heavily doped silicon,” *Journal of Applied Physics*, vol. 116, no. 063106, 2014.
- [29] P. Girault, P. Azuelos, N. Lorrain, L. Poffo, J. Lemaitre, P. Pirasteh, I. Hardy, M. Thual, M. Guendouz, and J. Charrier, “Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application,” *Optical Materials*, vol. 72, pp. 569–601, 2017.
- [30] J. Kremmel, T. Lamprecht, N. Cramer, and M. Michler, “Passively aligned multichannel fiber-pigtailing of planar integrated optical waveguides,” *Optical Engineering*, vol. 56, no. 2, 2017.
- [31] P. Latawiec, M. J. Bureka, V. Venkataraman, and M. Loncar, “Waveguide-loaded silica fibers for coupling to high-index micro-resonators,” *arXiv*, 2015.
- [32] P. Azuelos, P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, I. Hardy, M. Guendouz, and M. Thual, “Theoretical investigation of vernier effect based sensors with hybrid porous silicon-polymer optical waveguides,” *Journal of Applied Physics*, vol. 121, p. 144501, 2017.
- [33] X. Tu, J. Song, T.-Y. Liow, M. K. Park, J. Q. Yiyang, J. S. Kee, M. Yu, and G.-Q. Lo, “Thermal independent silicon-nitride slot waveguide biosensor with high sensitivity,” *Opt. Express*, vol. 20, pp. 2640–2648, Jan 2012.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale

Ce travail avait pour but de continuer le développement de capteurs optiques intégrés dans le domaine du proche infrarouge à l'Institut Foton. Il fait suite aux travaux en optique intégrée de M. Dribek, M. Hiraoui et P. Girault. La thématique de recherche sur les biocapteurs optiques intégrés est liée au fort besoin de nouveaux moyens de détection d'analytes en très faible concentration dans le domaine de la santé nécessitant le développement de capteurs spécifiques ultra performant.

Ce travail visait à étudier et à concevoir un capteur hybride intégré à effet Vernier à base de MRs permettant d'exalter la sensibilité en comparaison avec l'état de l'art et d'obtenir de très faibles limites de détection notamment dans le cadre de la détection de biomolécules spécifiques dans le secteur de la santé. Cet accroissement de ces performances généré par l'effet Vernier est également particulièrement dû à l'utilisation d'un MR sensible aux molécules à détecter réalisé en silicium poreux qui permet, de par sa grande surface spécifique, le greffage de molécules spécifiques et de par son aspect poreux, une meilleure interaction du signal optique avec ces molécules que dans les matériaux massifs. En raison de pertes optiques inhérentes à cet aspect poreux, le reste de la structure, dont le MR de référence, est constitué de matériaux polymères particulièrement intéressants pour leur facile mise en œuvre, leur faible coût et leurs faibles pertes optiques.

Cette étude s'est organisée autour de quatre grands axes : la conception des transducteurs simples et à effet Vernier à base de MRs par simulation numérique, leur fabrication en salle blanche, la caractérisation de leur réponse à l'aide d'un banc de test optique et le traitement du signal afin d'améliorer leur limite de détection.

Afin de concevoir les transducteurs optiques intégrés, les critères de performance du capteur ont été clairement définis dans le Chapitre 1 : la sélectivité, la limite de détection, le multiplexage et la simplicité du dispositif. La simplicité de fabrication et le multiplexage sont des qualités intrinsèques aux capteurs optiques intégrés, tandis que la sélectivité des transducteurs aux différents analytes biologiques est assurée par la fonctionnalisation chimique. Le travail s'est donc concentré autour de l'amélioration de la limite de détection des capteurs à base de MRs et des outils de simulation numérique qui facilitent la conception des transducteurs et la lecture de la mesure.

Plus précisément, l'étude de la sensibilité et des incertitudes de mesure d'un MR simple a d'abord été mise en place en effectuant des simulations numériques. En constatant que la

sensibilité d'un MR simple en matériaux massifs était limitée, la conception de transducteurs à base de MRs cascades ou associés dans une structure interférométrique de type Mach-Zehnder et permettant d'augmenter fortement la sensibilité grâce à l'effet Vernier a été proposée. La bonne maîtrise des guides en polymères à l'institut Foton a permis de mettre en place la conception d'un transducteur à effet Vernier en matériaux polymères SU8/PMATRIFE. Puis la bonne maîtrise de la conception de MRs simple et des MRs à effet Vernier ainsi que des guides en matériaux polymères ou silicium poreux puis de structures à effet Vernier associant des MRs en matériaux polymères a permis d'envisager de fabriquer des transducteurs hybrides en matériaux silicium poreux et polymères permettant de profiter à la fois de la forte sensibilité des guides en silicium poreux et des faibles pertes de propagation optique des guides en polymères.

Pour cela, le travail effectué est résumé en quatre chapitres :

- Dans le Chapitre 1, l'intérêt du développement de capteurs performants pour la détection d'analytes biologiques a été présenté. Plus particulièrement, le défi de la détection de protéines en faible quantité dans le sang, qui sont d'intérêt pour l'identification de pathologies est expliqué. L'utilité des capteurs optiques intégrés fonctionnalisés dans le domaine du proche infrarouge pour résoudre cette problématique a été présenté. Les différents types de capteurs optiques proposés dans la littérature ont été listés et leurs performances ont été répertoriées. Parmi ces capteurs, ceux à base de MRs intégrés simples ou cascades sont prometteurs car ils reposent sur des techniques de fabrication dérivée de la micro-électronique. Le travail de thèse a donc consisté à étudier, fabriquer et caractériser des biocapteurs à base de MRs simples ou cascades en matériaux polymères et silicium poreux.

- La conception de MRs intégrés repose sur une bonne compréhension de leur fonctionnement. Le principe de propagation optique dans un guide d'onde intégré a donc été introduit dans le Chapitre 2. Puis le couplage évanescent entre deux guides permettant de concevoir les MRs a été introduit.

Les principales caractéristiques d'un MR ont été présentées. Parmi celles-ci, les variations de la réponse optique d'un MR introduites par la présence d'analytes greffés sur le guide (détection surfacique) ou en solution (détection homogène) ont été étudiées en détail. Les notions de sensibilité et de limite de détection (LD) d'un MR simple ont alors été introduites. Pour l'étude et l'optimisation de la LD d'un MR, un effort a été effectué afin d'identifier les différentes sources de bruit de mesure présentes expérimentalement, pour calculer la LD et identifier des pistes de réduction de bruit. La méthode de Monte Carlo a été utilisée comme un outil permettant d'observer l'effet des différentes sources de bruit sur l'incertitude totale et de mettre en évidence l'intérêt du traitement du signal pour la réduction de la limite de détection avec les transducteurs intégrés à base de MRs.

- Après avoir étudié l'intérêt d'un MR simple, la possibilité d'utiliser deux MRs associés dans une structure à effet Vernier a été présentée dans ce chapitre. Pour cela, le principe de l'effet Vernier a été rappelé et son intérêt pour augmenter la sensibilité des transducteurs à effet Vernier d'un facteur $G_{Vernier}$ comparé à un MR simple a été présenté.

Ensuite, la réalisation d'un transducteur à effet Vernier en polymère a été présentée. Les polymères utilisés pour la fabrication de guides ridges intégrés dans le proche infrarouge

ont été rappelés, plus particulièrement, des guides en polymères SU8 et PMATRIFE ont été fabriqués puis caractérisés. En particulier, leurs pertes de propagation optique dans la plage de mesure du laser accordable utilisé ainsi que l'incertitude sur l'indice effectif de ces guides ont été évaluées.

Ces caractéristiques ont permis de mettre en place un algorithme d'optimisation du transducteur à effet Vernier en polymères. Pour vérifier la validité de l'algorithme d'optimisation, un transducteur à effet Vernier en polymères en configuration MZ pass (un MR sur chaque bras d'un MZ) a été fabriqué (cette configuration avait été étudiée seulement théoriquement dans la littérature). Le transducteur a été caractérisé avec des solutions de glucose afin d'évaluer sa sensibilité en détection homogène. La sensibilité a été mesurée et est égale à 17558 nm/UIR, ce qui est l'une des sensibilités les plus élevées de l'état de l'art. Le gain Vernier $G_{Vernier}$ par rapport à un MR seul en polymères a été évalué à un facteur 152, ce qui est le gain Vernier le plus élevé mesuré dans la littérature et qui atteste la bonne maîtrise de la conception des transducteurs à effet Vernier. Enfin, la LD a été évaluée en utilisant la méthode de Monte Carlo développée dans le Chapitre 2.

- La bonne maîtrise de la fabrication des guides d'ondes intégrés à base de matériaux polymères et silicium poreux (SiP) au laboratoire a permis dans cette thèse de réaliser des transducteurs à effet Vernier associant plusieurs MRs présentés en Chapitre 3 et d'envisager la fabrication de transducteurs hybrides à base de MRs en silicium poreux et en polymères dans le Chapitre 4.

Pour cela, les performances des guides en SiP ont été estimées théoriquement afin d'optimiser les paramètres de fabrication du SiP et la géométrie des guides dans le but de maximiser leurs performances. Ensuite, le couplage entre guides en polymères SU8 et guides en SiP a été envisagé. Une solution de couplage bout à bout a été privilégiée à un couplage évanescent, car cette première technique est plus résiliente aux incertitudes de fabrication et à l'évolution de l'indice des guides en SiP lors de la fonctionnalisation. Les performances de transducteurs hybrides à effet Vernier ont pu alors être évaluées et une amélioration d'un facteur 10 de la limite de détection par rapport à des MRs simples en SiP a pu être obtenue.

Dans un dernier temps, les premiers tests de fabrication en salle blanche de MR simples hybrides associant un guide d'accès en polymères et un résonateur en forme d'anneau en silicium poreux ont été réalisés. Le procédé de fabrication a pu être mis en place et des guides en polymères SU8 et en SiP ont été fabriqués. Le guidage de ces structures reste à réaliser, en particulier, la pénétration du polymère dans la couche de confinement optique en SiP reste l'hypothèse principale pour expliquer le non-guidage des structures.

Les travaux présentés dans les Chapitres 2 à 4 laissent des perspectives de recherche indiquées ci-après.

Perspectives

Ce travail laisse plusieurs pistes afin d'améliorer les capteurs intégrés à base de matériaux polymères et silicium poreux. Elles ont été listées à la fin des Chapitres 2, 3 et 4 et sont synthétisées ci-dessous :

- L'estimation de la limite de détection à l'aide des incertitudes liées au rapport signal

sur bruit, au bruit de fréquence de la source et aux variations thermiques ainsi que l'utilisation du traitement du signal permet d'envisager des travaux centrés sur la maîtrise et la réduction des bruits de mesure des biocapteurs. En effet, en utilisant plusieurs MRs standard et MRs de référence ainsi qu'un montage expérimental étudié pour réduire les trois principales sources de bruit, il est possible de diminuer fortement la limite de détection.

Ensuite, il a été mis en évidence que pour la détection de molécules en solution dans l'eau, par exemple pour la détection homogène ou pour le suivi de greffage de molécules en solution aqueuse, l'eau est un milieu fortement absorbant dans le proche infrarouge. Il sera donc intéressant par la suite de s'intéresser à la réalisation de transducteurs optiques intégrés dans des gammes de longueur d'onde moins absorbantes, par exemple dans la gamme du visible (bleu) entre 300 et 400 nm.

- Dans le Chapitre 3, un transducteur à effet Vernier en matériaux polymères a été réalisé grâce à un algorithme d'optimisation. Cependant, des marges de fabrication importantes ont été conservées. Grâce à la bonne maîtrise du procédé de fabrication des guides en matériaux polymères SU8 et PMATRIFE, il est possible de réaliser des transducteurs à effet Vernier plus sensibles en réduisant les marges de fabrication.

De plus, il pourra être intéressant d'utiliser des sources à très large bande avec les transducteurs à effet Vernier afin de pouvoir augmenter la sensibilité de ces transducteurs.

- Pour les capteurs hybrides à effet Vernier, la principale perspective est de lever le verrou de fabrication technologique que représente la pénétration de la SU8 dans la couche de confinement optique en SiP. Pour cela, une voie originale est proposée consistant à réaliser directement des guides en SiP sur un wafer de SOI dopé p+ et d'utiliser ainsi la silice comme couche de confinement optique empêchant la pénétration de la SU8.

Annexe 1 : Calcul du coefficient de couplage

Coefficient de couplage co-propagatif évanescent avec la méthode de Marcatili

La méthode développée par Marcatili [1] permet de donner une distribution analytique du champ d'un guide d'onde rectangulaire à partir de la résolution des équations de Maxwell en négligeant la contribution des champs sur les bords du guide comme représenté en Figure.4.41. Le champ prend une forme sinusoïdale dans le guide et décroît exponentiellement à l'extérieur. Une expression du coefficient de couplage κ pour les modes TE et TM est donnée par Marcatili et peut être directement utilisée afin de calculer les coefficients de couplage et de transmission sur toute la zone de couplage à l'aide de l'expression 2.48b. Ces expressions analytiques des coefficients de couplage ont été calculées par Marcatili en évaluant les constantes de propagation des modes symétriques et antisymétriques par une méthode perturbative représentée en Figure.4.42 dans la zone de couplage, ces expressions ont été corrigées au premier ordre par [2].

La méthode de Marcatili donne une estimation du profil modal et du coefficient de couplage entre deux guides identiques à condition que le contraste d'indice entre la couche de guidage et les autres couches soit faible et que les guides soient faiblement couplés. En effet, lorsque le champ évanescent du guide devient important, les contributions des bords externes du guide deviennent non négligeables. De même, le calcul du taux de couplage nécessite de prendre en compte la contribution du champ évanescent présent dans les bords extérieurs dans le cas d'un fort couplage. On peut donc s'attendre dans ce cas à un écart entre la valeur trouvée par la méthode de Marcatili et les méthodes numériques ou les résultats expérimentaux. Récemment, une adaptation de la méthode de Marcatili pour les guides à fort contraste d'indice a été proposée et permet de calculer le coefficient de couplage de guides SOI [3].

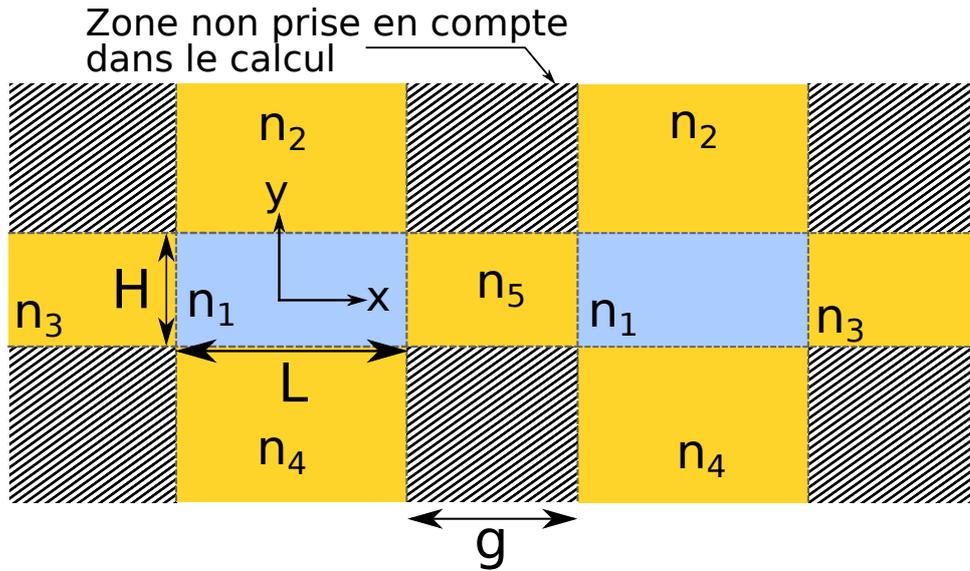


FIGURE 4.41 – Zones prises en compte dans le calcul du couplage à l’aide de la méthode de Marcatili [1].

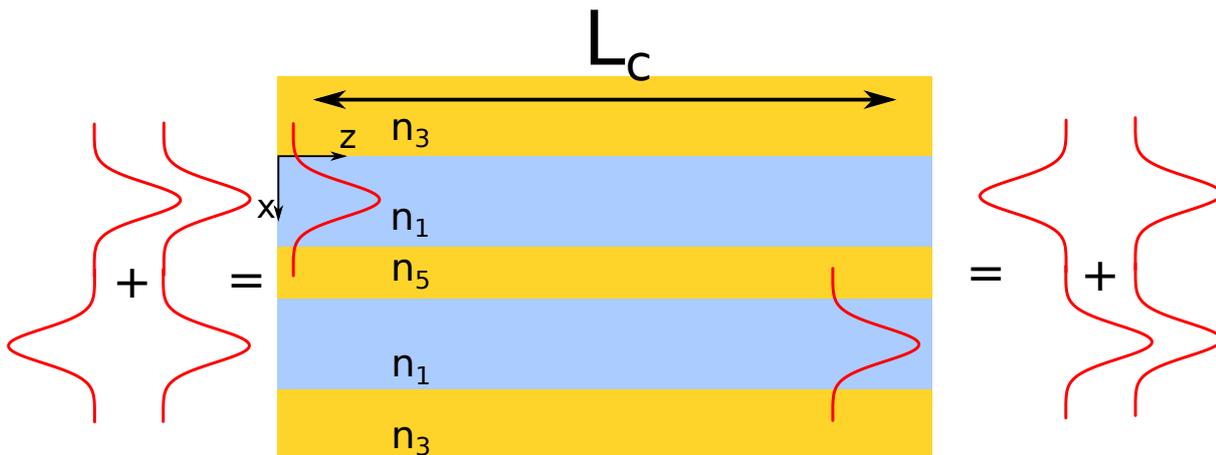


FIGURE 4.42 – Couplage entre guides par l’interférence de modes symétriques et antisymétriques se propageant à des vitesses de propagation différentes.

L’évolution du taux de couplage κ calculé à l’aide de la méthode de Marcatili est représentée en Figure.4.43.a)b)c)d), afin de mettre en évidence l’influence de différents paramètres sur le couplage. Nous observons en Figure.4.43.a) que le choix du gap est important dans le choix du couplage. En Figure.4.43.b), le taux de couplage dépend aussi des paramètres opto-géométriques du guide. En Figure.4.43.c), le taux de couplage varie avec la longueur de couplage L_c présenté dans l’équation 2.48b. Enfin en Figure.4.43.d), le taux de couplage dépend de la longueur d’onde. Cette dépendance est critique notamment lorsque l’étude de transducteurs fonctionnant sur une grande plage de longueurs d’onde ne permet pas de négliger la dépendance du taux de couplage avec la longueur d’onde.

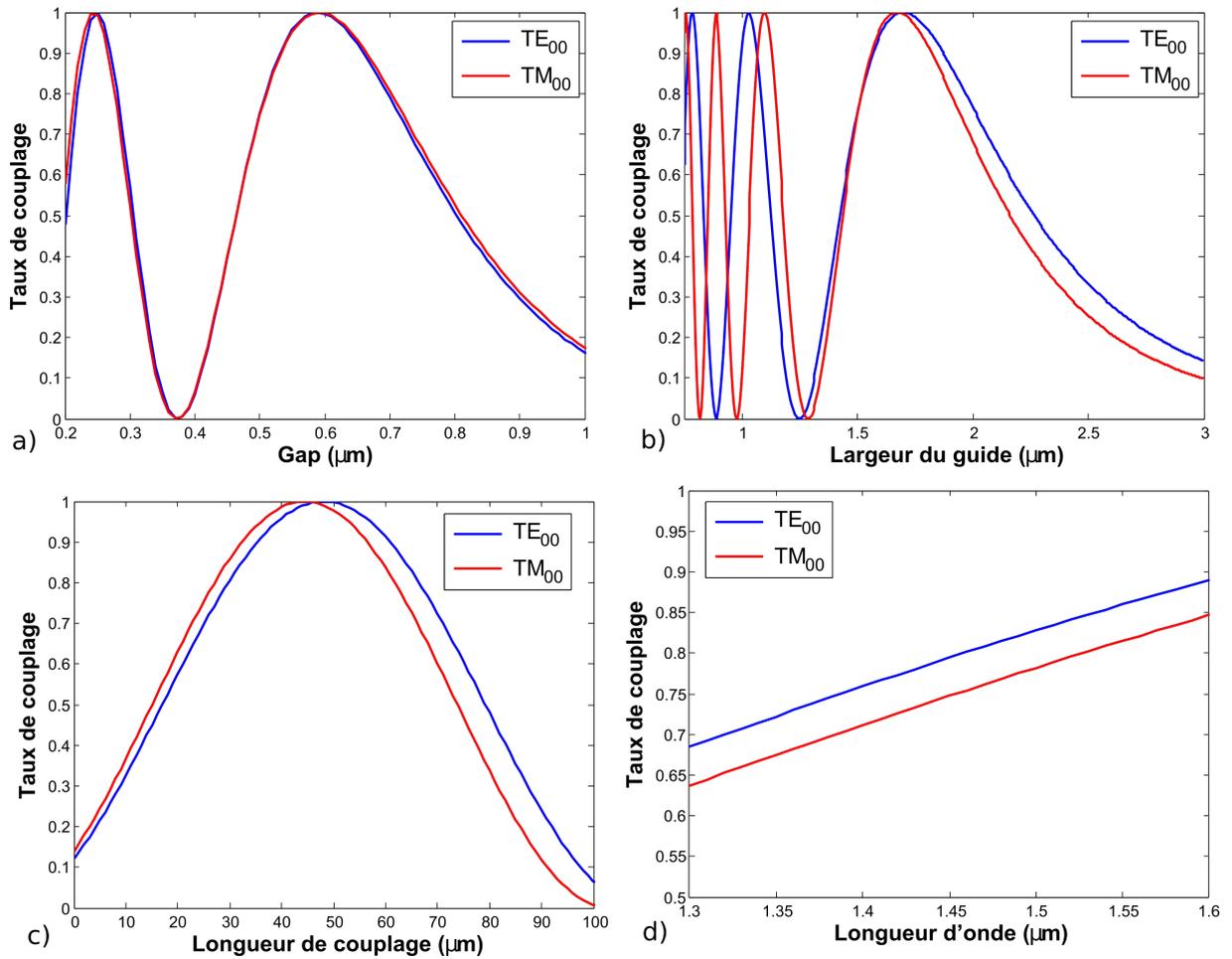


FIGURE 4.43 – Variation du taux de couplage entre guides rectangulaires par la méthode de Marcatili $n_{coeur} = 1.57914$, $n_{substrat} = 1.4113$ et $n_{superstrat} = 1.3101$, rayon fixé à $100 \mu m$ et gap fixé à $0.5 \mu m$ a) Suivant la largeur du gap pour un guide carré de $1.5 \mu m$ b) Suivant la largeur du guide pour une hauteur de guide de $1,5 \mu m$ c) Suivant la longueur de couplage pour un guide rectangulaire de largeur $1,3 \mu m$ et de hauteur $1,5 \mu m$ d) Suivant la longueur d'onde pour un guide carré de $1,5 \mu m$.

Annexe 2 : Traitement du signal large bande d'un MR simple

Dans cette Annexe, les outils de simulation permettant l'extraction des paramètres d'un MR seul par le traitement du signal de sa transmission expérimentale sont présentés. Le code Matlab est donné à la fin de l'Annexe. Le traitement du signal d'un MR seul sur toute sa gamme spectrale permet de décrire l'évolution de la fonction de transfert par l'intermédiaire des principaux paramètres de la fonction de transfert d'un MR présentés dans le Chapitre 2.

En particulier, l'évaluation des longueurs d'onde de résonance λ_{res} , des pertes par tour a et des coefficients de transmission $|t|$ en fonction de la longueur d'onde nous intéresse.

Quelques illustrations de traitement du signal sur des mesures de MRs en polymères SUS/PMATRIFE sont ensuite présentées et leur utilité pour la caractérisation des biocapteurs à base de MRs simples est illustrée.

Paramètres à extraire de la transmission expérimentale d'un MR

— Position des longueurs d'onde de résonance

Le paramètre principal à extraire pour les mesures de transduction avec des biocapteurs à base de MRs est la longueur d'onde de résonance. Afin d'extraire les positions des longueurs d'onde de résonance dans le spectre de transmission d'un MR, un traitement du signal basé sur l'identification des extrema est proposé.

Une fois que les longueurs d'onde de résonance sont extraites, l'évolution de l'ISL peut être évaluée sur toute la plage spectrale.

— Dispersion modale : $n_{eff}(\lambda)$

La mesure de l'intervalle spectral libre donne accès à l'indice de groupe par la relation 2.72 en connaissant le périmètre du résonateur. L'évolution de l'indice de groupe avec la longueur d'onde peut être comparée avec sa valeur théorique déterminée à l'aide de la dispersion des matériaux constituant le guide et de la dispersion introduite par la forme du guide. Elle est calculée à l'aide des méthodes décrites en partie 2.2.3.1 et 2.2.3.2. Cette mesure peut servir à comparer la validité de la mesure expérimentale avec les modèles théoriques des paramètres opto-géométriques du guide (dimensions et indices de réfraction des matériaux) et est utilisée dans le Chapitre 3 en partie 3.3.2.

— Pertes par tour a et coefficient de transmission $|t|$

Les pertes par tour a et le taux de couplage $|t|$ agissent tous les deux sur le contraste et la finesse. La valeur du contraste et de la finesse peuvent être définis expérimentalement en mesurant les maxima et minima de la fonction de transfert, les ISLs et les LMHs. Les pertes par tour et le taux de couplage sont les deux inconnues des équations du second degré définies par la finesse et le contraste. Pour un MR simple, la résolution des équations couplées 2.76 et 2.63 a été étudiée par [4] et [5].

Pour un MR en configuration add-drop, une proposition a été apportée par [6] en mesurant les deux sorties du microrésonateur. Dans le cas où les pertes de propagation ont été mesurées en fonction de la longueur d'onde à l'aide d'une méthode décrite en section 3.3.1.1, il est possible d'extraire le coefficient de couplage à partir des relations 2.76 et 2.77 de la finesse.

Dans ce travail, l'extraction des pertes par tour et du coefficient de transmission est proposé par ajustement non linéaire de la fonction de transfert du MR avec la transmission expérimentale. Cette approche permet d'optimiser facilement l'ajustement avec la courbe expérimentale.

Outils développés pour l'extraction des paramètres et l'optimisation du traitement du signal

Identification des longueurs d'onde de résonance

La première étape de l'analyse de la transmission d'un MR est l'identification des maxima. En effet, ces valeurs permettront ensuite de calculer le reste des paramètres caractéristiques de la fonction de transfert (ISL, LMH ...). Pour cela, le tableau des valeurs expérimentales d'intensité en fonction des longueurs d'onde $I = f(\lambda)$ est utilisé, on note $\delta\lambda = \lambda_{i+1} - \lambda_i$ la résolution de l'acquisition qui est une constante sur la plage d'acquisition $\lambda \in [1500 \text{ nm}; 1625 \text{ nm}] = \Delta\lambda_{exp}$, la taille du vecteur est donc $N = \frac{\Delta\lambda_{exp}}{\delta\lambda}$. Les longueurs d'onde correspondant aux minima (longueurs d'onde de résonance) sont identifiées par la condition :

$$\lambda_{min} \Leftrightarrow f(\lambda_{min} \pm 0.45.ISL_{init}) - f(\lambda_{min}) > 0 \quad (4.18)$$

Avec ISL_{init} , une valeur approchée de l'ISL estimée à l'aide des deux premières résonances ou de l'indice de groupe simulé préalablement. La condition 4.18 s'applique après un filtre lissant effectué sur les données expérimentales (Figure 4.44), qui permet de diminuer le nombre de faux minima et d'améliorer la précision d'identification des minima. Pour cela, une régression polynomiale locale d'ordre 2 résolue par la méthode des moindres carrés est utilisée (méthode LOESS). Cette méthode consiste à remplacer les valeurs d'intensités expérimentales I_k par les valeurs approchées $g_k(\lambda_k)$, avec g_k une fonction du second degré définie sur l'intervalle $[\lambda_k - \Delta\lambda; \lambda_k + \Delta\lambda]$, qui minimise la somme :

$$\min\left(\sum_{i=k-h}^{k+h} (y_i - g_k(\lambda_i))^2\right) \quad (4.19)$$

Cet outil est implémenté sous Matlab à l'aide de la fonction "smooth" utilisée avec la méthode "LOESS". La plage du filtre $\Delta\lambda$ peut être fixée entre $\delta\lambda$ et Δ_{exp} . Il est nécessaire d'étudier la plage de moyennage $2.\Delta\lambda$ optimale afin de réduire l'incertitude de mesure σ sur la longueur d'onde de résonance (étudiée dans le Chapitre 2 en partie 2.5.3.4.1).

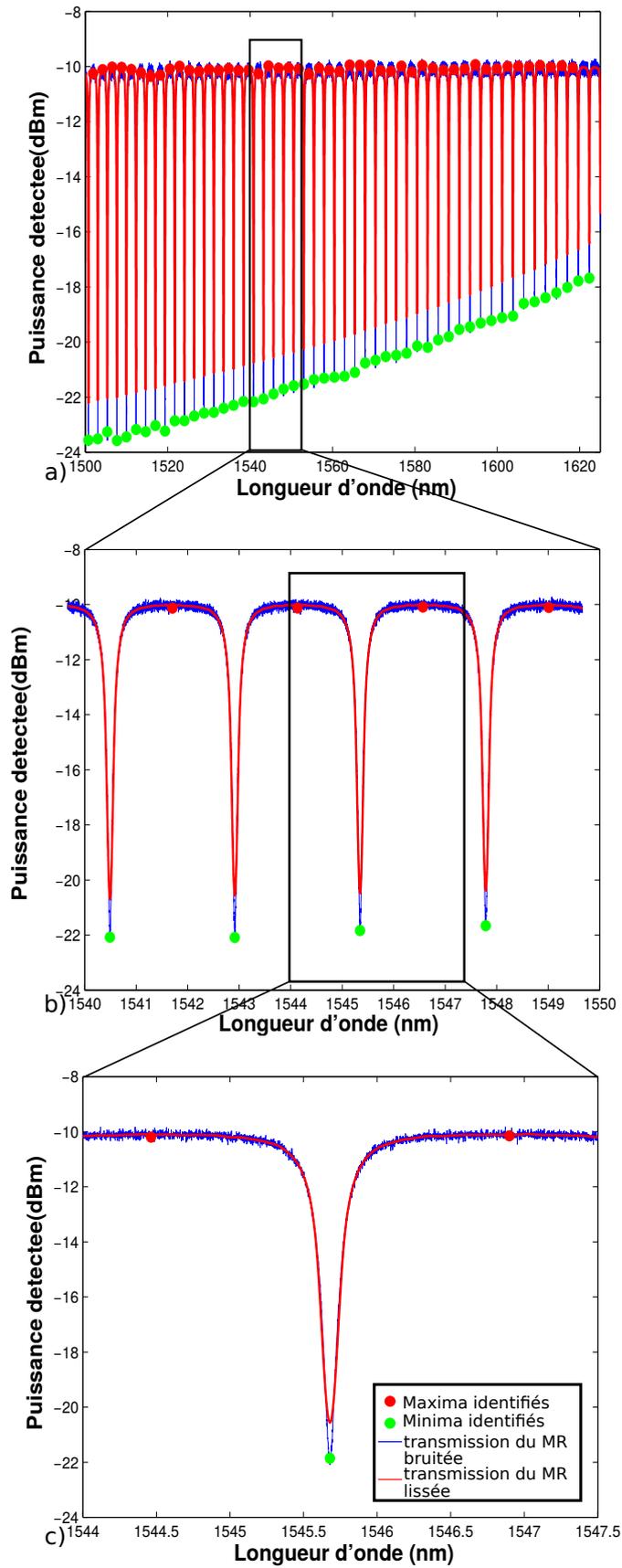


FIGURE 4.44 – Transmission d'un MR simulée avec $SNR=20dB$ et $\sigma_\lambda=0.1$ pm, extraction des extrema par lissage a) sur la plage 1500-1620 nm b) zoom sur la plage 1540-1550 nm, c) zoom sur la plage 1544-1547.5nm.

L'indice de groupe peut alors être calculé à l'aide des l'ISLs extraits, des longueurs d'onde de résonance et du périmètre du MR, par l'intermédiaire de de la relation 2.72. La mesure de l'écart type indiqué dans la Figure 4.45, permet d'évaluer la précision de l'estimation de l'indice de groupe. L'écart type d'ajustement, de l'ordre de 10^{-4} UIR, est bien inférieur aux valeurs d'incertitude sur l'indice de groupe estimées dans le Chapitre 3 en partie 3.3.2.

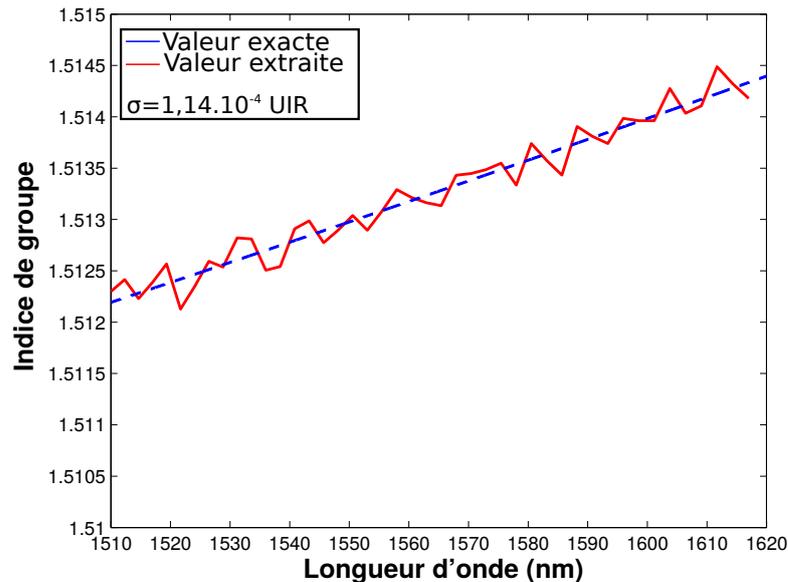


FIGURE 4.45 – Indice de groupe extrait de la transmission simulée bruitée d'un MR (présentée en Figure 4.44)

Vérification et optimisation de l'algorithme de traitement du signal

Le signal du MR est reconstruit pour chaque résonance à l'aide de la position de la longueur d'onde de résonance, de la puissance, des pertes par tour et du coefficient de transmission extraits. On peut observer le bon accord entre le spectre simulé et le spectre ajusté en Figure 4.46.a).b). Afin d'améliorer encore le traitement du signal, le résidu (Figure 4.46.c)) qui correspond à la différence entre le spectre simulé et le spectre ajusté pourra encore être diminué. Pour cela, un ajustement non-linéaire pondéré à l'aide du résidu pourra être utilisé.

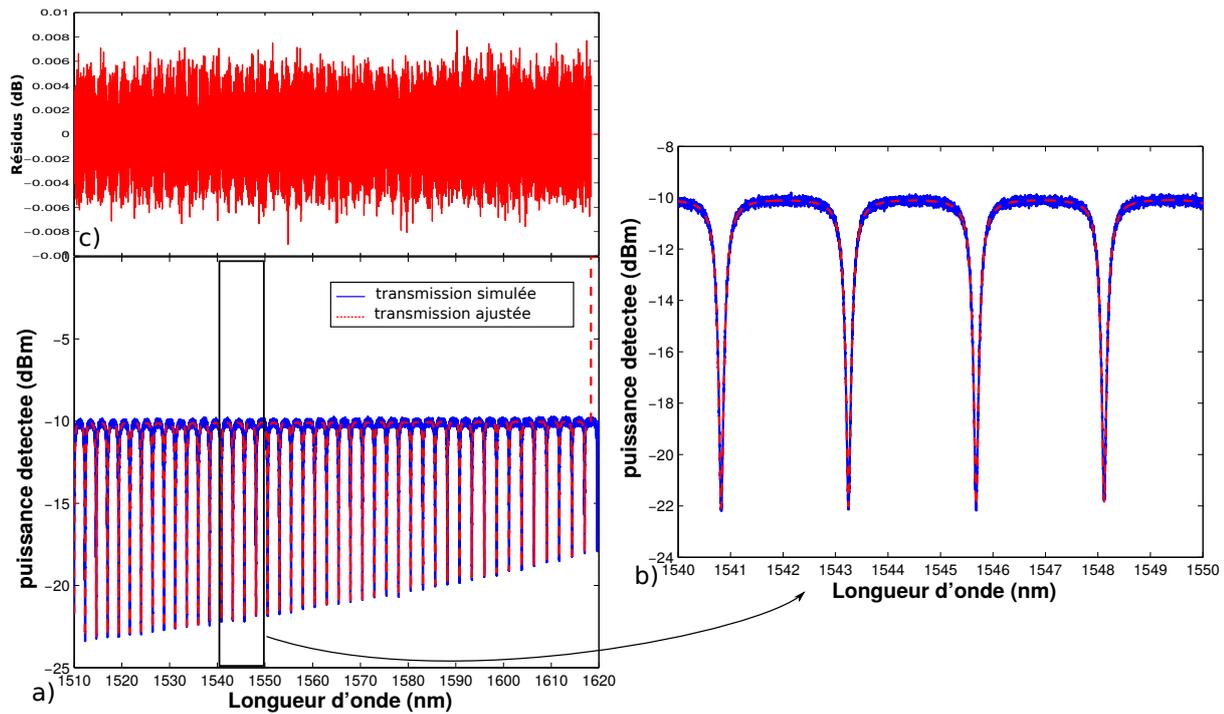


FIGURE 4.46 – a) Transmission simulée bruitée et ajustement b) zoom sur la plage 1540-1550 nm c) Résidus.

Dans le cas où les pertes de propagation sont connues, il est possible de différencier les pertes par tour du coefficient de transmission. On peut comparer leurs valeurs à celles simulées (Figure 4.47.a) dans le cas d'une évolution linéaire croissante des pertes par tour et du coefficient de couplage simulé). Des paramètres typiques d'un MR comme le facteur de qualité ou la finesse peuvent alors être calculés à l'aide des pertes par tour et du coefficient de transmission extraits (Figure 4.47.b).

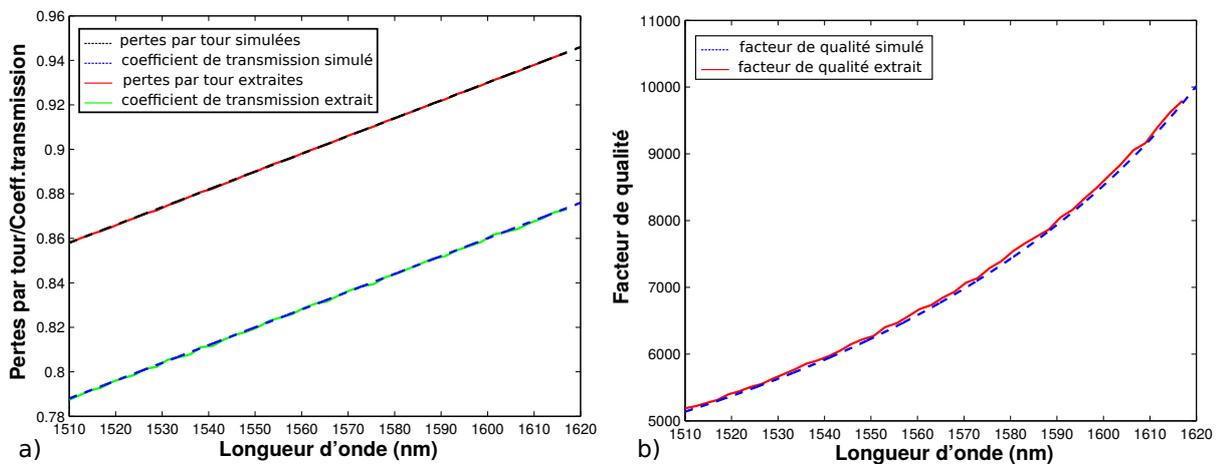


FIGURE 4.47 – a) Pertes par tour et coefficient de couplage simulées et extraites du MR b) Facteur de qualité simulé et extrait.

Détail de la fonction d'analyse

Le détail des codes de la fonction permettant de générer la fonction bruitée et la fonction d'analyse est donné ci-dessous :

Contents

- - Programme d'analyse de fonction de transfert de microresonateurs Paul Azuelos 2018-
- Definition des pertes par tour, du coefficient de transmission et de l'indice effectif
- insertion des bruits de fréquence et bruit d'intensité
- Calcul de la fonction de transfert bruitée
- Analyse de la fonction de transfert bruitée à l'aide de la fonction d'analyse
- Calcul de l'écart type entre indice de groupe simulé et indice de groupe ajusté

- Programme d'analyse de fonction de transfert de microresonateurs Paul Azuelos 2018-

```
clear all
clc
close all
global fun_save
global R_save
% longueur d'onde de debut de calcul
lambdamin=1.5*10^-6;
%longueur d'onde (en m)
lambdamax=1.625*10^-6;
% Longueur de la sonde de couplage du racetrack (um)
Lc1=10;
% Rayon du racetrack (um)
R1=100;
% Perimetre du racetrack
L=(2*pi*R1+2*Lc1)*10^-6;
% increment en longueur d'onde
inc=1*10^-12;
% tableau contenant les longueurs d'onde
e=[lambdamin:inc:lambdamax];
e=e';
taille = max(size(e));
% Puissance couplée dans le guide d'accès (mW)
Poutput=10^-1;
% Bruit de polarisation
Polar_Ext=0+0*(e-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin);
% Bruit d'intensite
Rnoise=20;
% Bruit de fréquence
bruit_lambda=0.1*10^-12;
```

Definition des pertes par tour, du coefficient de transmission et de l'indice effectif

```
pertes=0 ; % Choix de la définition des pertes
% coefficient de transmission en fonction de la longueur d'onde
t1lcasc=0.78+0.1*(e-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin);
% pertes par tour en fonction de la longueur d'onde
a=0.85+0.1*(e-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin);
% Pertes de propagation (dB/cm)
adbcm=(-4.34*2*log(a))/(L*10^2);
if pertes==1
adbcm=5-2*(e-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin) ;
a=exp((-adbcm*L*10^2)/(2*4.34));
end
% tableau des longueurs d'onde avec le bruit de fréquence
e2(:,1)=e(:,1)+bruit_lambda*randn(length(e),1);
% Calcul de l'indice effectif en tenant compte du bruit de fréquence
neff0=1.5;
neff1=-10^-3;
neff2=-10^-4;
neffTE=neff0+neff2*(e2-lambdamin).^2/(lambdamax-lambdamin).^2+...
neff1*(e2-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin);
neffTEr=neff0+neff2*(e-lambdamin).^2/(lambdamax-lambdamin).^2+...
neff1*(e-lambdamin)/(lambdamax-lambdamin);
ngTE=neffTE(1:end-1)-e2(1:end-1).*10^-9.*diff(neffTE)./inc;
neffTM=neffTE+10^-1;
% Calcul du facteur de qualite et de la finesse exacte
F=pi*sqrt(a.*t1lcasc)/(1-a.*t1lcasc);
Q=(pi.*ngTE.*L).*sqrt(a(1:end-1).*t1lcasc(1:end-1))./...
(e(1:end-1).*(1-a(1:end-1).*t1lcasc(1:end-1)));
```

insertion des bruits de fréquence et bruit d'intensité

```
phi=2*pi*L*neffTE./e2;
phi2=2*pi*L*neffTM./e2;
```

```

C=((t11casc.^2+a.^2-2*t11casc.*a.*cos(phi))./...
(1+t11casc.^2.*a.^2-2*t11casc.*a.*cos(phi)));
C2=Polar_Ext.*((t11casc.^2+a.^2-2*t11casc.*a.*cos(phi2))./...
(1+t11casc.^2.*a.^2-2*t11casc.*a.*cos(phi2)));
Noise=(C+C2)*Poutput/Rnoise;

```

Calcul de la fonction de transfert bruitée

```

transmission(:,1)=10*log10((C+C2)*Poutput+(Noise.*randn(length(e),1)));
Mexpl(:,1)=e;
Mexpl(:,3) = transmission(:,1); %

```

Analyse de la fonction de transfert bruitée à l'aide de la fonction d'analyse

pertes de propagation en dB/cm à rentrer dans la fonction d'analyse

```

pertes_prop=adbcn;
% Longueurs d'onde en nm
Mexpl(:,1)=Mexpl(:,1)*10^9;
% Tableau pour la sauvegarde de la fonction de transfert ajustée et des
% résidus
fun_save=zeros(length(Mexpl(:,1)),2);
R_save=zeros(length(Mexpl(:,1)),2);
% Execution de la fonction d'analyse
G5uw=MR_analyse_vf_unweigthed(Mexpl,Lc1,R1,pertes_prop,0,0,ngTE,250,10^-3);
e=e*10^9;

```

Warning: The Jacobian at the solution is ill-conditioned, and some model parameters may not be estimated well (they are not identifiable). Use caution in making predictions.

Calcul de l'écart type entre indice de groupe simulé et indice de groupe ajusté

```

extractng_resize=interp1(G5uw(2:end-2,4),G5uw(2:end-2,3),e(1:end-1,1));
ng_th=neffTEr(1:end-1)-e(1:end-1)*10^-9.*diff(neffTEr)./inc;
ng_th(isnan(extractng_resize(:,1)),:)=[];
ng_th(isinf(extractng_resize(:,1)),:)=[];
extractng_resize(isinf(extractng_resize(:,1)),:)=[];
extractng_resize(isnan(extractng_resize(:,1)),:)=[];
ng_std=std(extractng_resize-ng_th)

```

```

ng_std =

    1.3457e-04

```

Contents

- Paramètres de sauvegarde la fonction ajustée et des résidus
- Paramètres d'entrée
- Calcul des paramètres généraux du résonateur
- application du filtre lissant sur les données d'intensité :
- Différenciation des minima à l'aide de l'ISL :
- Identification des maxima :
- Caclul de l'ISL à l'aide des longueurs d'onde de résonance extraites
- Calcul de l'indice de groupe
- Evaluation des pertes pour chaque longueur d'onde de resonance à l'aide des pertes données par l'utilisateur
- estimation des coefficients de couplage, pertes par tour, puissance par ajustement non-linéaire
- Largeur à mi-hauteur ; Finesse ; Facteur de qualite
- Parametres de sortie

```
function Param_sortie=MR_analyse_vf_unweigthed(Mexpl,Lc,R,pertes_prop,pos_peak1,pos_peak2,ng,width_filter,increment)
```

Paramètres de sauvegarde la fonction ajustée et des résidus

```
global fun_save R_save
```

Paramètres d'entrée

- Mexpl : tableau à deux colonnes contenant les longueurs d'onde sur la première colonne et les intensité de la puissance détectée après le MR dans la deuxième colonne.
- Lc et R : longueur de couplage et rayon du racetrack *pertes_prop : tableau à une colonne de même longueur que Mexpl contenant les pertes de propagation estimées ou mesurées précédemment en fonction de la longueur d'onde afin de différencier les pertes par tour du coeff. de transmission lors de l'ajustement non-linéaire.
- pos_peak1 et pos_peak2 ou ng : position des deux premiers pics de résonance apparaissant dans le spectre ou indice de groupe afin d'estimer une valeur basse d'ISL.
- width_filter : largeur du filtre en pm
- increment : incrementation en pm (typiquement 1pm)

Calcul des paramètres généraux du résonateur

```
% Perimetre racetrack(um)
L=(2*Lc+2*pi*R)*10^-6;

Larray=length(Mexpl(:,1));
Ml=zeros(Larray,3);
Ml(:,1)=Mexpl(:,1);
% Estimation d'une valeur basse d'ISL à l'aide de ng :
if ng~=0
ISL=floor(0.9*mean(Ml(:,1))^2/(L*10^9*mean(ng)*increment));
end
% estimation d'une valeur basse d'ISL à l'aide des premiers pics :
if pos_peak1~=0&&pos_peak2~=0
ISL=floor(0.9*abs(pos_peak2-pos_peak1)/increment);
end
% plage du filtre lissant :
range=width_filter/Larray;
```

```
Error using MR_analyse_vf_unweigthed (line 22)
Not enough input arguments.
```

application du filtre lissant sur les données d'intensité :

```
Ml(:,2)=smooth(Mexpl(:,3),range,'loess');
% identification de tous les minima :
[pks1,locs1] = findpeaks(-Ml(:,2));
minm1=0;
MAXM1=zeros(Larray,4);
MAXM1num=zeros(Larray,4);
```

Différenciation des minima à l'aide de l'ISL :

```

for j=1:length(locs1)
    mini=max(locs1(j)-ISL,1);
    maxi=min(locs1(j)+ISL,length(M1(:,2)));
    B=M1(mini:maxi-1,2)<M1(locs1(j),2);
    BB=sum(B);

    if BB==0
        minm1=minm1+1;
        MAXM1(minm1,1)=M1(locs1(j),1);
        MAXM1num(minm1,1)=locs1(j);
    end
    if BB~=0
        locs1(j)=0;
    end
end
end

```

Identification des maxima :

```

for i=2:minm1-1
    MAXM1(i,2)=(MAXM1(i-1,1)+MAXM1(i,1))/2;
    MAXM1num(i,2)=floor((MAXM1num(i-1,1)+MAXM1num(i,1))/2);
end

MAXM1(~any(MAXM1,2),:)=[];
MAXM1num(~any(MAXM1num,2),:)=[];

NormM1=zeros(length(M1(:,2)),2);
NormM_contraste_1=zeros(length(M1(:,2)),2);
topenveloppe_1=zeros(length(MAXM1(:,1)),2);
Contrastel=zeros(length(MAXM1(:,1)),2);
diffFSR1=zeros(length(MAXM1(:,1)),1);
M1(:,2) = Mexpl(:,3);

```

Caclcul de l'ISL à l'aide des longueurs d'onde de résonance extraites

```

for i=2:length(MAXM1(:,2))
    if i<length(MAXM1(:,2))
        diffFSR1(i,1)=MAXM1(i+1,1)-MAXM1(i,1);
        Contrastel(i,1)=(10.^(M1(MAXM1num(i,2),2)/10)-10.^(M1(MAXM1num(i,1),2)/10))/...
        (10.^(M1(MAXM1num(i,2),2)/10)+10.^(M1(MAXM1num(i,1),2)/10));
        topenveloppe_1(i,1)=M1(MAXM1num(i,2),2);
    end
    if i==length(MAXM1(:,2))
        diffFSR1(i,1)=diffFSR1(i-1,1);
        Contrastel(i,1)=Contrastel(i-1,1);
        topenveloppe_1(i,1)=topenveloppe_1(i-1,1);
    end
end
end

```

Calcul de l'indice de groupe

```

ng1=ones(length(MAXM1(:,1)),1);
ng1(2:end,1)=0.5*(MAXM1(2:end,1)).^2./(L*10^9*diffFSR1(1:end-1,1));
ng1(1:end-1,1)=ng1(1:end-1,1)+0.5*(MAXM1(1:end-1,1)).^2./...
(L*10^9*diffFSR1(1:end-1,1));

```

Evaluation des pertes pour chaque longueur d'onde de resonance à l'aide des pertes données par l'utilisateur

```

pertes=zeros(length(MAXM1num(:,1)),1);
for i = 1:length(MAXM1num(:,1))
    pertes(i,1)=pertes_prop(MAXM1num(i,1),1);
end
% Estimation des pertes par tour :
al=exp((-L.*pertes(1:end-1,1)*10^2)./(2*4.34));

```

estimation des coefficients de couplage, pertes par tour, puissance par ajustement non-lineaire

```

fun_save=0*M1(:,1);
for k=2:length(MAXM1(:,2))-2
    % Decoupage de la fonction de transfert entre deux maxima :
    if MAXM1(k,2)<MAXM1(k,1)
        y=10.^(M1(MAXM1num(k,2):MAXM1num(k+1,2),2)/10);
        y1=length(M1(MAXM1num(k,2):MAXM1num(k,1)));
    end
end

```

```

if MAXM1(k,2)>MAXM1(k,1)
    y=10.^(M1(MAXM1num(k-1,2):MAXM1num(k,2),2)/10);
    y1=length(M1(MAXM1num(k-1,2):MAXM1num(k,1)));
end
% Decoupage des abscices entre -pi et pi (phase entre deux maxima) :
p = polyfit([1 y1 length(y)],[-pi 0 pi],2);
x=polyval(p,1:length(y));
x=x';

% Options de la fonction d'ajustement non-lineaire :
opts.FunctionTolerance = 1e-7;
opts.MaxIterations = 2000;
% Centrage des valeurs de pertes par tour, coefficient de
% transmission et puissance à rechercher
beta0 = [0.5;0.5;0.1];
if k>3
    beta0 = [mean(pertes_calc);mean(coeff_couplage);mean(P_det)];
end

modelfun = @(b,x)b(3).*((b(1).^2+b(2).^2-2*b(1).*b(2).*cos(x))./...
(1+b(1).^2.*b(2).^2-2*b(1).*b(2).*cos(x)));

[beta,R]=nlinfit(x,y,modelfun,beta0,opts);
if beta(1)>1||beta(2)>1||beta(1)<0||beta(2)<0
    lb= [0;0;0];
    ub= [1;1;1];
    beta=lsqcurvefit(modelfun,beta0,x,y,lb,ub,opts);
end
% Identification des pertes par tour et coefficient de couplage
% à l'aide des pertes de propagation entrées par l'utilisateur
if abs(beta(1)-a1(k,1))<abs(beta(2)-a1(k,1))
    coeff_couplage(k,1)=beta(2);
    pertes_calc(k,1)=beta(1);
    P_det(k,1)=beta(3);
end
if abs(beta(1)-a1(k,1))>abs(beta(2)-a1(k,1))
    coeff_couplage(k,1)=beta(1);
    pertes_calc(k,1)=beta(2);
    P_det(k,1)=beta(3);
end
% Sauvegarde de l'ajustement non-linéaire et des résidus pour
% vérifier la précision de l'ajustement
if MAXM1(k,2)>MAXM1(k,1)
    fun_save(MAXM1num(k-1,2):MAXM1num(k,2),1)=10*log10(beta(3).*((beta(1).^2+...
beta(2).^2-2*beta(1).*beta(2).*cos(x))./...
(1+beta(1).^2.*beta(2).^2-2*beta(1).*beta(2).*cos(x))));
    R_save(MAXM1num(k-1,2):MAXM1num(k,2),1)=R;
end
if MAXM1(k,2)<MAXM1(k,1)
    fun_save(MAXM1num(k,2):MAXM1num(k+1,2),1)=10*log10(beta(3).*((beta(1).^2+...
beta(2).^2-2*beta(1).*beta(2).*cos(x))./...
(1+beta(1).^2.*beta(2).^2-2*beta(1).*beta(2).*cos(x))));
    R_save(MAXM1num(k,2):MAXM1num(k+1,2),1)=R;
end
end
end

```

Largeur à mi-hauteur ; Finesse ; Facteur de qualite

```

FWHM11=(MAXM1(2:end-1,1)*10^-9).^2./(pi*ng1(2:end-1,1)*L)).*...
(pi*sqrt(pertes_calc(:,1).*coeff_couplage(:,1)))./...
(1-(pertes_calc(:,1).*coeff_couplage(:,1)));
F1=pi*sqrt(pertes_calc.*coeff_couplage)./(1-pertes_calc.*coeff_couplage);
Q1=(pi.*ng1(2:end-1,1).*L.*sqrt(pertes_calc.*coeff_couplage))./...
(MAXM1(2:end-1,1).*10^-9.*(1-pertes_calc.*coeff_couplage));

```

Parametres de sortie

```

Param_sortie(1:length(ng1(:,1)),1)=1;
% pertes evaluatees :
Param_sortie(1:length(a1(:,1)),2)=a1(:,1);
% indice de groupe évalué :
Param_sortie(1:length(ng1(:,1)),3)=ng1(:,1);
% position des longueurs d'onde de résonance :
Param_sortie(1:length(MAXM1(:,1)),4)=MAXM1(:,1);
Param_sortie(1:length(diffFSR1(:,1)),5)=diffFSR1(:,1);
% Largeur à mi-hauteur :
Param_sortie(1:length(FWHM11(:,1)),6)=FWHM11(:,1);

```

```

% Finesse :
Param_sortie(1:length(F1(:,1)),7)=F1(:,1);
%Facteur de qualite :
Param_sortie(1:length(Q1(:,1)),8)=Q1(:,1);
Param_sortie(1:length(Contrastel(:,1)),9)=Contrastel(:,1);
% pertes extraites
Param_sortie(1:length(pertes_calc(:,1)),10)=pertes_calc;
% coefficient de couplage extrait :
Param_sortie(1:length(coeff_couplage(:,1)),11)=coeff_couplage;
% pertes dB/cm :
Param_sortie(1:length(pertes_calc(:,1)),12)=(-4.34*2*log(pertes_calc))/...
(L*10^2);
% puissance au detecteur :
Param_sortie(1:length(pertes_calc(:,1)),13)=P_det;
% Index des longueurs d'onde de resonance :
Param_sortie(1:length(MAXM1num(:,1)),14)=MAXM1num(:,1);
% Position des maxima
Param_sortie(1:length(MAXM1(:,2)),15)=MAXM1(:,2);
% Index des maxima
Param_sortie(1:length(MAXM1num(:,2)),16)=MAXM1num(:,2);

```

Un exemple de l'intérêt du traitement du signal pour l'étude des transducteurs à base de MRs en SU8/PMATRIFE pour la biodétection

Afin de mettre en place les outils d'exploitation de la transmission d'un MR seul, le signal en sortie d'un MR fabriqué en SU8/PMATRIFE sensible à une solution de glucose est mesuré. L'intérêt de l'utilisation de ce MR réside dans la grande longueur du MR ($>2000\mu\text{m}$) qui permet d'obtenir un faible ISL et un grand nombre de résonances sur la plage spectrale du laser accordable (1500nm-1625nm) (la transmission du MR est présenté en Figure 3.23).

Les longueurs d'onde de résonance sont extraites à l'aide du code de traitement du signal. La différence entre les longueurs d'onde de résonance avec une solution sans glucose et différentes solutions concentrées sont calculées en Figure 4.48.a). La sensibilité peut alors être calculée pour les différentes concentrations ainsi que la sensibilité moyenne en fonction de la longueur d'onde.

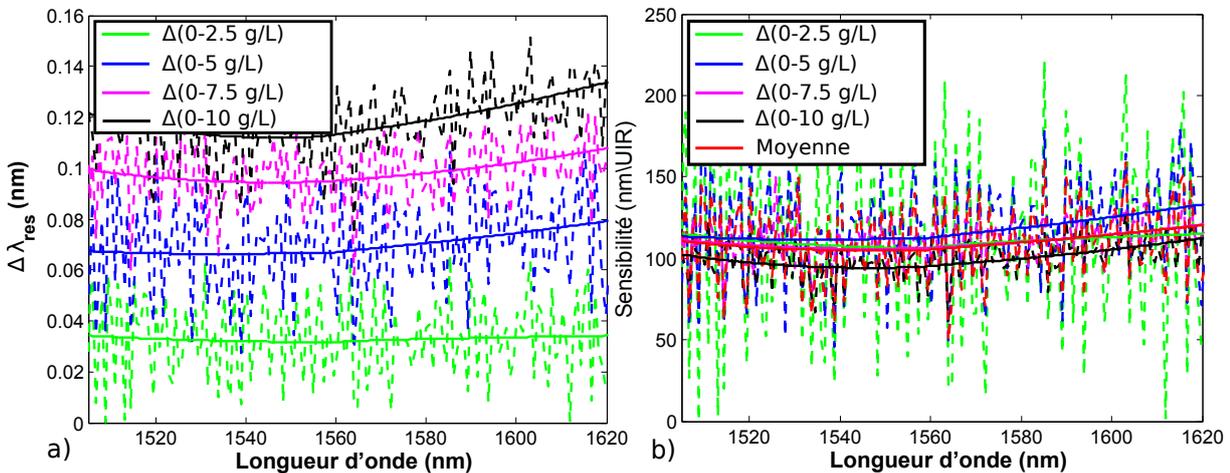


FIGURE 4.48 – a) Evolution de la position de la longueur d'onde de résonance d'un MR SU8/PMATRIFE pour différentes solutions de glucose b) Évolution de la sensibilité d'un MR SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde.

La sensibilité expérimentale évolue avec la longueur d'onde et comporte deux zones distinctes. La première zone située dans la gamme 1500-1560nm est non linéaire et ne correspond pas à la modélisation de l'évolution de la sensibilité. La sensibilité expérimentale retrouve ensuite un comportement pseudo-linéaire dans la gamme 1560-1625nm qui correspond à la simulation. Dans cette gamme, on peut noter que la pente expérimentale de variation de la sensibilité avec la longueur d'onde est plus importante que la pente théorique de la sensibilité calculée pour un guide carré de côté $1,5\mu\text{m}$ et la valeur de la sensibilité est plus élevée. On peut expliquer cet écart par une plus grande sensibilité S_w du guide qui pourrait se traduire par une variation de la dimension lors de la fabrication. En effet, si les dimensions expérimentales du guide sont réduites par rapport aux dimensions théoriques, la fraction du champ évanescent est plus élevée et le guide est plus sensible. Pour vérifier cette hypothèse, les sensibilités théoriques pour des guides de dimensions plus petites ont été calculées. Nous observons que la réduction de la hauteur

et/ou de la largeur augmente la sensibilité du guide et la variation de la sensibilité avec la longueur d'onde.

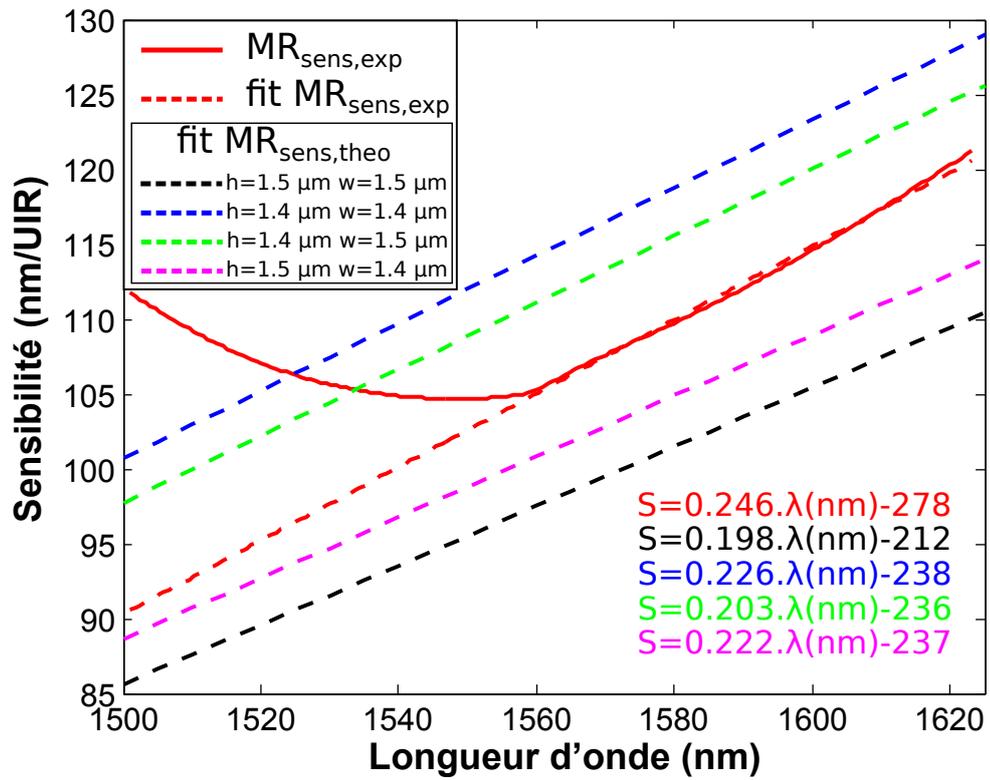


FIGURE 4.49 – Sensibilités expérimentale et théorique d'un MR SU8/PMATRIFE en fonction de la longueur d'onde

Annexe 3 : Mise en place d'un système microfluidique

Un système microfluidique a été développé au cours de cette thèse afin de démontrer la faisabilité technologique de ce système au laboratoire et d'identifier les problématiques spécifiques à l'association de systèmes microfluidiques et de transducteurs optiques intégrés. Ce sujet a fait l'objet du projet d'ingénieur de 3ème année de Bertrand Dudoux (ENSSAT filière photonique).

Fabrication du système microfluidique

Le système microfluidique mis en place comprend une cellule microfluidique en PDMS fabriquée au laboratoire ainsi que deux pièces mécaniques permettant d'assurer l'étanchéité entre la cellule en PDMS et la puce intégrée (présentées en Figure 4.50).

Le PDMS est un matériau polymère utilisé couramment pour la fabrication de cellules microfluidiques. Sa préparation consiste à mélanger le polymère dans son agent de curage, puis à dégazer la solution dans une cloche à vide et à couler la solution dans un moule au fond duquel se trouve le masque négatif des cellules microfluidiques à fabriquer. La fabrication du masque négatif des cellules microfluidiques en PDMS a été effectuée à l'aide d'un masque négatif réalisé avec un matériel restreint : un substrat de silicium sur lequel des couches de scotch sont empilées puis découpées pour former le masque négatif des canaux microfluidiques [7].

Les pièces mécaniques ont été conçues afin de permettre de coupler la lumière à partir des microlentilles vers la puce intégrée et de positionner l'ensemble puce intégrée et système microfluidique sur le banc optique de caractérisation. Deux tubes souples en plastique transparent sont collés sur la pièce supérieure et permettent d'injecter les différentes solutions pour effectuer les tests de transduction.

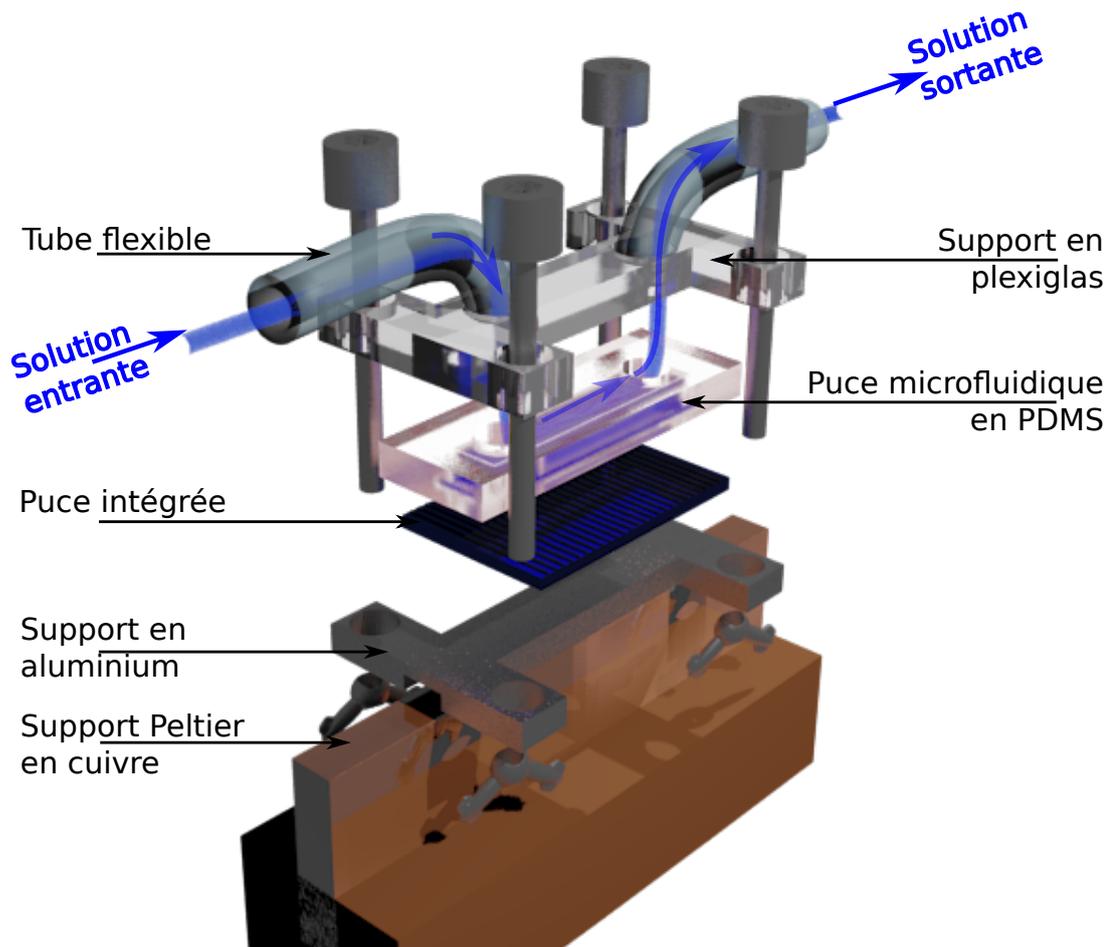


FIGURE 4.50 – Vue schématisée du système microfluidique mis en place

Mesures résolues en temps

L'utilisation du système microfluidique permet de mettre en place des mesures résolues en temps. Pour cela, les longueurs d'onde de résonance sont extraites et triées d'une acquisition à l'autre en réutilisant les outils développés pour l'étude de la transmission d'un MR seul présentés en Annexe n°2 (Figure 4.51). Puis le déplacement des résonances avec l'injection des différentes concentrations de solutions dans le système microfluidique est observé en fonction du temps. Dans ce travail, l'extraction des longueurs d'onde de résonance est effectuée en différé : en effet, les fichiers contenant les spectres sont lus automatiquement dans l'ordre chronologique à l'aide d'un programme Matlab. Par la suite, il pourra être intéressant d'intégrer ces techniques dans un programme Labview qui assurera le pilotage de la source, l'extraction et l'affichage des longueurs d'onde de résonances.

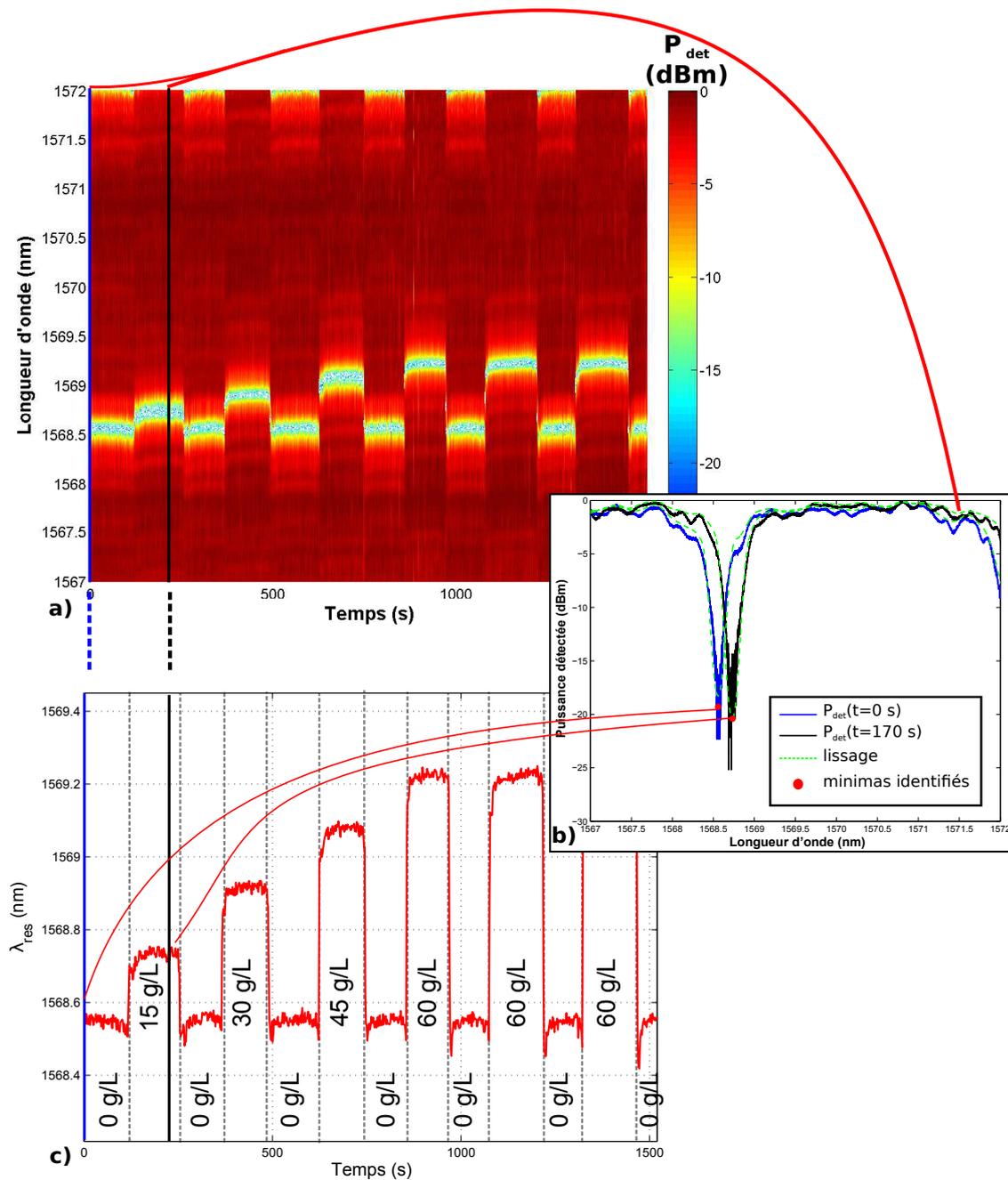


FIGURE 4.51 – a) Données brutes : puissance détectée en fonction de la longueur d’onde et du temps b) Extraction de la longueur d’onde de résonance pour chaque pas de temps c) Tracé de l’évolution de la longueur d’onde de résonance en fonction du temps et de la concentration des solutions de glucose.

**Annexe 4 : Masque de photolithographie développé
pour cette thèse**

Masque Effet Vernier-Structures hybrides - Foton2017

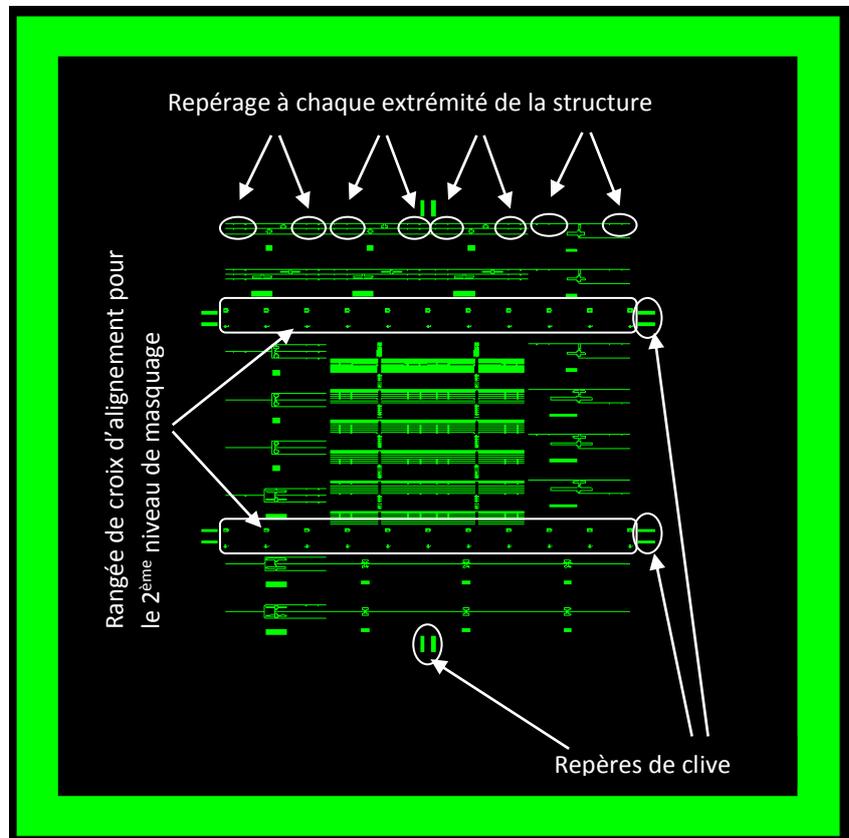
Isabelle Hardy, Paul Azuelos - Mai 2017

Figure 1 Vue d'ensemble du masque, 4 pouces (100 x 100 mm²), masque positif c.à.d. les motifs sont en chrome sur le verre transparent (noir). Entourage en chrome (5 mm) du bord du masque.

Fichier

EffetVernierStructuresHybrides_Foton2017.gds » :

- Mask 4 pouces
- Export using polygons
- Hierarchical export
- Check boundaries.



1. DESCRIPTION ET ORGANISATION DU MASQUE

Deux niveaux de masquage sont dessinés sur le même masque décalés de 2 mm en vertical ; de façon à utiliser ce masque une première fois puis la deuxième fois sur le même échantillon en décalant de 2 mm vers le haut le masque par rapport à la position initiale. Les croix d'alignement doivent se superposer aux croix inscrites dans les carrés. Ces repères d'alignement sont situés sur une ligne horizontale de part et d'autre du carré central.

Le masque est organisé en deux parties pour deux types de structures :

1. Au centre du masque des structures hybrides poreux/polymères inscrites dans un carré de 24x24 mm² :
 - Le premier niveau de masquage se fait sur une couche de silice poreuse concrètement un substrat de « poreux » de diamètre 37,4 mm.
 - Ensuite l'échantillon de poreux photolithographié pour obtenir des motifs en silice poreuse est recouvert d'une couche polymère pour une deuxième photolithographie avec le même masque décalé de 2 mm vers le haut afin d'ajouter aux motifs en silice poreuse du premier niveau de masquage des guides d'entrée/sorties en polymère. Ces deux opérations de photolithographie sont réalisées avec de la résine positive. Cf. annexe1.

- Autour de la zone centrale, carré de $24 \times 24 \text{ mm}^2$, on dispose les structures Effet Vernier réalisées tout en polymère. Chaque structure Effet Vernier (au nombre de 4 disposées en haut, côté gauche, en bas, côté droit) comporte aussi deux niveaux de masquage : premier niveau, la fonction Effet vernier à base de micro-résonateurs et de Mac Zehnder (MZ) et en deuxième niveau de masquage une ouverture dans la couche de polymère de gaine supérieure pour mettre à l'air une des structures résonnantes du MZ. Attention ! Pour réaliser ces ouvertures dans la gaine supérieure on utilise de la résine négative ce qui se traduit par un rectangle plein en chrome sur le masque pour le 2^{ème} niveau de masquage.

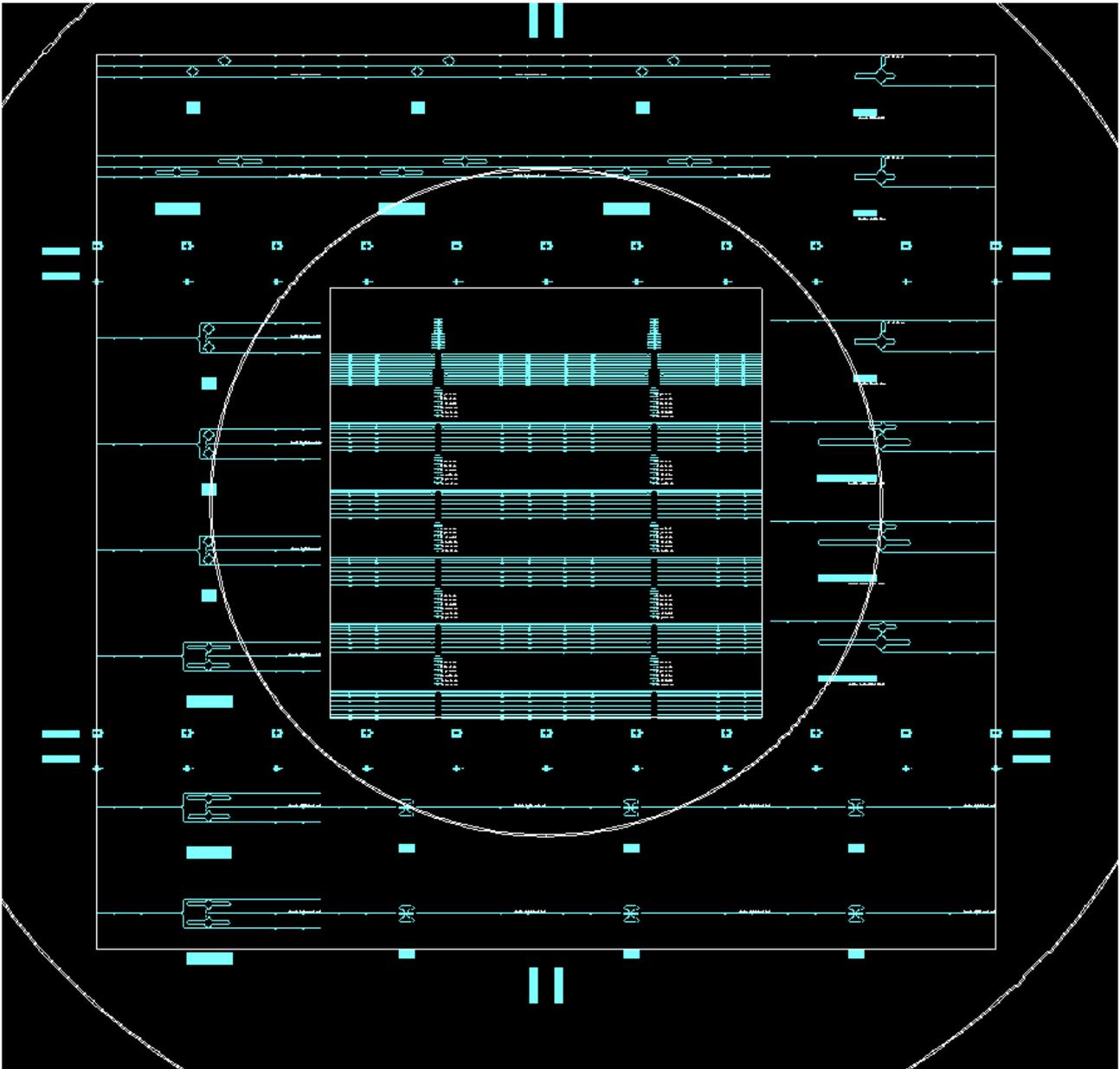


Figure 2 : Vue de la partie "utile" du masque avec repères substrat 3 pouces 75mm de diamètre et surface utile à l'intérieur : un carré de $50 \times 50 \text{ mm}^2$. Au centre : repères du substrat de silice poreuse et de la surface utile dans ce cercle de 37,4 mm de diamètre soit un carré de $24 \times 24 \text{ mm}^2$. Des lignes de clivage repérées par deux traits parallèles II. Les écritures blanches n'apparaissent pas sur le masque, uniquement à l'écran.

2. PARTIE CENTRALE : STRUCTURES HYBRIDES POREUX/POLYMERE

a. RESONATEUR HYBRIDE POREUX/GUIDES ENTREE SORTIE POLYMERE

L'idée est de réaliser le micro-résonateur et son guide d'accès en silice poreuse et les guides d'entrée et sortie en polymère pour limiter les pertes optiques de propagation, plus importante en poreux qu'en polymère. Voir figure 3.

- Pour tous les motifs, les largeurs de guides w sont de $2\ \mu\text{m}$, le rayon de courbure du micro-résonateur de $50\ \mu\text{m}$, la longueur droite du guide d'accès en poreux L_{PSI} est de $250\ \mu\text{m}$. La longueur du motif est de $12\ \text{mm}$ pour placer deux motifs bout à bout sur $24\ \text{mm}$ de long.
- Pour faciliter le raccordement entre guide polymère (deuxième niveau de masquage) et guide silice poreuse (1er niveau de masquage), guides de même largeur $2\ \mu\text{m}$ mais pas même indice de réfraction ! on introduit un taper de longueur LT et de largeur WT .
- Pour éviter l'apparition d'une interface d'air entre les deux guides poreux et polymère dans le taper on introduit une longueur de recouvrement du polymère sur le poreux notée R .

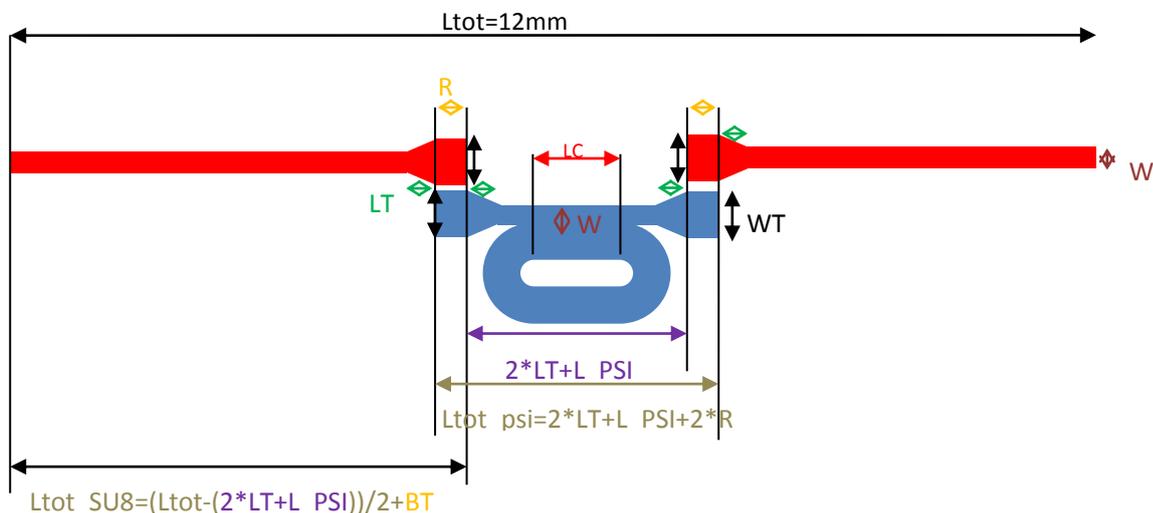
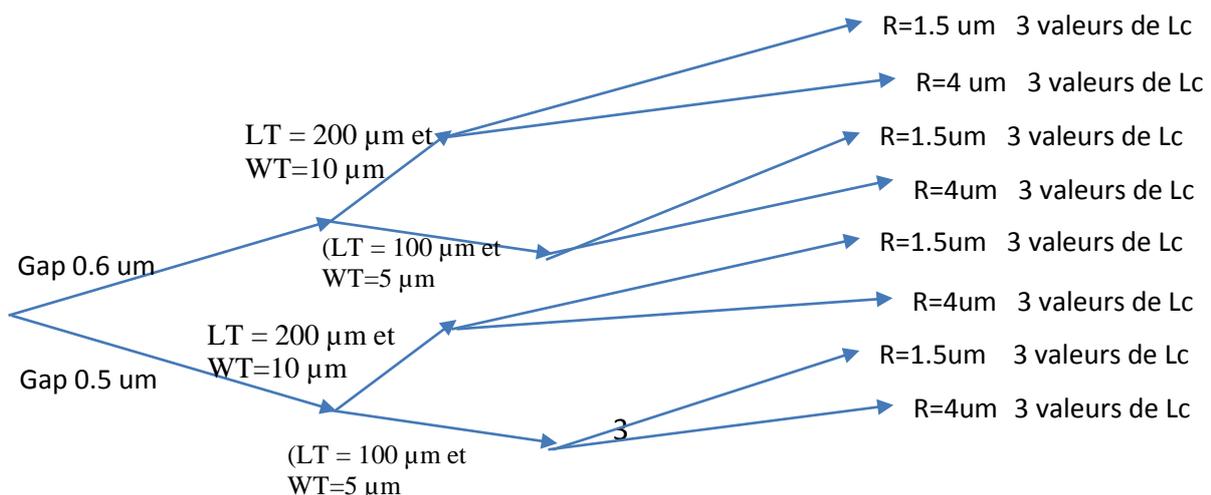


Figure 3 : en rouge le guide en polymère (2nd niveau de masquage) et en bleu le microrésonateur et son guide d'accès en poreux (1er niveau de masquage).

Les paramètres que l'on fait varier :

- le gap : $0,5$ ou $0,6\ \mu\text{m}$ entre le guide d'accès en poreux et le résonateur
- la longueur de couplage L_c entre le guide d'accès et le résonateur (3 valeurs)
- la taille du taper (Grand avec $LT = 200\ \mu\text{m}$ et $WT = 10\ \mu\text{m}$) ou (petit avec $LT = 100\ \mu\text{m}$ et $WT = 5\ \mu\text{m}$)
- la longueur de recouvrement des guides dans le taper $R = 1,5\ \mu\text{m}$ ou $4\ \mu\text{m}$.



On aboutit au tableau suivant des différents cas de figure (toutes les dimensions sont en microns):

largeur guide W	Rayon R	Longueur droite LPSI	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper	Recouvrement taper R	Longueur de couplage Lc	Code repérage Masque
2	50	250	0,6	0	0	1,5	10;40;70	Gr"Lc"
2	50	250	0,6	0	0	1,5	100;130;160	Gr"Lc"
2	50	250	0,6	200	10	1,5	10;40;70	GTr"Lc"
2	50	250	0,6	200	10	1,5	100;130;160	GTr"Lc"
2	50	250	0,6	200	10	4	10;40;70	GTR"Lc"
2	50	250	0,6	200	10	4	100;130;160	GTR"Lc"
2	50	250	0,6	100	5	1,5	10;40;70	Gtr"Lc"
2	50	250	0,6	100	5	1,5	100;130;160	Gtr"Lc"
2	50	250	0,6	100	5	4	10;40;70	GtR"Lc"
2	50	250	0,6	100	5	4	100;130;160	GtR"Lc"
2	50	250	0,5	0	0	1,5	10;30;60	gr"Lc"
2	50	250	0,5	0	0	1,5	90;110;140	gr"Lc"
2	50	250	0,5	200	10	1,5	10;30;60	gTr"Lc"
2	50	250	0,5	200	10	1,5	90;110;140	gTr"Lc"
2	50	250	0,5	200	10	4	10;30;60	gTR"Lc"
2	50	250	0,5	200	10	4	90;110;140	gTR"Lc"
2	50	250	0,5	100	5	1,5	10;30;60	gtr"Lc"
2	50	250	0,5	100	5	1,5	90;110;140	gtr"Lc"
2	50	250	0,5	100	5	4	10;30;60	gtR"Lc"
2	50	250	0,5	100	5	4	90;110;140	gtR"Lc"

Tableau 1 : Code de repérage inscrit sur le masque et valeurs des différents paramètres pour les structures hybrides : résonateurs en poreux et guides d'accès polymères. Entre côtes "Lc", la valeur en μm de la longueur de couplage. Toutes les valeurs sont en microns. Au total 60 configurations différentes de résonateurs hybrides.

La règle de repérage est la suivante :

- Si Gap=0,5 μm "g" si Gap=0,6 μm "G"
- Si LT = 200 μm et WT=10 μm "T" pour grand taper ; si LT = 100 μm et WT=5 μm "t" pour petit taper
- Si pas de taper au raccordement polymère poreux la lettre T ou t disparaît
- Si recouvrement des guides poreux /polymère est de 4 μm « R », si de 0,5 μm « r »
- "Lc" entre côtes, la valeur en μm de la longueur de couplage.

Pour pouvoir respecter le décalage de 2 μm en vertical les 60 résonateurs sont groupés par 6 avec les mêmes gaps, tapers et recouvrements (figure 4). C'est la valeur de Lc qui change dans ce groupe de six. La valeur prise par Lc est indiquée en chiffres sur le masque. Le code de repérage est inscrit deux fois aux extrémités des guides.

Pour faire la part des différentes causes d'atténuation, on ajoute à ce groupe de 6 résonateurs :

- un guide droit constitué d'un seul matériau, en poreux 1^{er} niveau de masquage, en polymère 2^{ème} niveau, aucun repérage ;
- un guide droit hybride, poreux au centre et polymère de chaque côté, **sans tapers entre eux**, repérage « R » ou « r » ;

- un guide droit hybride poreux au centre et polymère de chaque côté **avec tapers entre eux**.
Repérage « T » ou « t » et « R » ou « r ».

Dans le carré de 24 mm de large, on place bout à bout deux motifs avec, à gauche les gaps de 0,6 μm et à droite les gaps de 0,5 μm , avec continuité du guide au milieu (une seule clive !).

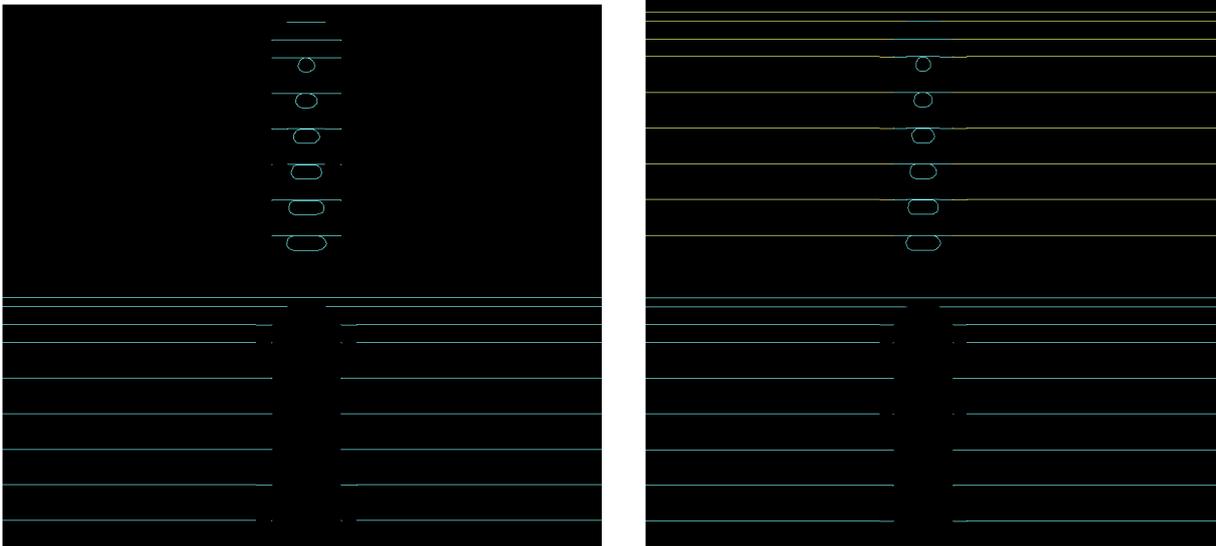


Figure 4 : détail d'un groupe de 6 résonateurs. A gauche en bleu le premier niveau de masquage : silice poreuse puis figure de droite en haut, en jaune le deuxième niveau de masquage avec les guides d'accès en polymère qui se placent de part et d'autre du guide poreux en bleu.

b. ALIGNEMENT, DESALIGNEMENT DE GUIDES HYBRIDES POLYMERE/POREUX/POLYMERE

Enfin pour pouvoir évaluer les pertes dues au seul couplage des modes optiques différents entre guides polymères et guides poreux d'une part et au désalignement possible des guides poreux/polymère lors de la superposition du masque d'autre part, on fabrique une série de guides poreux et polymères avec des valeurs de taper identiques en introduisant volontairement un désalignement qui varie de - 0,75 à 0,75 μm en passant par 0, par pas de 0.25 μm . Figure 5 et figure 6

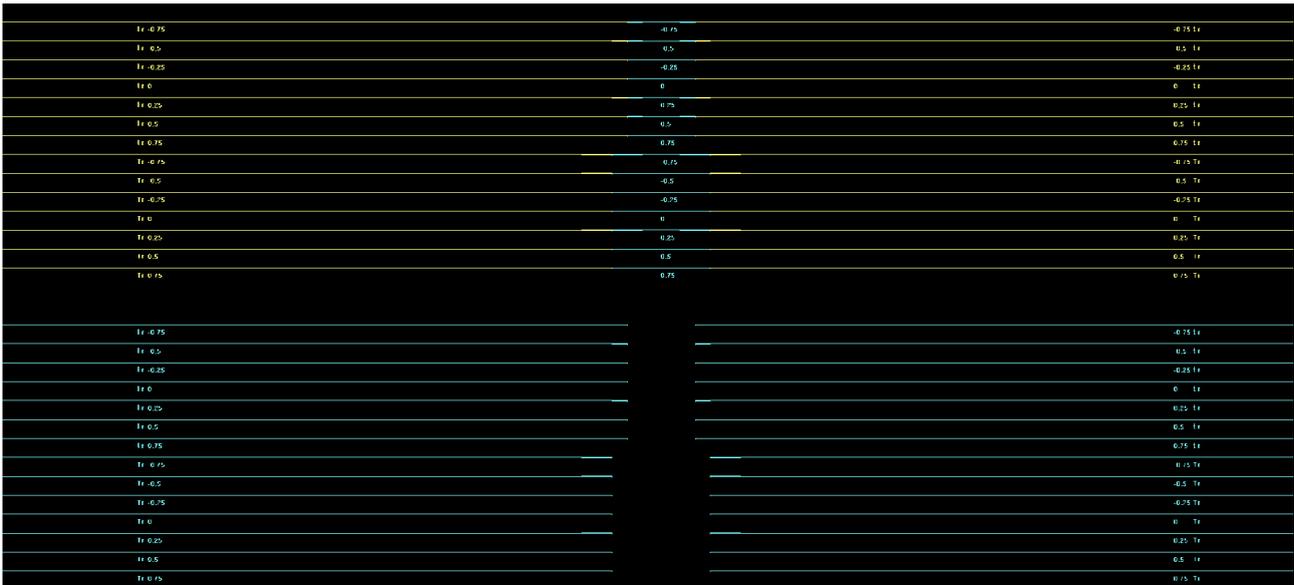


Figure 5 : Vue d'une série de "alignement de guides". En bleu 1er niveau de masquage et en jaune la superposition due au 2ème niveau de masquage (qui se trouve juste 2 mm en dessous). Aux extrémités on voit les codes de repérage. Pour respecter le décalage de 2 μ m il y a deux groupes de 7 guides : -0.75 ; -0.5 ; -0.25 ; 0 ; +0.25 ; +0.5 ; +0.75 μ m de décalage. Et cela pour les différentes configurations de taper (petit "t" ou grand "T") et recouvrement (1.5 "r" ou 4 μ m "R").

	Guide droit simple : aucune inscription de repérage
r	Guide droit hybride sans tapers avec recouvrement des guides de 1,5 μ m
t r	Guide droit hybride avec petit tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m
g t r 10	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 10 μ m
g t r 30	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 30 μ m
g t r 60	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 60 μ m
g t r 90	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 90 μ m
g t r 110	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 110 μ m
g t r 140	Résonateur gap de 0.5 μ m petits tapers et recouvrement des guides de 1,5 μ m, Lc de 140 μ m

Figure 6 : Détail du code de repérage pour les résonateurs hybrides

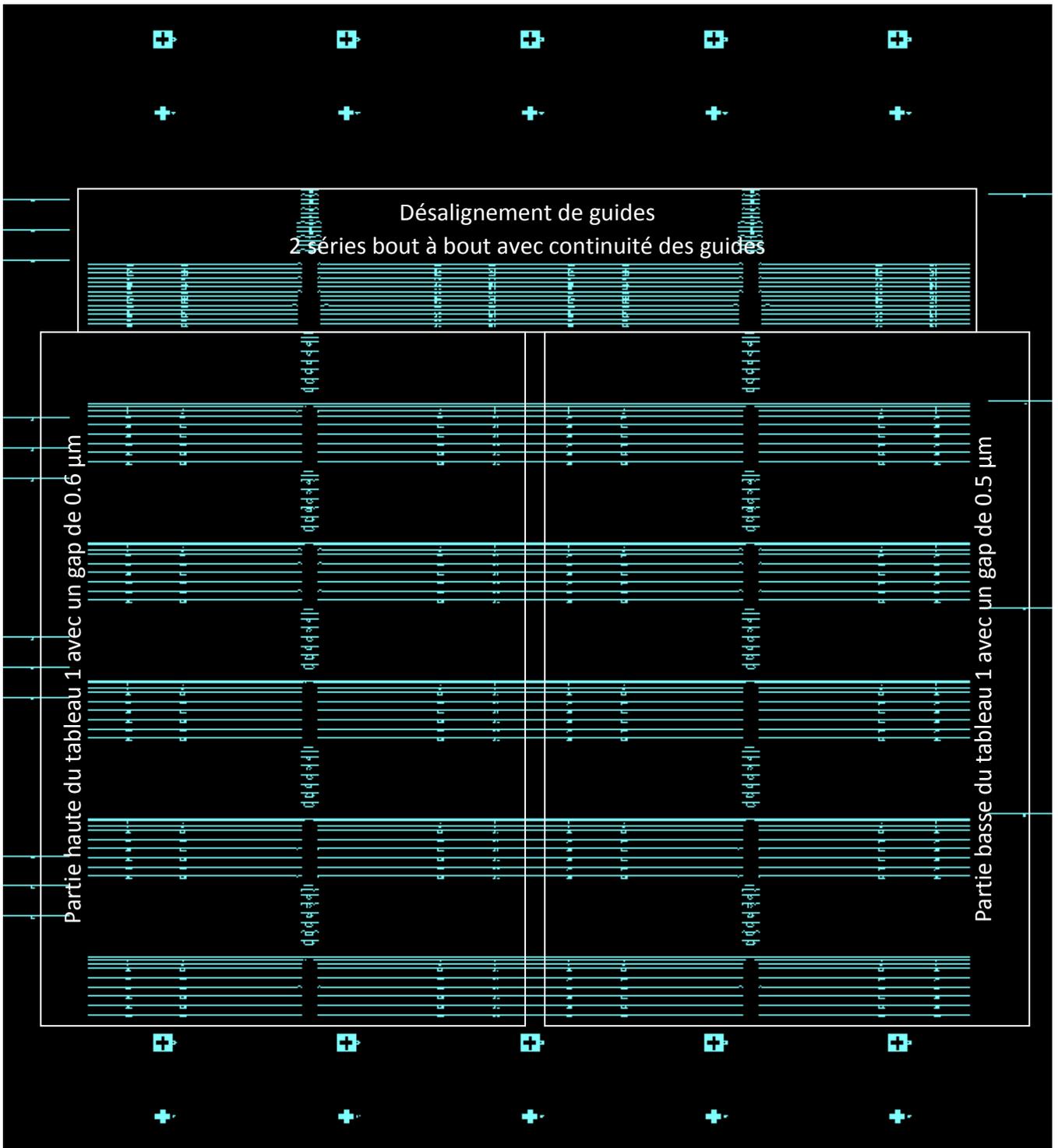


Figure 7 : Vue d'ensemble de la partie centrale du masque, Structures hybrides poreux polymère avec en haut et bas les croix d'alignement pour les deux niveaux de masquage. Les écritures en blanc sont descriptives, elles n'apparaissent pas sur le masque.

3. PERIPHERIE DU MASQUE : L'EFFET VERNIER REALISE EN POLYMERE

Quatre structures différentes réparties autour du carré central du masque (figures 1 et 2) :

1. Cascade en haut à gauche : deux lignes de trois, bout à bout sans discontinuité de guides,
2. MZ Add Drop à gauche : six sur une colonne,
3. MZ Pass en bas sur la droite : deux lignes de trois, bout à bout sans discontinuité de guides,
4. MZ Filter à droite : six sur une colonne.

Toutes ces structures sont réalisées en polymère avec comme caractéristiques communes :

- Largeur de guide 1,5 µm. **LARGEURG**
- Rayon de courbure toujours égal à 100 µm sauf mention contraire. **RADIUS**
- Gap (distance bord à bord guide droit et structure résonnante : anneau, race-track, trèfle, ring : 0,6 µm. **GAP**
- Longueur totale du motif 12,5 mm. **LMOTIF**
- Chaque structure est repérée deux fois à chaque extrémité par un code repère.

3. 1 GROUP CASCADE (LARGEURG, RADIUS, GAP, LMOTIF, LC_CUVE, LFIT_CUVE, LC_REF, LFIT_REF)

- **Lc** : longueur de couplage ou longueur de portion droite en microns entre le trèfle et le guide droit adjacent.
- **Lfit** : la longueur de portion droite en microns à gauche et à droite dans le trèfle. Paramètre d'ajustement pour le périmètre total du trèfle. Les deux bras du trèfle sont égaux.
- **Lc_cuve, Lfit_cuve** : font référence à Lc et à Lfit pour le trèfle de mesure **avec la cuve**.
- **Lc_ref, Lfit_ref** : font référence à Lc et à Lfit pour le trèfle pris comme **référence pour la mesure**.
- **e débord de la cuve** par rapport au bord du guide **fixé à 50 µm**
- **Lcuve** = $6 * \text{Radius} + 2 * \text{Lfit_cuve} + \text{Lc_cuve} + 2 * \text{largeurG} + 2 * e$ est la largeur de la cuve
- **Hcuve** = $6 * \text{Radius} + 2 * \text{Gap} + 2 * \text{largeurG} + 2 * e$ est la hauteur de la cuve.



Figure 8 : Détail de la structure cascade avec sa cuve décalée de 2 mm vers le bas pour le 2nd niveau de masquage. En jaune la position de la cuve telle qu'elle apparaîtra au second niveau de masquage.

Tableau 2: Valeurs des différents paramètres en microns pour les 6 structures Cascade "C" en microns. "S" pour small, petit et "L" pour Large, grand.

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SC1	11.761	22.511	34	17
SC2	9.761	20.511	38	21
SC3	8.261)	19.011	41	24
LC1	885.761	909.011	36	19
LC2	883.761	907.011	40	23
LC3	881.761	905.011	44	27

3. 2 GROUP 'MZ-ADDROP' (LARGEURG, RADIUS, GAP, LMOTIF, INPUTSEP, LC_REF, LFIT_REF, LC_CUVE, LFIT_CUVE)

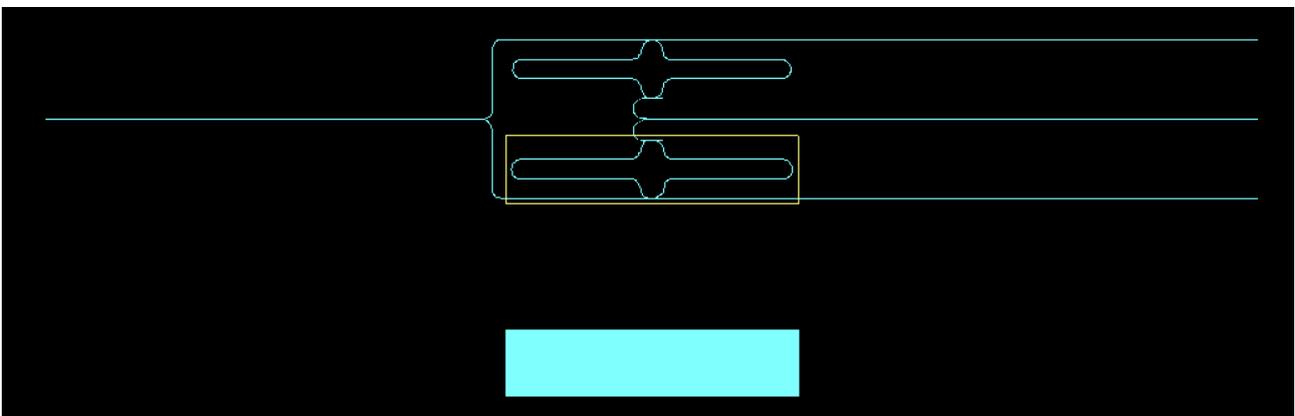
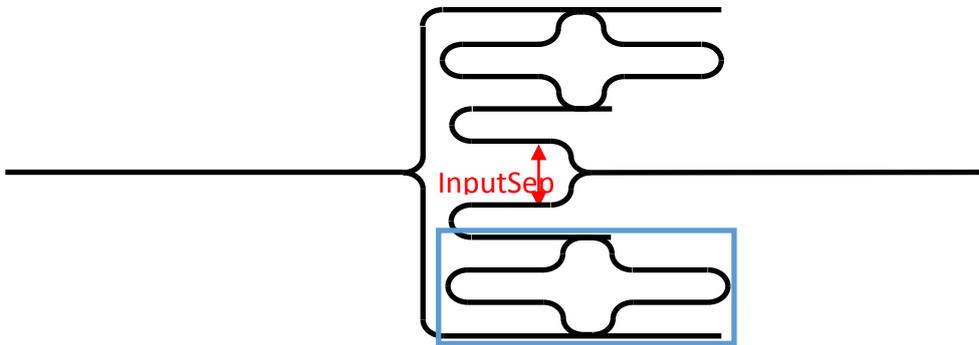


Figure 9 : Détail de la structure MZ Add drop avec sa cuve décalée de 2 mm vers le bas pour le 2nd niveau de masquage. En jaune position de la cuve au second niveau de masquage.

Tous les paramètres sont identiques aux définitions précédentes, seul paramètre nouveau « **InputSep** » qui est la distance en microns entre les 2 bras d'entrée du Coupleur de sortie, **fixé à 30 µm**.
 La hauteur du coupleur d'entrée est de $16 \cdot \text{Radius} + \text{InputSep} + 4 \cdot \text{largeurG} + 4 \cdot \text{Gap}$

Tableau 3 : Valeurs des différents paramètres pour les 6 structures MZ Add Drop "A" en microns. "S" pour small, petit et "L" pour Large, grand.

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SA1	11.761	22.511	34	17
SA2	9.761	20.511	38	21
SA3	8.261	19.011	41	24
LA1	885.761	909.011	36	19
LA2	883.761	907.011	40	23
LA3	881.761	905.011	44	27

3. 3 GROUP 'MZ_PASS' (LARGEURG, RADIUS,GAP, LMOTIF, LC_REF, LFIT_CUVE, LC_CUVE, LFIT_REF)

Seul élément nouveau le « ring » structure résonante dont le rayon de courbure est aussi de 100 µm.

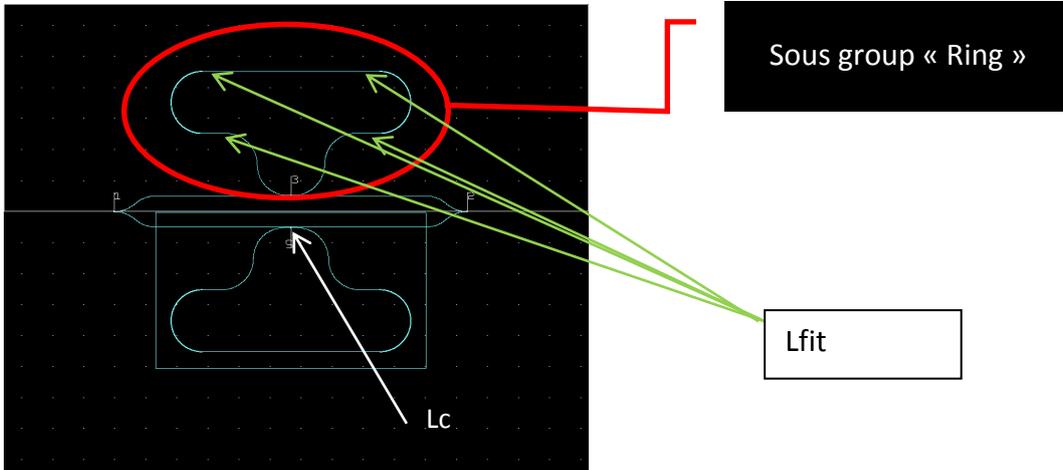


Figure 10 : Détail de la structure MZ Add drop avec la position de sa cuve au second niveau de masquage

- **Lc** : longueur de couplage ou longueur de portion droite en microns entre le ring et le guide droit adjacent.
- **Lfit** : la longueur de portion droite en microns à gauche et à droite dans le ring. Paramètre d'ajustement pour le périmètre total du trèfle. Les deux bras du trèfle sont égaux.
- **Lc_cuve, Lfit_cuve** : font référence à Lc et à Lfit pour le ring de mesure **avec la cuve**.
- **Lc_ref, Lfit_ref** : font référence à Lc et à Lfit pour le ring pris comme **référence pour la mesure**.
- **e débord de la cuve** par rapport au bord du guide de la structure résonante **fixé à 50 µm**.
- **Lcuve** = $6 * \text{Radius} + 2 * \text{Lfit_cuve} + \text{Lc_cuve} + 2 * e$ est la largeur de la cuve
- **Hcuve** = $4 * \text{Radius} + 2 * \text{largeurG} + 2 * e$; la hauteur de la cuve.

Tableau 4 : Valeurs des différents paramètres en microns pour les 6 structures MZ Pass "P" en microns. "S" pour small, petit et "L" pour Large, grand.

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SP1	78.841	86.091	14	4
SP2	74.841	83.091	22	10
SP3	71.341	81.091	29	14
LP1	946.841	969.591	28	12
LP2	943.841	967.091	34	17
LP3	939.841	964.091	42	23

3. 4 GROUP MZ_FILTER_RACETRACK (LARGEURG, RADIUS, LMOTIF, LFIT_CUVE, LFIT_REF, GAP, LC, LD) ET GROUP MZ_FILTER_TREFLE (LARGEURG, RADIUS, LMOTIF, LFIT_CUVE, LFIT_REF, GAP, LC, LFIT)

Un MZ dissymétrique couplé à une structure résonante. La structure résonante peut changer de forme afin d'imposer son périmètre total, ici soit un racetrack soit un trèfle. Au total 6 structures MZ Filter, trois avec un racetrack et trois avec un trèfle. Les bras du MZ sont dissymétriques et ajustés avec les valeurs de Lfit_cuve et Lfit_ref.

- **e débord de la cuve** par rapport au bord du guide du bras du MZ fixé à 50 μm .
- **Lcuve** = Lfit_cuve+Radius+e est la largeur de la cuve
- **Hcuve** = 3*Radius+2*e; la hauteur de la cuve.

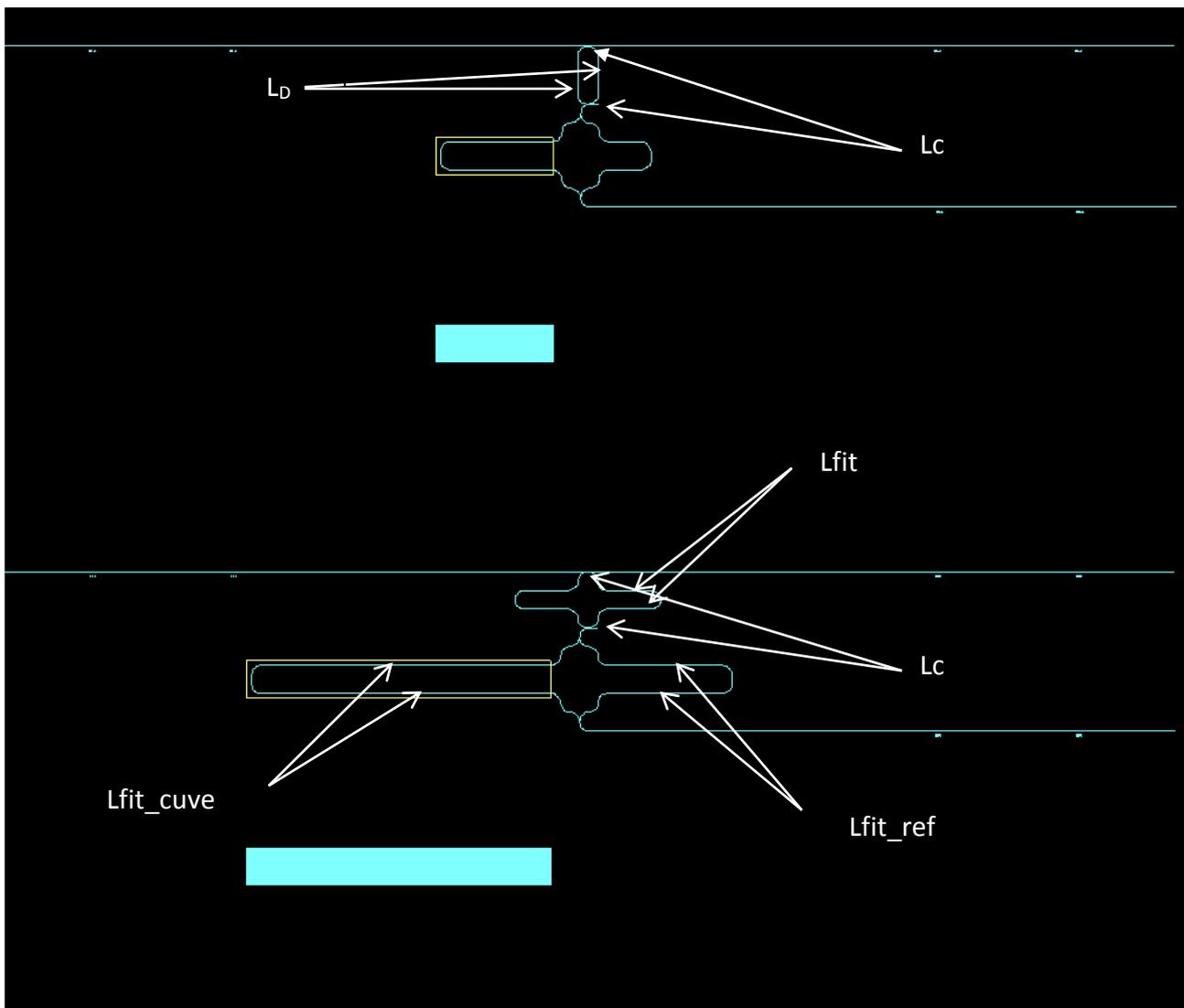


Figure 11 : Détail de deux structures MZ Filter Racetrack en haut et MZ Filter trèfle en bas avec leurs cuves décalées de 2 mm vers le bas pour le 2nd niveau de masquage On remarque que les deux bras du MZ sont dissymétriques avec les valeurs de Lfit_cuve et Lfit_ref différentes.

- **Racetrack :**

- **Lc** est la longueur de **couplage** de la structure résonante, ici le racetrack, avec le guide droit
- **Ld** une partie droite identique de chaque côté du racetrack pour ajuster le périmètre total.

Tableau 5 : valeurs des différents paramètres en microns pour les 3 structures MZ Filter Racetrack “F” en microns. “S” pour small, petit, c.a.d. le racetrack.

Code repère	LFIT_CUVE	LFIT_REF	Ld	Lc
SF1	1092.92	347.42	425.823	14
SF2			421.823	18
SF3			417.823	22

- **Trèfle :**

- **Lc** est la longueur de **couplage** de la structure résonante, ici le trèfle, avec le guide droit
- **Lfit** est la longueur de portion droite en microns à gauche et à droite dans le trèfle. **Lfit** est paramètre d’ajustement pour le périmètre total du trèfle. Les deux bras du trèfle sont égaux.

Tableau 6 : valeurs des différents paramètres en microns pour les 3 structures MZ Filter Trèfle “F” en microns. “L” pour Large, grand, le trèfle.

Code repère	LFIT_CUVE	LFIT_REF	Lfit	Lc
LF1	3092.92	1223.42	471.664	18
LF2			470.164	21
LF3			468.664	24

4. RESULTAT FINAL SUR L'ÉCHANTILLON DE L'UTILISATION DU MASQUE DEUX FOIS AVEC UN DECALAGE DE 2 MM

Pour rappel deux cas d'utilisation :

1. La partie centrale : une première photolithographie sur une couche de silice poreuse puis après dépôt d'une couche de polymère, une seconde photolithographie pour dessiner des guides polymères d'accès de part et d'autre des structures en silice poreuse.
2. La partie périphérique : une première photolithographie sur une couche de polymère pour dessiner des structures résonantes en polymère puis après dépôt d'une couche de gaine supérieure en SU8, une seconde photolithographie en utilisant la SU8 de la gaine supérieure comme une résine négative (la résine non insolée est dissoute, la résine insolée est réticulée) pour « ouvrir » des fenêtres, les « cuves » sur le masque, au-dessus d'une des deux structures résonantes.

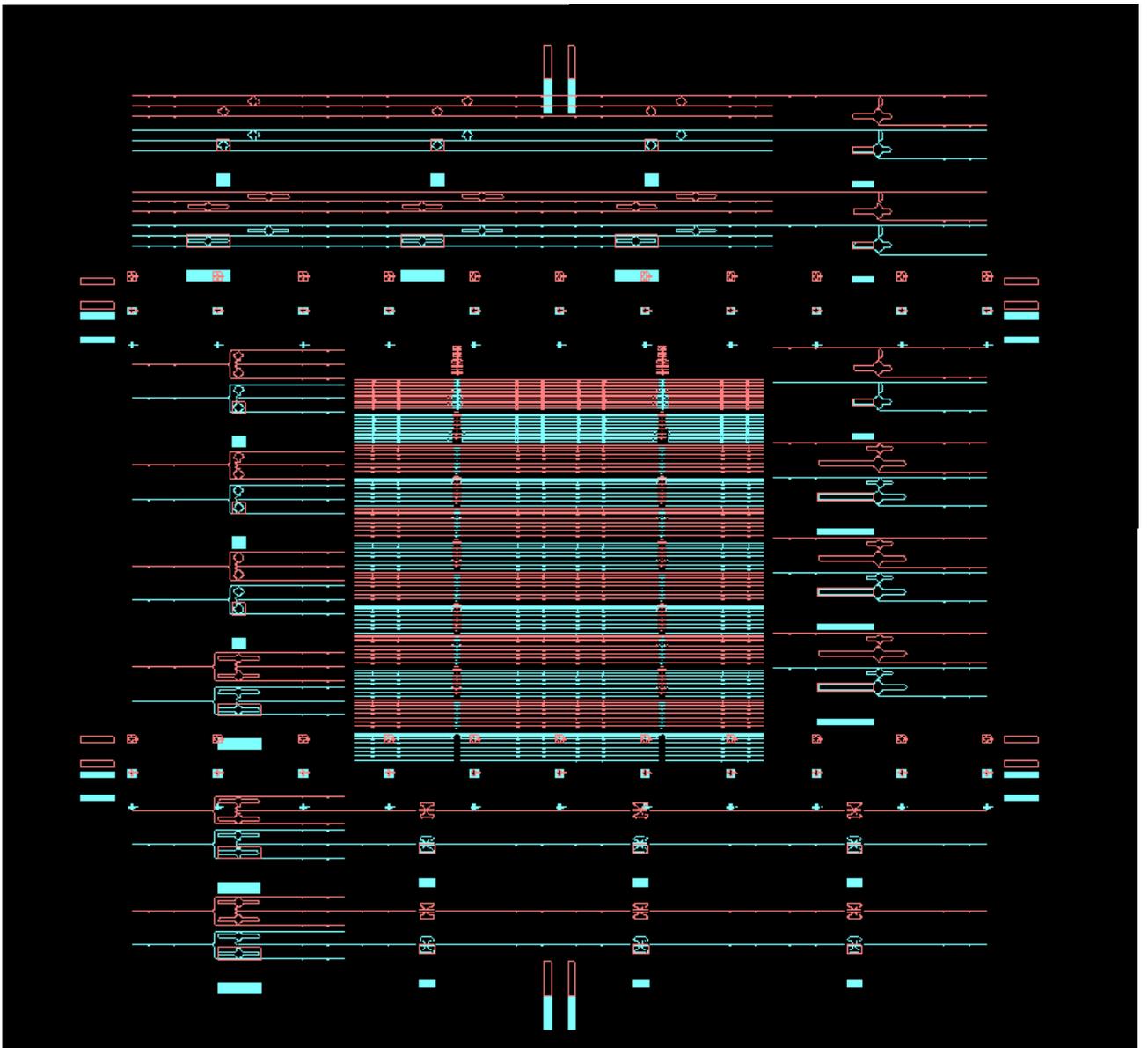
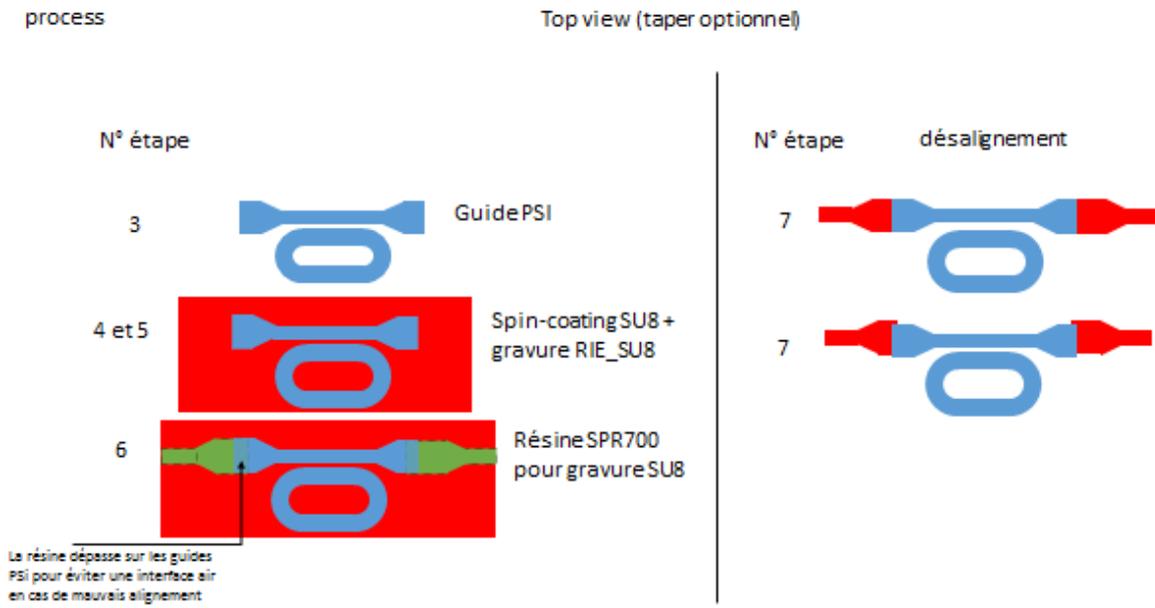


Figure 12: Vue des deux niveaux de masquage, en bleu le premier niveau et en rouge le deuxième niveau après décalage de 2 mm vers le haut. C'est le résultat final sur l'échantillon traité après deux photolithographies.

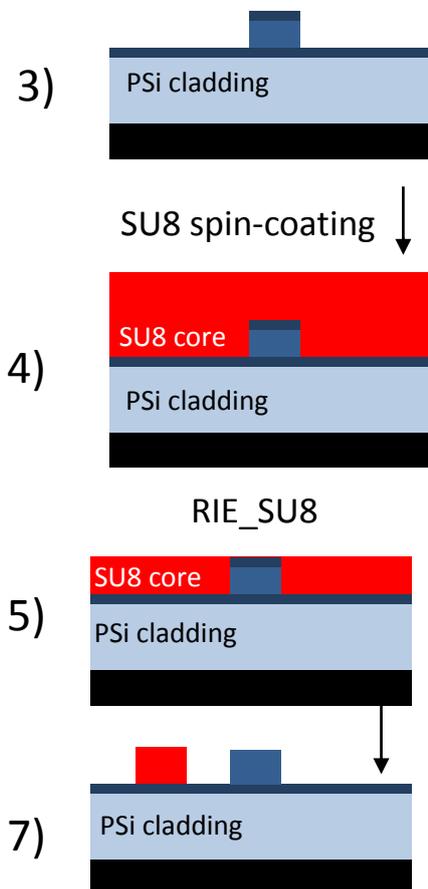
Annexe 1 : Principe de réalisation des structures hybrides : poreux/polymère



process

Side view

N° étape



Annex 2 : Repérage des structures hybrides poreux/polymère au centre du masque

En partant du haut à gauche puis à droite :

Une série désalignement de guides polymère, poreux, polymère.

Code repère masque	largeur guide	Rayon	Longueur droite LPSI	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper WT	Recouvrement taper R	Désalignement guides
tr -0.75	2				100	5	1,5	-0.75
tr -0.5	2				100	5	1,5	-0.5
tr -0.25	2				100	5	1,5	-0.25
tr 0	2				100	5	1,5	0
tr 0.25	2				100	5	1,5	0.25
tr 0.5	2				100	5	1,5	0.5
tr 0.75	2				100	5	1,5	0.75
Tr -0.75	2				200	10	1,5	-0.75
Tr -0.5	2				200	10	1,5	-0.5
Tr -0.25	2				200	10	1,5	-0.25
Tr 0	2				200	10	1,5	0
Tr 0.25	2				200	10	1,5	0.25
Tr 0.5	2				200	10	1,5	0.5
Tr 0.75	2				200	10	1,5	0.75

Une série de résonateurs en poreux, gap de 0.6 μm et guides d'accès en polymère.

Code repère masque	largeur guide	Rayon	Longueur droite LPSI	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper WT	Recouvrement taper R	Longueur couplage Lc
	2							
r	2				0	0	1,5	
r	2				0	0	1,5	
G r10	2	50	250	0,6	0	0	1,5	10
G r40	2	50	250	0,6	0	0	1,5	40
G r70	2	50	250	0,6	0	0	1,5	70
G r100	2	50	250	0,6	0	0	1,5	100
G r130	2	50	250	0,6	0	0	1,5	130
G r160	2	50	250	0,6	0	0	1,5	160
	2							
r	2				0	0	1,5	
Tr	2				200	10	1,5	
GTr10	2	50	250	0,6	200	10	1,5	10
GTr40	2	50	250	0,6	200	10	1,5	40
GTr70	2	50	250	0,6	200	10	1,5	70
GTr100	2	50	250	0,6	200	10	1,5	100
GTr130	2	50	250	0,6	200	10	1,5	130
GTr160	2	50	250	0,6	200	10	1,5	160
	2							
R	2				0	0	4	
TR	2				200	10	4	
Code repère	largeur guide	Rayon	Longueur droite	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper	Recouvrement taper R	Longueur couplage

masque			LPSI			WT		Lc
GTR10	2	50	250	0,6	200	10	4	10
GTR40	2	50	250	0,6	200	10	4	40
GTR70	2	50	250	0,6	200	10	4	70
GTR100	2	50	250	0,6	200	10	4	100
GTR130	2	50	250	0,6	200	10	4	130
GTR160	2	50	250	0,6	200	10	4	160
	2							
r	2				0	0	1,5	
tr	2				100	5	1,5	
Gtr10	2	50	250	0,6	100	5	1,5	10
Gtr40	2	50	250	0,6	100	5	1,5	40
Gtr70	2	50	250	0,6	100	5	1,5	70
Gtr100	2	50	250	0,6	100	5	1,5	100
Gtr130	2	50	250	0,6	100	5	1,5	130
Gtr160	2	50	250	0,6	100	5	1,5	160
	2							
R	2				0	0	4	
tR	2				100	5	4	
GtR10	2	50	250	0,6	100	5	4	10
GtR40	2	50	250	0,6	100	5	4	40
GtR70	2	50	250	0,6	100	5	4	70
GtR100	2	50	250	0,6	100	5	4	100
GtR130	2	50	250	0,6	100	5	4	130
GtR160	2	50	250	0,6	100	5	4	160

A droite en partant du haut :

Une série désalignement de guides polymère, poreux, polymère.

Code repère masque	largeur guide	Rayon	Longueur droite LPSI	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper WT	Recouvrement taper R	Désalignement guides
tR -0.75	2				100	5	4	-0.75
tR -0.5	2				100	5	4	-0.5
tR -0.25	2				100	5	4	-0.25
tR 0	2				100	5	4	0
tR 0.25	2				100	5	4	0.25
tR 0.5	2				100	5	4	0.5
tR 0.75	2				100	5	4	0.75
TR -0.75	2				200	10	4	-0.75
TR -0.5	2				200	10	4	-0.5
TR -0.25	2				200	10	4	-0.25
TR 0	2				200	10	4	0
TR 0.25	2				200	10	4	0.25
TR 0.5	2				200	10	4	0.5
TR 0.75	2				200	10	4	0.75

Une série de résonateurs en poreux, gap de 0.5 μm et guides d'accès en polymère.

Code repère masque	largeur guide	Rayon	Longueur droite LPSI	gap (G)	longueur taper LT	largeur taper WT	Recouvrement taper R	Longueur couplage Lc
	2							
r	2				0	0	1,5	
r	2				0	0	1,5	
g r10	2	50	250	0,5	0	0	1,5	10
g r30	2	50	250	0,5	0	0	1,5	30
g r60	2	50	250	0,5	0	0	1,5	60
g r90	2	50	250	0,5	0	0	1,5	90
g r110	2	50	250	0,5	0	0	1,5	110
g r140	2	50	250	0,5	0	0	1,5	140
	2							
r	2				0	0	1,5	
Tr	2				200	10	1,5	
gTr10	2	50	250	0,5	200	10	1,5	10
gTr30	2	50	250	0,5	200	10	1,5	30
gTr60	2	50	250	0,5	200	10	1,5	60
gTr90	2	50	250	0,5	200	10	1,5	90
gTr110	2	50	250	0,5	200	10	1,5	110
gTr140	2	50	250	0,5	200	10	1,5	140
	2							
R	2				0	0	4	
TR	2				200	10	4	
gTR10	2	50	250	0,5	200	10	4	10
gTR30	2	50	250	0,5	200	10	4	30
gTR60	2	50	250	0,5	200	10	4	60
gTR90	2	50	250	0,5	200	10	4	90
gTR110	2	50	250	0,5	200	10	4	110
gTR140	2	50	250	0,5	200	10	4	140
	2							
r	2				0	0	1,5	
tr	2				100	5	1,5	
gtr10	2	50	250	0,5	100	5	1,5	10
gtr30	2	50	250	0,5	100	5	1,5	30
gtr60	2	50	250	0,5	100	5	1,5	60
gtr90	2	50	250	0,5	100	5	1,5	90
gtr110	2	50	250	0,5	100	5	1,5	110
gtr140	2	50	250	0,5	100	5	1,5	140
	2							
R	2				0	0	4	
tR	2				100	5	4	
gtR10	2	50	250	0,5	100	5	4	10
gtR30	2	50	250	0,5	100	5	4	30
gtR60	2	50	250	0,5	100	5	4	60
gtR90	2	50	250	0,5	100	5	4	90
gtR110	2	50	250	0,5	100	5	4	110
gtR140	2	50	250	0,5	100	5	4	140

Annexe 3 : Repérage des fonctions Vernier sur le pourtour du masque

En partant du haut sens trigonométrique

En haut sur deux lignes les 6 "Cascade"

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SC1	11.761	22.511	34	17
SC2	9.761	20.511	38	21
SC3	8.261)	19.011	41	24
LC1	885.761	909.011	36	19
LC2	883.761	907.011	40	23
LC3	881.761	905.011	44	27

En une colonne sur la gauche les 6 MZ Add Drop

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SA1	11.761	22.511	34	17
SA2	9.761	20.511	38	21
SA3	8.261	19.011	41	24
LA1	885.761	909.011	36	19
LA2	883.761	907.011	40	23
LA3	881.761	905.011	44	27

En bas sur deux lignes les 6 structures MZ Pass

Code repère	Lfit_cuve	Lfit_ref	Lc_cuve	Lc_ref
SP1	78.841	86.091	14	4
SP2	74.841	83.091	22	10
SP3	71.341	81.091	29	14
LP1	946.841	969.591	28	12
LP2	943.841	967.091	34	17
LP3	939.841	964.091	42	23

À gauche sur une colonne les 6 structures MZ Filter

Code repère	LFIT_CUVE	LFIT_REF	Ld	Lc
SF1			425.823	14
SF2	1092.92	347.42	421.823	18
SF3			417.823	22
Code repère	LFIT_CUVE	LFIT_REF	Lfit	Lc
LF1			471.664	18
LF2	3092.92	1223.42	470.164	21
LF3			468.664	24

Toutes les dimensions sont en microns.

Annexe 5 : Liste des publications

Posters dans des conférences nationales et internationales :

[P1] L. Poffo, P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, M. Guendouz, **P. Azuelos**, I. Hardy, A. Gutierrez, L. Bodiou, M. Thual, and J. Charrier “*Integrated racetrack micro-resonator based on porous silicon ridge waveguides*”, **18th International Conference on Transparent Optical Networks**, Trento, Italy (Juillet 2016).

[P2] P. Girault, **P. Azuelos**, N. Lorrain, L. Poffo, J. Lemaitre, P. Pirasteh, A. Gutierrez, I. Hardy, M. Thual, L. Bodiou, M. Guendouz and J. Charrier “*Integrated racetrack micro-resonator based on porous silicon ridge waveguides for sensing application*” **European Materials Research Society (EMRS)**, Strasbourg (Mai 2017).

[P3] **P. Azuelos**, P. Girault, N. Lorrain, I. Hardy, J. Lemaitre, P. Pirasteh, M. Guendouz and M. Thual “*Effet Vernier hybride polymère-silicium poreux pour des applications biocapteurs*” **Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG)**, (Juillet 2017).

[P4] P. Girault, **P. Azuelos**, et. Al. Poster presented at **Porous Semiconductors - Science and Technology (PSST)**, Montpellier, (Mars 2018)

[P5] **P. Azuelos**, P. Girault, et. Al. Poster presented at **Porous Semiconductors - Science and Technology (PSST)**, Montpellier, (Mars 2018)

Communications orales dans des conférences internationales avec actes :

[O1] S.D. Le, E. Delcourt, P. Girault, A. Gutierrez, **P. Azuelos**, N. Lorrain, L. Bodiou, L. Poffo, J.M. Goujon, Y. Dumeige, I. Hardy, P. Rochard, J. Lemaitre, P. Pirasteh, M. Guendouz, T. Chartier, L. Quénel, S. Claudot, J. Charrier and M. Thual “*Micro-lensed fibers for coupling optimization in optical fibers and photonic integrated circuits*”, **9th International Conference on Photonics and Applications**, Invited, Ninh Binh City Vietnam (Novembre 2016).

[O2] P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, J. Lemaitre, **P. Azuelos**, I. Hardy, A. Gutierrez-Arroyo, L. Bodiou, M. Thual and J. Charrier, “*Integrated racetrack microresonator based on porous silicon ridge waveguides*”, oral presented at **Porous Semiconductors - Science and Technology 2016**, March 6-11, 2016 - Tarragona, Spain.

[O3] **P. Azuelos**, P. Girault, N. Lorrain, M. Thual, M. Guendouz “*Vernier effect hybrid optical sensors based on porous silicon and polymer waveguides*” **European Materials Research Society (EMRS)**, Strasbourg (Mai 2017).

Articles dans des journaux internationaux à comité de lecture :

[A1] S. D. Le, E. Delcourt, P. Girault, A. Gutierrez-Arroyo, **P. Azuelos**, N. Lorrain, L. Bodiou, L. Poffo, J.-M. Goujon, Y. Dumeige, I. Hardy, P. Rochard, J. Lemaître, P. Pirasteh, M. Guendouz, T. Chartier, L. Querel, S. Claudot, J. Charrier and M. Thual, “*Study of optimized coupling based on micro-lensed fibers for fibers and photonic integrated circuits in the framework of telecommunications and sensing applications* “. **Invited. Communications in Physics**, Vol. 26, No. 4, pp. 327-334, (2016).

[A2] P. Girault, **P. Azuelos**, N. Lorrain, L. Poffo, J. Lemaitre, P. Pirasteh, I. Hardy, M. Thual, M. Guendouz and J. Charrier “*Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application*”. **Optical Material**, 72, 596-601 (2017).

[A3] **P. Azuelos**, P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, I. Hardy, M. Guendouz and M. Thual “*Theoretical investigation of Vernier Effect based sensors with hybrid porous silicon-polymer optical waveguides*”. **Journal of Applied Physics**, 121, 144501 (2017).

[A4] **P. Azuelos**, P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, M. Thual, J. Lemaitre, P. Pirasteh, I. Hardy, and J. Charrier, “*High sensitivity optical biosensor based on polymer materials and using the Vernier effect*”. **Optics express**, vol.25, n°24, 30799-30806 (2017).

[A5] **P. Azuelos**, P. Girault, N. Lorrain, Y. Dumeige, L. Bodiou, L. Poffo, M. Guendouz, M. Thual and J. Charrier, “*Optimization of porous silicon waveguides design for micro-ring resonator sensing application*”. **Journal of Optics**, vol.20, 085301 (2018)

Theoretical investigation of Vernier effect based sensors with hybrid porous silicon-polymer optical waveguides

Paul Azuelos,¹ Pauline Girault,¹ Nathalie Lorrain,¹ Luiz Poffo,¹ Isabelle Hardy,^{1,2} Mohammed Guendouz,¹ and Monique Thual¹

¹UMR FOTON, CNRS, Université de Rennes 1, ENSSAT, F22305 Lannion, France

²UMR FOTON, CNRS, IMT Atlantique, F29238 Brest, France

(Received 16 December 2016; accepted 30 March 2017; published online 10 April 2017)

A new combination of porous silicon and polymer optical waveguides is investigated for two different designs of Vernier effect based sensors for the surface detection of Bovine Serum Albumin (BSA) molecules. The hybrid structures studied consist of two cascaded micro-resonators for one and a micro-resonator cascaded with a Mach-Zehnder for the other. Because of its high specific surface and bio-compatibility, we use porous silicon to implement the waveguides in the sensing part of the sensor into which BSA molecules are grafted. Polymer waveguides are then used for the reference part of the sensor because of their low optical losses. We consider the opto-geometric parameters of both waveguides for single mode propagation. Finally, optimized designs, taking into account standard experimental wavelength shift measurement limitation, are presented for both structures. We demonstrate a theoretical Limit Of Detection (LOD) of 0.019 pg mm^{-2} and a sensitivity of $12.5 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$ with these hybrid sensors. To our knowledge, these values are lower by a factor of 8 for the LOD and higher by a factor of 200 for the sensitivity, as compared to state of the art Vernier effect biosensors. *Published by AIP Publishing.*

[<http://dx.doi.org/10.1063/1.4980010>]

I. INTRODUCTION

Nowadays, sensors for biological and medical applications are of great interest for detecting low concentrations of specific analytes in biological fluid or gas samples.¹ Various kinds of analysis methods, especially those based on the Surface Plasmon Resonance (SPR) effect, have been studied and some of them are commercially available with low Limits Of Detection (LOD) of 10^{-5} – 10^{-8} Refractive Index Unit (RIU) for homogeneous detection.² Alternative structures based on refractive index variation such as micro ring resonators (MRs) and Mach-Zehnder (MZ) interferometers have also demonstrated both good sensitivity and limit of detection as low as 10^{-6} RIU.^{3,4}

Porous silicon (PSi) is a particularly interesting material for sensing applications as it makes it possible to reach high sensitivities for homogeneous detection based on its refractive index variation caused by analytes, localized not only in the environment of the micro resonator (MR) but also in the porous core of the waveguide. Recently, a first publication on a PSi MR sensor gave sensitivities up to $380 \text{ nm}/\text{RIU}$ for homogeneous detection based on refractive index variation.⁵ PSi is also biocompatible as its surface can be functionalized for grafting biomolecules. Surface detection differs from homogeneous detection in that the interaction between the electromagnetic (EM)-field and the grafted biomolecules is enhanced when the waveguide specific surface increases. Clearly, PSi is therefore interesting for surface detection, as its high specific surface up to $800 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ dramatically increases the waveguide sensitivity for surface detection of specific molecules which are grafted into the pores.⁶ A

theoretical PSi MR surface sensitivity to Bovine Serum Albumin (BSA) has been calculated up to $0.02 \text{ nm}/\text{pg}/\text{mm}^2$.⁷

One way to greatly increase the sensitivity of the sensor is to employ the Vernier effect⁸ using interferences between two or more interferometers. This effect has already been used, in the case of homogeneous evanescent detection, with different designs of either a cascaded Silicon On Insulator MR^{9,10} with a sensitivity of $2.1 \times 10^4 \text{ nm}/\text{RIU}$ and a LOD of 8.3×10^{-6} RIU or an MR implemented with Mach-Zehnder interferometers with a sensitivity of $1.55 \times 10^5 \text{ nm}/\text{RIU}$ and a LOD of 2×10^{-6} RIU.¹¹ Evanescent surface detection has also been experimentally studied with two cascaded MZs¹² with silicon nitride (SiN) waveguides; a sensitivity of $0.06 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$ and a LOD of 0.155 pg mm^{-2} were obtained.

The novelty of our present work depends both on the choice of materials including PSi and on a comparative study of two different sensor designs based on the Vernier effect in order to obtain the best contrast, sensitivity, and LOD for surface detection application. Theoretical calculations of LOD and sensitivity are, respectively, 0.019 pg mm^{-2} and $12.5 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$ for surface detection. These results are 8 times lower for the LOD and 200 times higher for the sensitivity than for state of the art Vernier effect biosensors.¹²

In Section I, we introduce the principles of sensors based on a single interferometric structure consisting of one MR or one MZ. The fundamental characteristics and the measurement method based on wavelength shift linked to these kinds of sensors are introduced as well. We then discuss the interest of the two proposed structures, which are based on the Vernier effect, for overcoming the limitations of sensors based on only one MR or one MZ. In Section II,

we consider the appropriate choice of materials for these complex structures. This choice includes, for example, a porous material such as PSi, which is sensitive to refractive index variation induced by analytes grafting on its internal surface for the core of the sensing device, whereas a material such as a polymer, which leads to low waveguide propagation losses, can be used for the access waveguides and for the reference part of the sensing device. In Section III, we compare two different complex structures to select the best one for sensor applications and finally we point out the interest of the hybrid Vernier effect sensor.

II. THEORETICAL CONCEPTS ON INTERFEROMETERS AND COMPLEX GEOMETRIES

A. Transfer function of one micro resonator

MRs are used as sensors because they allow low limits of detection to be reached and moreover they make high integration possible. The expressions for important parameters and characteristics of the sensor are presented in this part.

In this study, the MR considered consists of two straight access waveguides (an add-pass port and a drop port) and a ring waveguide as shown in Figure 1(a). The input signal, which consists of a broadband wavelength spectrum, is injected from the access waveguide add port into the micro-ring resonator by evanescent coupling. In order to increase the coupling between the access waveguide and the ring waveguide, the racetrack geometry represented in Figure 1(a) can be used. The wavelengths λ_{res} , which are in tune with the incident wavelength, resonate, after round trips in the ring, by constructive interference. At the drop port, extinction peaks appear in the output spectrum represented in Figure 1(b). The amount of signal which is coupled in the coupling region between the access and the ring waveguides can be calculated semi-analytically using Marcatili's theory¹³ for ridge waveguides or numerically for other waveguide geometries using, for example, 3D Beam Propagation Method (BPM).¹⁴ They are defined similarly to the classical evanescent waveguide coupling configuration by:

– τ and τ' the amplitude self-coupling coefficients in the access and in the ring waveguides, respectively,

– κ and κ' the amplitude cross-coupling coefficients from the access to the ring waveguide and from the ring to the access waveguides, respectively,
 – in the case of symmetrical coupling, $\tau = \tau'$ and $\kappa = \kappa'$.

The relationship between the field amplitude and the coupling coefficients in the coupling region is developed by Yariv.¹⁵ The complex transmission function, which gives the ratio between the output drop port and the input add port optical fields, is given by⁷

$$D(\lambda) = \frac{E_d}{E_i} = \eta \frac{\kappa^2 \sqrt{a} \exp(j\phi/2)}{1 - \tau^2 \eta a \exp(j\phi)} \tag{1}$$

with

$$\phi = L\beta \tag{2}$$

and with the attenuation given by

$$a = \eta \exp\left(-L \frac{\alpha}{2}\right), \tag{3}$$

where L is the perimeter of the resonator, α the MR propagation losses, $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff}$ the MR propagation constant, n_{eff} is the effective index of the propagated mode calculated semi-analytically using the effective index method,¹⁶ and η is the coupling loss coefficient between the access and ring waveguides. In the case of lossless coupling $\eta=1$ and $|\tau|^2 + |\kappa|^2 = 1$. In the following, we will only consider lossless coupling.

The expression for the Full Width at Half Maximum (FWHM) of the peaks in the transfer function at the drop port of a single MR as presented in Figure 1(b) is given by¹⁷

$$FWHM_{add_drop} = \frac{2(1 - ab^2)}{b\sqrt{a}} \tag{4}$$

with $b = \sqrt{1 - \kappa}$.

The quality factor (Q) is given by

$$Q = \frac{\lambda_{res}}{FWHM} \tag{5}$$

with

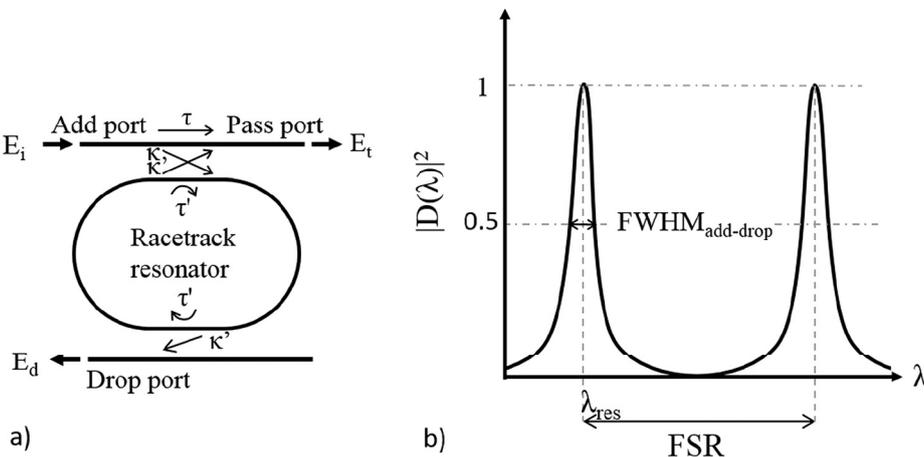


FIG. 1. (a) Schematic of an add-drop MR and (b) Normalized transmission spectrum at the drop port waveguide of the MR.

$$\lambda_{res} = \frac{Ln_{eff}}{p}, \quad (6)$$

where p is an integer.

The Free Spectral Range (FSR) is defined as the difference in wavelength between two consecutive peaks and is given by

$$FSR_{MR}(\lambda) = \frac{\lambda_{res}^2}{Ln_g(\lambda)} \quad (7)$$

with n_g the group index defined by

$$n_g(\lambda) = n_{eff}(\lambda) - \lambda \frac{dn_{eff}}{d\lambda}. \quad (8)$$

The MR presented above can be used as sensor based on surface detection of target molecules because the contrast and the resonant wavelengths depend on the waveguide refractive index. If the refractive index of the waveguide changes when target molecules are grafted onto the internal surface of the porous waveguides, as shown in Figure 2(a) for evanescent sensing, the resonant wavelength of the MR will shift and this shift can be measured. The important parameters of the MR sensor are: the minimum quantity of detected target molecules grafted, which is the Limit of Detection (LOD) and the shift of the resonant wavelength, with the quantity of target molecules grafted onto the internal surface of the porous waveguide, which is the sensitivity.

In order to measure the quantity of molecules grafted onto the waveguide, a wavelength shift measurement method is studied. This method is based on the measurement of the displacement of the resonant wavelength ($\Delta\lambda_{shift}$ as shown in Figure 2(b)) induced by the variation of effective refractive index of the waveguide when target molecules are grafted onto the surface. This method reaches the high sensitivity and low LOD that can be achieved using a high quality factor MR.

In our simulations, the molecules grafted onto the waveguide are Bovin Serum Albumin (BSA) molecules. The theoretical calculation of the surface sensitivity of PSI waveguides, with BSA grafting into the waveguide, will be presented further in Section III A. The sensitivity of a single MR for wavelength shift measurement is given by

$$S_{MR}(\text{nm}/(\text{pg mm}^{-2})) = \frac{\partial\lambda}{\partial n_{eff}} \times \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{BSA}} = \frac{\lambda_{res}}{n_g(\lambda)} \times \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{BSA}} \quad (9)$$

with M_{BSA} the mass of target molecules grafted on the waveguide per unit of surface.

To increase the sensor sensitivity, a small variation of M_{BSA} must lead to a large variation of n_{eff} . The interaction between the EM-field and the grafted molecules to be analyzed must be maximized to obtain this high variation of n_{eff} versus M_{BSA} and so to enhance the sensitivity of the waveguide defined as

$$S_w = \frac{\partial n_{eff}}{\partial M_{BSA}}. \quad (10)$$

The Limit of Detection (LOD) is the minimum quantity of target molecules per unit of surface which can be measured by the sensor. For a single MR, it is given by

$$LOD(\text{pg mm}^{-2}) = \frac{3\sigma}{S_{single MR}} \quad (11)$$

with σ the standard deviation of all the noise contributions.¹⁸

The range of grafted molecule mass per unit area that can be measured depends both on the sensitivity and the free spectral range and is given by

$$\Delta M_{BSA_{max}} = \frac{FSR_{MR}}{S_{single MR}}. \quad (12)$$

The values of FSR_{MR} and $FWHM$ must be optimized to get the optimum values of LOD and/or $\Delta M_{BSA_{max}}$. For this purpose, the perimeter and coupling length of the racetrack resonator must be adapted to the chosen material.

B. Transfer function of one Mach-Zehnder

Mach-Zehnder (MZ) interferometers have been demonstrated experimentally as surface PSI sensors⁶ and in Vernier effect structures with an MR filter or an MZ filter.¹² The MZ structure represented in Figure 3 is composed of two arms: a reference arm and a sensor arm which will be exposed to the target molecules (BSA). The transfer function of an MZ is given by

$$T_{MZ} = \frac{1}{4}|P_{MZref}|^2 + \frac{1}{4}|P_{MZsensor}|^2 + \frac{1}{2}|P_{MZref}P_{MZsensor}| \times \cos(\arg(P_{MZref}) - \arg(P_{MZsensor})) \quad (13)$$

with $P_{MZref} = e^{L_{ref}(jn_{eff,ref} - \alpha_{ref})}$ and $P_{MZsensor} = e^{L_{sensor}(jn_{eff,sensor} - \alpha_{sensor})}$. L_{ref} is the length of the reference arm

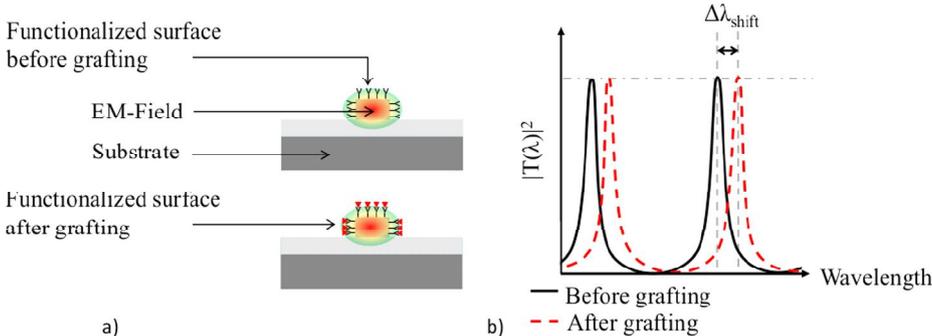


FIG. 2. Illustration of target molecule grafting: (a) MR optical waveguide, based on evanescent sensing, before and after target molecule grafting. (b) Output spectra of the MR before and after target BSA molecule grafting.

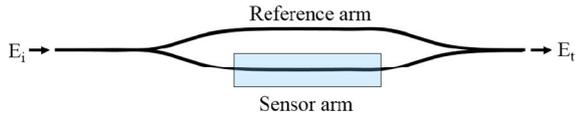


FIG. 3. Schematic representation of a MZ sensor.

and L_{sensor} is the length of the sensor arm, $n_{eff,sensor}$ and $n_{eff,reference}$ are the effective indices of the sensor arm and reference arm, respectively, and α_{ref} and α_{sensor} are the propagation losses in the reference arm and sensor arm, respectively.

Just as for the MR, the MZ is sensitive to refractive index variation and the expression for its sensitivity is given by

$$S_{MZ}(\text{nm}/(\text{pg mm}^{-2})) = \frac{\lambda_{res,MZ}}{\Delta n_{g,MZ}} \times S_w \quad (14)$$

with $\Delta n_{g,MZ}$ the effective difference of group refractive index between the MZ arms

$$\Delta n_{g,MZ} = n_{g,sensor} - \frac{L_{reference}}{L_{sensor}} \times n_{g,reference}. \quad (15)$$

In Section II C, MZs and MRs are cascaded in Vernier effect structures to enhance their sensitivity.

C. Vernier effect based sensors

In order to improve the sensitivity, Vernier effect based sensors can be used. Two Vernier effect structures called ‘‘cascaded’’ for Figure 4(a) and ‘‘MZ + filter’’ for Figure 4(b) are simulated in this paper with a combination of polymer and PSi materials, which are presented later.

To this end, we now introduce the fundamental theoretical concepts of Vernier effect based sensors.

Each structure contains two interferometers. In this paper, the first one called ‘‘filter’’ is used as a spectral reference and the second one called ‘‘sensor’’ is exposed to the BSA target molecules and will be sensitive to their variation of concentration. The filter is protected from the solution by a superstrate of low refractive index polymer that masks all the structure except the sensor part which is exposed to the target molecules. A reservoir is etched above the polymer superstrate in order to graft target molecules onto the waveguides with a microfluidic setup. The effective index of the sensor waveguide then changes when target molecules are grafted onto the sensor waveguides inducing a shift of the resonant peaks pattern envelop.

A sensor ring is used for the cascaded structure in Figure 4(a) or a sensor Mach-Zehnder is used for the MZ + filter structure in Figure 4(b).

All waveguide dimensions and material compositions are presented in Sections III A and III B.

The Vernier effect is illustrated in Figure 5. The transfer functions of the filter and sensor are represented in Figure 5(a). The difference of free spectral range between the filter and sensor ($FSR_{filter} \neq FSR_{sensor}$) generates the Vernier effect. Indeed, the transfer functions of the sensor and the filter interfere with each other, so that peaks that are at the same resonant wavelength for both filter and sensor have high contrast at the output port and peaks with no common resonant wavelength have lower contrast.

A constructive interference pattern, which can be fitted with an envelope function⁹ appears at the output of the Vernier effect structure for the condition

$$|FSR_{filter} - FSR_{sensor}| < FWHM_{sensor}. \quad (16)$$

The envelope function shifts when the target molecules are grafted onto the waveguide surface. Such an envelope function, for a cascaded ring configuration, is illustrated in Figure 4(b). Its sensitivity can be calculated with $\frac{\partial \lambda_{envelope}}{\partial M_{BSA}}$, which is the shift of the envelope function after the grafting of target molecules. The Vernier effect sensitivity is the product of the sensitivity of a single MR ring and the factor G_v , which is given by

$$G_v = \frac{FSR_{filter}}{|FSR_{sensor} - FSR_{filter}|}. \quad (17)$$

The condition (17) is important in achieving high sensitivities compared to a single MR. Two expressions for sensitivities have been defined for Vernier effect structures. The first expression is defined, for cascaded configuration, by

$$S_{cascaded} = S_{single MR} \times \frac{FSR_{filter}}{|FSR_{sensor,MR} - FSR_{filter}|}. \quad (18)$$

An analogous expression for the sensitivity of MZ + filter is given by

$$S_{MZ+filter} = S_{MZI} \times \frac{FSR_{filter}}{|FSR_{sensor,MZ} - FSR_{filter}|}. \quad (19)$$

The free spectral range expression for the envelope function is the same for all structures. It is equivalent to the envelope period which is given by

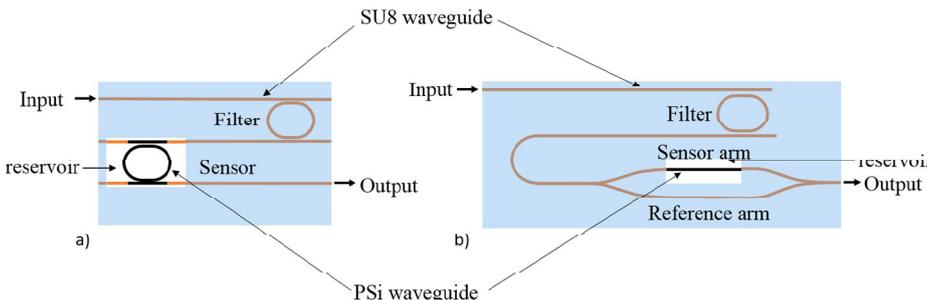


FIG. 4. Schematic configuration of Vernier effect based sensors: (a) Cascaded resonators and (b) Mach-Zehnder interferometer with filter. Hybrid PSi and SU8 waveguides will be presented in Section III B.

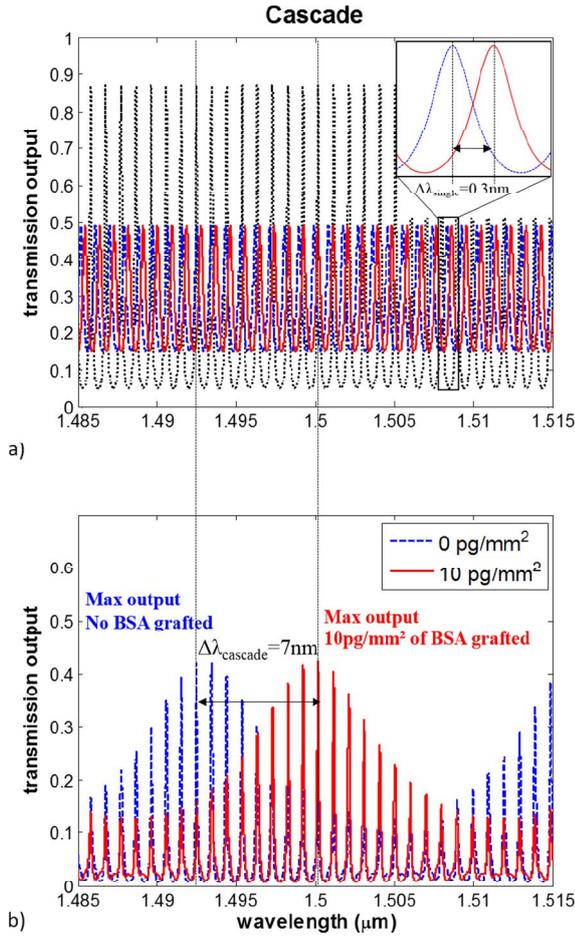


FIG. 5. Vernier effect for two cascaded micro resonators: (a) Transfer function of the filter ring in dotted black line and sensor ring before and after grafting of BSA molecules for a quantity of 10 pg/mm^2 in dashed blue line and red full line, respectively; (b) Transfer function at the output of the cascaded structure presented in Figure 3(a) for a $1500 \mu\text{m}$ perimeter sensor and $1400 \mu\text{m}$ perimeter filter, without BSA in dotted blue line and with a BSA quantity of 10 pg/mm^2 in full red line.

$$FSR_{\text{Vernier}} = \frac{FSR_{\text{filter}} FSR_{\text{sensor}}}{|FSR_{\text{sensor}} - FSR_{\text{filter}}|}. \quad (20)$$

Vernier effect based sensors are limited in LOD by the discreteness of their output spectrum. Indeed, the minimum refractive index change is related to the difference between the FSRs of the filter and the sensor, and by the sensitivity of a single MR and MZ as defined in Equations (9) and (14)

$$LOD_{\text{cascaded}} = \frac{FSR_{\text{filter}}}{S_{\text{cascaded}}} = |FSR_{\text{filter}} - FSR_{\text{sensor}}| \times \frac{1}{S_{\text{MR}}}, \quad (21)$$

$$LOD_{\text{MZ+filter}} = \frac{FSR_{\text{filter}}}{S_{\text{MZ+filter}}} = |FSR_{\text{filter}} - FSR_{\text{sensor}}| \times \frac{1}{S_{\text{MZ}}}. \quad (22)$$

The maximum quantity of grafted molecules which can be measured in this setup can be calculated from the free spectral range and the sensitivity of the system and is given by

$$\Delta M_{\text{BSAmax}} = \frac{FSR_{\text{Vernier}}}{S_{\text{Vernier}}} = \frac{FSR_{\text{sensor}}}{S_{\text{MR}}}. \quad (23)$$

The range of grafted molecule mass per unit area that can be measured with this setup is the same as for a single MR structure.

III. DESIGN OF A POLYMER-POROUS SILICON VERNIER EFFECT BASED SENSOR

A. Theoretical study of the surface sensitivity of PSi waveguides

PSi is fabricated by electro-chemical etching and an oxidation step is necessary to reduce its hydrophobicity and instability. It has a refractive index of between 1.4 and 2.2 at $1.55 \mu\text{m}$ wavelength, depending on the manufacturing conditions. Indeed, the refractive index of PSi depends on the porosity of the material which is controlled by electrochemical etching parameters (current density, etching time, and chemical solution preparation), the oxidation rate of the PSi layers, and the choice of the doping type and level of the crystalline silicon substrate.¹⁹ The value of the refractive index of the porous material changes when its structure is infiltrated by molecules.

In order to evaluate the refractive index of the PSi core and the sensitivity $S_w = \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial M_{\text{BSA}}}$ of the PSi waveguide configuration defined in Section III B, it is necessary to investigate the evolution of the PSi refractive index during the functionalization process and the grafting of BSA molecules.

The functionalization process studied in this paper is based on a previous PSi functionalization process⁶ that has been optimized for the grafting of BSA molecules onto a PSi waveguide. The PSi structure is partially oxidized in order to chemically stabilize the surface of the porous material and to ease the formation of Si-OH groups which enables SiHx to be fixed during the silanization step of the functionalization process. The core layer functionalization is a 2 step procedure with a first step of silanization with Aminopropyltriethoxysilane (APTES) and a coupling step using Glutaraldehyde (GL) molecules. The BSA, APTES, and GL refractive indices are assumed to be constant over the wavelength range studied. It is assumed that the cladding layer is not affected by the functionalization process because of the introduction of a low porosity PSi barrier layer during the fabrication of PSi layers as presented in Section III B. For the chosen PSi configuration, the diameter of the PSi pores in the core layer has been estimated by SEM observations to be about 20 nm.

A modeling study and the use of the Bruggeman model developed in Refs. 6 and 20 allow the variation of the effective index of a single-mode PSi waveguide with BSA volumic fraction variation in the PSi core layer to be calculated. The effective index method is used to evaluate the variation of the effective index during the grafting of BSA. The result is presented in Figure 6 for the TE00 mode whose sensitivity is better than that of the TM00. The linear slope of the effective index variation with quantity of BSA grafted corresponds to the sensitivity of the sensor waveguide presented above and its value is $S_w = 3 \times 10^{-5} \text{ RIU}/(\text{pg mm}^{-2})$.

In Section III B, the material is selected in order to allow single-mode propagation in both the polymer and PSi waveguides over the range of effective index presented in Figure 6. In Section III C, characteristics of hybrid PSi-polymer

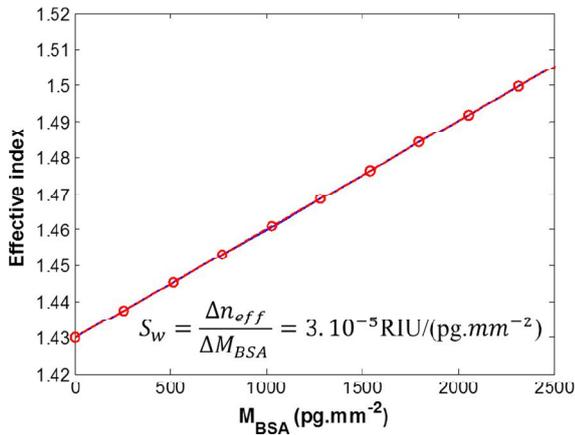


FIG. 6. Effective index of the TE₀₀ mode in PSi waveguide versus BSA grafting area density.

Vernier effect sensors are then determined with the waveguide sensitivity calculated here.

B. Material selection for optimal light propagation

As mentioned above, PSi is a promising material for label free sensing since its high specific surface is interesting for molecule trapping and for surface functionalization for biomedical applications.^{5,6,19,21}

The effective indices of such PSi waveguides are more dependent on the grafting of molecules as indicated in Figure 7(a) since a large quantity of molecules can be grafted because of the high porous specific surface. Moreover, the molecules, which have been grafted into the core of the waveguide, interact with the strong EM-field confined in the waveguide in contrast to the purely evanescent field detection of grafted molecules with non-porous materials, as represented in Figure 7(b).

Otherwise, the high specific surface of PSi enhances the sensitivity S_w of the PSi waveguide²² compared to classical interactions based on evanescent field interaction with grafted molecules.

However, high losses values of 20 dB/cm have been obtained in PSi ridge waveguide.⁵ These losses depend on the fabrication quality, the dimensions of the waveguide, the porosity, and the oxidation of PSi layers and are the main limitation on the use of PSi for the entire sensor.

As propagation in a PSi waveguide significantly reduces the amount of transmitted signal power, this suggests the use of low propagation loss polymer waveguides for the access

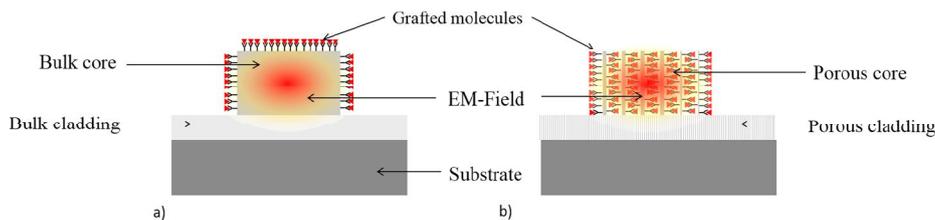


FIG. 7. (a) Bulk single-mode waveguide: Evanescent field interaction between the EM-beam and the grafted molecules to be analyzed; (b) PSi ridge single-mode waveguide consisting of two porous layers: the porous cladding confinement layer has a lower porosity than the squared core layer. Direct volume interaction of the EM-field with the grafted molecules which are to be analyzed.

waveguides and filter in this paper so as to reduce the losses in the Vernier effect structures described in Section II C. Indeed, these polymer waveguides can be easily implemented in the structures. In this case, PSi can be used just for the portion of the waveguide sensitive to the BSA grafting.

For this reason, as previously presented for the cascaded structure, in Fig. 4(a), only the MR exposed to BSA grafting and the access part of the waveguide which is used to couple light to the MR are made with PSi material. In the MZ + Filter structure of Figure 4(b), only a part of one arm of the MZ is in PSi.

In the hybrid structure, the waveguides must be carefully adjusted to allow for single-mode propagation in both materials and best coupling between the polymer and PSi waveguides. The coupling suggested is “butt coupling” for both “cascaded” and “MZ + filter” structures and is presented schematically in Figure 8. Butt coupling is a good alternative to classical evanescent coupling between the polymer and PSi waveguides. This coupling may be limited by both the effective index mismatch of PSi and polymer waveguides which can appear because of measurement uncertainties in the order of 10^{-2} refractive index of the PSi linked to its fabrication⁶ and by the high effective index variation represented in Figure 6, which appears during grafting.

As PSi is prepared by electro-chemical etching on the crystalline Si wafer, the PSi waveguides must be fabricated before the polymer waveguides. In the present study, SU8 polymer is used to fabricate the polymer waveguide core. The refractive index of SU8 is 1.5791 (@ 1.55 μm), so the refractive index of the PSi cladding layer refractive index filled with air must be less than this. The core dimensions of each waveguide must be calculated to allow single-mode propagation and correct coupling between the waveguides.

In order to optimize the butt coupling of the polymer and PSi waveguides, the field profiles and propagation constants of the two waveguides must be matched, so the effective indices and the dimensions must be close in order to maximize mode matching between both waveguides.

The refractive index of the PSi core waveguide is calculated with the theoretical model presented in Section III A. PSi losses are expected to be equal to 20 dB/cm as the waveguide size and oxidation rate have been chosen close to previously reported experimental oxidation.⁵ It is chosen such that it stays close to the SU8 refractive index during all of the grafting process. It should be noted that the PSi refractive index can change from 1.54 before grafting to a maximum of 1.62 (@ 1.55 μm) in response to the grafting of a complete

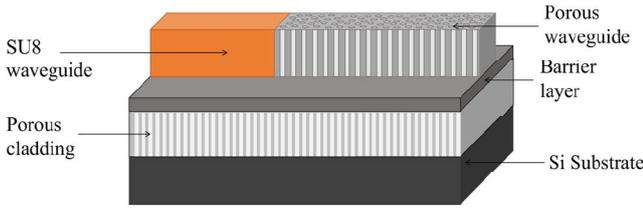


FIG. 8. Butt coupling configuration between SU8 polymer waveguide and PSi waveguide on PSi cladding isolated by a barrier layer.

single layer of BSA into PSi pores. The PSi cladding layer refractive index is 1.40 (@ 1.55 μm). The dimensions for single-mode propagation are represented in Figure 9(a). Dimensions of 1.5 μm width and 1.5 μm height are selected for both waveguides, which gives TE single-mode propagation and fabrication tolerances of 0.25 μm . The effective indices of the SU8 waveguide and the PSi waveguide, before and after the grafting of BSA molecules, are represented in Figure 9(b).

These configurations give single-mode conditions for both structures and the maximum effective index mismatch for TE mode is 3%, which limits reflections at the interface between waveguides. As the propagation mismatch significantly disturbs the evanescent coupling between SU8 and PSi waveguides, the SU8 waveguide is butt coupled to a PSi waveguide before evanescent coupling in the sensor ring of the “cascaded” configuration. Butt coupling efficiency is calculated between a SU8/PSi and a PSi/SU8 waveguide interface using commercial FIMMWAVE software. The obtained coupling is 98% for TE mode and thus will not significantly affect the sensor readout.

The barrier layer which stops solution or polymer infiltration to the PSi substrate can be a low porosity PSi layer with its pores filled with SiO_2 by volumic expansion during a process oxidation step.²⁰ A low index polymer superstrate of poly(2,2,2 methacrylate of trifluoro-ethyle) (PMATRIFE)

is then deposited⁷ and a reservoir is etched above the PSi waveguide for functionalization and BSA grafting.

C. Micro resonators coupling coefficient selection for maximum contrast interference pattern

Since high loss PSi waveguides occur in the Vernier effect structure, the contrast of the interference pattern is the main limiting factor for this structure. Therefore, the coupling coefficient of each MR of the structure must be carefully selected to obtain high contrast interference patterns. The contrast is defined as the difference between the minimum and maximum values of the envelope function. The envelope function can be fitted on the maxima of the resonant wavelengths of the transmission function of the Vernier effect sensor.⁹ The relation between coupling coefficients and envelope functions has been studied for cascaded MRs with constant losses in the structure.²³

In our optimization design, the coupling coefficient for maximum contrast is calculated and compared to the critically coupled contrast for each MR (sensor and filter) and for each configuration using the transfer function of the complex structures given by

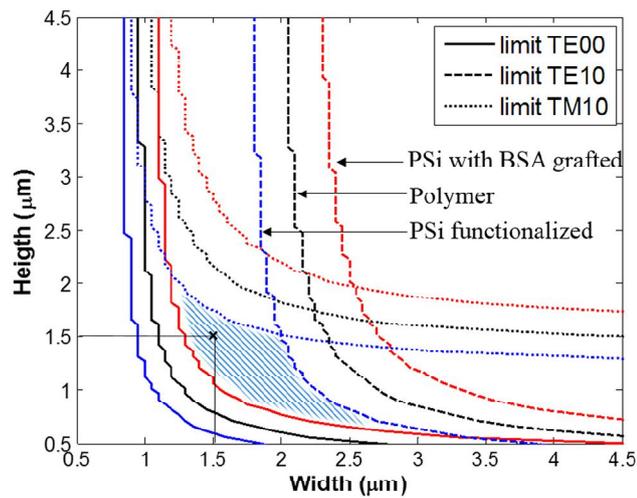
$$T_{\text{cascaded}} = |D_{\text{filter}} D_{\text{sensor}}|^2, \quad (24)$$

$$T_{\text{MZ+filter}} = \frac{1}{4} |D_{\text{filter}} P_{\text{MZref}}|^2 + \frac{1}{4} |D_{\text{filter}} P_{\text{MZsensor}}|^2 + \dots \\ + \frac{1}{2} |D_{\text{filter}} P_{\text{MZref}} D_{\text{filter}} P_{\text{MZsensor}}| \\ \times \cos(\arg(D_{\text{filter}} P_{\text{MZref}}) - \arg(D_{\text{filter}} P_{\text{MZsensor}})) \quad (25)$$

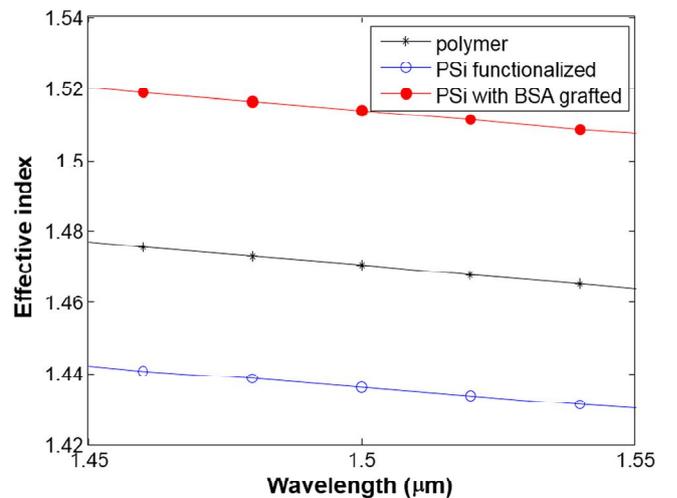
with

$$P_{\text{MZref}} = e^{L_{\text{ref}}(j n_{\text{eff,ref}} - \alpha_{\text{polymer}})} \quad (26)$$

and



a)



b)

FIG. 9. (a) Single-mode region delimited above the solid lines (no-guiding region limit) and below the dotted lines (multimode region limit) for the PSi waveguide before BSA grafting in blue, after BSA grafting in red and for the polymer waveguide in black. Single-mode region common to all configuration is highlighted with the selected square waveguide size of 1.5 μm ; (b) Effective index of the PSi waveguide before BSA grafting, in blue, after BSA grafting, in red and of the polymer waveguide, in black.

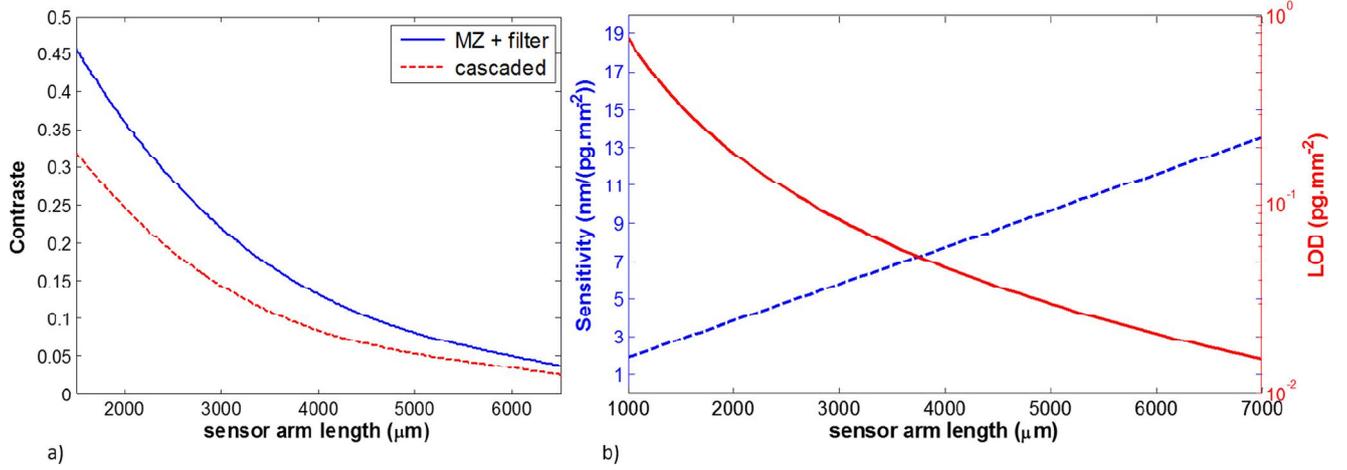


FIG. 10. (a) Maximum contrast (solid blue) for MZ + filter and cascaded configuration (dotted blue); (b) Minimum LOD (solid red) and maximum sensitivity (dotted blue) dependence on PSi waveguide length for both configuration with constant $FSR_{\text{Vernier}} = 100$ nm.

$$P_{MZref} = e^{L_{ref}(\beta_{eff,ref} - \alpha_{polymer})}. \quad (27)$$

D_{filter} and D_{sensor} are defined in Equation (1) with n_{eff} and α adapted to the material. The propagation losses are $\alpha_{polymer} = 2$ dB/cm for polymer waveguides²⁴ and $\alpha_{PSi} = 20$ dB/cm for PSi waveguides.⁵ Propagation losses between interferometers are not taken into account as they can be minimized by optimizing the design of the sensor.

In order to ease the characterization of the sensor, the coupling coefficient is selected to maximize the contrast of the envelope function, since it has been demonstrated that critical coupling does not give the maximum contrast.²³ Other strategies of optimization are possible such as reducing the envelope FWHM width by taking the critical coupling of each MR to ease determining the maximum of the envelope function, but in this case the contrast is not optimized.

Using Equations (24) and (25), the transmission functions are calculated while varying the coupling coefficient of the filter and sensor MR for both the cascaded structure and for the MZ + filter structure. Maximum contrast is obtained for a coupling coefficient other than critical coupling for both configurations. It does appear that critical coupling gives contrast values near 90% of the maximum contrast for cascaded and MZ + filter hybrid configurations. So critical coupling could be a good choice for these geometries to get both high contrast and low envelope FWHM.

According to the analytical expressions of Section II C, the relation between maximum sensitivity, minimum LOD and L_{sensor} can be calculated, when FSR_{Vernier} is limited to $FSR_{\text{Vernier,max}}$ assuming that $\lambda_{res,filter} \approx \lambda_{res,sensor}$ and that they are the same for both structures

$$S_{\text{Vernier,max}}(L_{\text{sensor,max}}) = \frac{FSR_{\text{Vernier,max}} S_w L_{\text{sensor,max}}}{\lambda_{res}}. \quad (28)$$

Then, the LOD is

$$\begin{aligned} LOD_{\text{min}}(L_{\text{sensor,max}}) &= \frac{\lambda_{res}^3}{FSR_{\text{Vernier,max}} S_w L_{\text{sensor,max}} n_g \text{filter} L_{\text{filter,max}}}. \end{aligned} \quad (29)$$

The sensitivity and LOD of the cascaded and MZ + filter configurations are calculated within technological and characterization limits. FSR_{Vernier} is limited to 100 nm in the wavelength range of 1500–1600 nm in order to be able to use these biosensors with common laboratory broadband sources and Optical Spectrum Analyzers. In addition, both PSi and polymer optical parameters are well known over this wavelength range. The contrast dependence on $L_{\text{sensor,max}}$ is calculated and is represented in Figure 10(a). The sensitivity and LOD are shown in Figure 10(b). As the length of PSi increases in the MZ or MR, the contrast of D_{sensor} and the amplitude of $P_{MZsensor}$ are reduced, leading to a reduction in the contrast of the envelope functions T_{cascaded} and $T_{\text{MZ+filter}}$. This means that a limiting value for $L_{\text{sensor,max}}$ can be determined depending on the limiting value of the envelope contrast that can be detected by the experimental setup. The MZ + filter configuration gives around 30% better contrast than cascaded configuration which should ease the characterization of this structure. On the other hand, the values of sensitivity and LOD are improved when $L_{\text{sensor,max}}$ increases as the interaction length between the optical field and the PSi waveguide sensitive to BSA grafting increases. Thus, contrast and sensitivity may need to be traded off to detect smaller amounts of BSA.

TABLE I. Optimized parameters for hybrid polymer-PSi Vernier effect based sensors.

Parameters	Cascaded structure	MZ + filter structure
Sensor length	6500 μm	6500 μm
Reference length	...	606 μm
Filter length	6331 μm	5727 μm
FSR_{Vernier}	97.96 nm	99.93 nm
FSR_{sensor}	0.2289 nm	0.2532 nm
ΔFSR	$5.34 \cdot 10^{-4}$ nm	$6.4 \cdot 10^{-4}$ nm
Contrast	2.52%	4.19%
S_w	$3 \cdot 10^{-5}$ [RIU]/pg mm ⁻²	$3 \cdot 10^{-5}$ [RIU]/pg mm ⁻²
Sensitivity of the sensor	12.3 nm/pg mm ⁻²	12.5 nm/pg mm ⁻²
LOD of the sensor	0.019 pg mm ⁻²	0.020 pg mm ⁻²

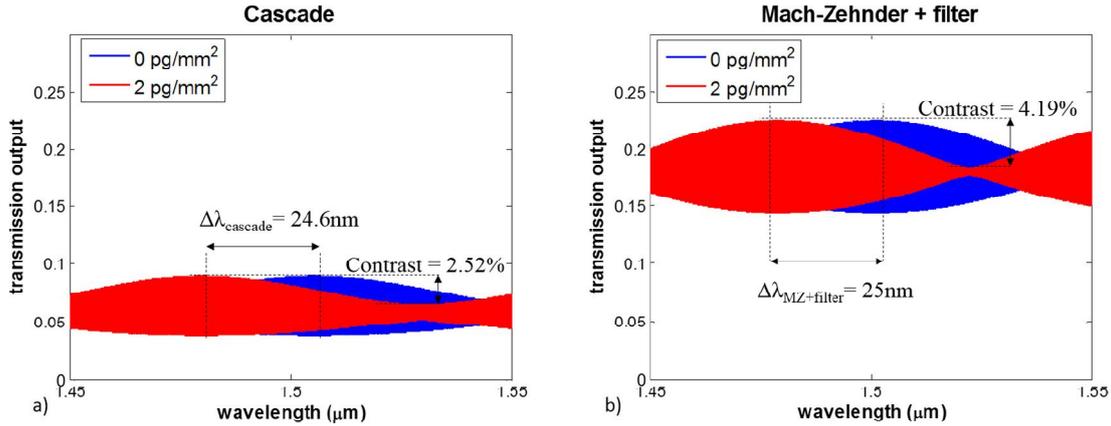


FIG. 11. (a) Transmission output of cascaded structure with optimized coupling coefficients using the parameters presented in Table I; (b) Transmission output of MZ + Filter structure with optimized coupling coefficients with parameters presented in Table I.

To select the best configuration for Vernier effect sensors, technological and characterization limits are taken into account when obtaining the results presented in Figures 10(a) and 10(b). The maximum length of the PSi waveguides is limited to $6500 \mu\text{m}$ to limit PSi absorption. This condition gives an envelope contrast of more than 1% for both designs presented in Figure 10, which is enough for spectrum characterization.⁶ The minimum length for MR L_{sensor} , L_{filter} , and $L_{\text{reference}}$ is $600 \mu\text{m}$ which limits the curvature losses. The waveguide characteristics have been defined in Section III B above.

To select an optimal configuration, LOD and sensitivity are calculated for $L_{\text{sensor,max}} = 6500 \mu\text{m}$ using variation steps of $1 \mu\text{m}$ for L_{filter} and $L_{\text{reference}}$. Best sensor performances are summed up in Table I within the limitations presented above. Both sensors achieve sensitivities better than $12 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$ and LODs of less than 0.020 pg mm^{-2} which are close to the limit values of $S_{\text{Vernier,max}}(L_{\text{sensor,max}} = 6500 \mu\text{m})$ and $LOD_{\text{min}}(L_{\text{sensor,max}} = 6500 \mu\text{m})$ calculated with Equations (28) and (29).

For the optimized structure presented in Table I, the contrast is 2.5% for the cascaded structure and 4.2% for the MZ + filter structure, so the envelope function will be detectable. Moreover, the advantage of the hybrid structure is made clear if the contrast of the same structure, with both filter and sensor interferometers fabricated in PSi is calculated. Now, the contrast is reduced because of the high propagation losses of the PSi waveguide as compared to the polymer waveguide and in this case, the contrast falls to 0.4% for the cascaded structure and to 0.6% for the MZ + filter structure. So the contrast is multiplied by 6 with the hybrid structure as compared to the PSi structure which is very useful for easing detection. The interference pattern and its shifts with BSA grafting are represented in Figure 11 for the optimized geometries. For the Vernier effect sensor application with the parameters of Table I, only a fraction of a complete single layer of BSA grafting is studied up to $\Delta M_{\text{BSAmax}} = 8 \text{ pg mm}^{-2}$. In order to study the grafting of a full single layer, a multi-sensor strategy with increasing values of S_{Vernier} can be adopted to incrementally reduce ΔM_{BSAmax} presented in Equation (23) and LOD.

The sensitivity of a single MR with S_w value presented in Table I and calculated with Equation (9) is $0.0287 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$. This value is similar to the sensitivity found in Ref. 22 with a PSi waveguide. The Vernier effect sensitivity gain G_v presented in Equation (17) of a cascaded structure compared to a single MR is then $G_v = 429$ and the gain for the MZ + filter is similar to $G_v = 396$. Clearly, Vernier effect hybrid structures are very interesting for enhancing sensitivity as compared to single MR or MZ for enhancing sensitivity. Moreover, with a value of less than 0.020 pg mm^{-2} , the LOD is greatly enhanced when using the PSi material as compared to the SiN evanescent waveguide Vernier effect sensor presented by Ref. 12.

IV. CONCLUSION

A guideline for hybrid PSi-polymer integration on the Si-substrate has been presented and the usefulness of this hybrid material combination for Vernier effect sensors application is discussed. The selection of waveguide design for single-mode propagation and optimized sensitivity is presented and a waveguide surface sensitivity to BSA grafting of $3 \times 10^{-5} \text{ RIU}/(\text{pg mm}^{-2})$ is calculated. A butt coupling strategy between polymer and PSi waveguides is presented and single mode propagation conditions for both waveguides are detailed. After this, the “MZ + filter” and “cascaded” structures are optimized in order to maximize sensitivity and LOD with the contrast kept above 1% in order to use these structures in standard wavelength shift measurements. A LOD as low as 0.019 pg mm^{-2} is calculated for the cascaded structure with sensitivities as high as $12.5 \text{ nm}/(\text{pg mm}^{-2})$ for the MZ + filter structure. These calculated values are times 8 lower for the LOD and times 200 higher for the sensitivity as compared to state of the art Vernier effect biosensors.¹²

ACKNOWLEDGMENTS

This work was funded by Lannion Trégor Communauté, Région Bretagne, and the French government.

¹C.-Y. Chao and L. J. Guo “Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications,” *J. Lightwave Technol.* **24**(3), 1395 (2006).

- ²X. Fan, I. M. White, S. I. Shopova, H. Zhu, J. D. Suter, and Y. Sun, "Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review," *Anal. Chim. Acta* **620**(1–2), 8–26 (2008).
- ³C. Ciminelli, F. Dell'Olio, D. Conteduca, C. M. Campanella, and M. N. Armenise, "High performance SOI microring resonator for biochemical sensing," *Opt. Laser Technol.* **59**, 60–67 (2014).
- ⁴D. Yuan, Y. Dong, Y. Liu, and T. Li, "Mach-Zehnder interferometer biochemical sensor based on silicon-on-insulator Rib waveguide with large cross section," *Sensors* **15**(9), 21500–21517 (2015).
- ⁵G. A. Rodriguez, S. Hu, and M. Weiss, "Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications," *Opt. Express* **23**(6), 7111–7119 (2015).
- ⁶N. Lorrain, M. Hiraoui, M. Guendouz, and L. Haji, "Functionalization control of porous silicon optical structures using reflectance spectra modeling for biosensing applications," *Mater. Sci. Eng., B* **176**(14), 1047–1053 (2011).
- ⁷P. Girault, J. Lemaitre, M. Guendouz, N. Lorrain, L. Poffo, M. Gadonna, and D. Bosc, "Micro-resonators based on integrated polymer technology for optical sensing," *Proc. SPIE* **9141**, 914121 (2014).
- ⁸P. Saeung and P. P. Yupapin, "Vernier effect of multiple-ring resonator filters modeling by a graphical approach," *Opt. Eng.* **46**(7), 075005 (2007).
- ⁹T. Claes, W. Bogaerts, and P. Bienstman, "Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the Vernier effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit," *Opt. Express* **18**(22), 22747 (2010).
- ¹⁰L. Jin, M. Li, and J.-J. He, "Highly-sensitive silicon-on-insulator sensor based on two cascaded microring resonators with Vernier effect," *Opt. Commun.* **284**(1), 156–159 (2011).
- ¹¹H. Yi, D. S. Citrin, Y. Chen, and Z. Zhou, "Dual-microring-resonator interference sensor," *Appl. Phys. Lett.* **95**(19), 191112 (2009).
- ¹²X. Tu, J. Song, T.-Y. Liow, M. K. Park, J. Q. Yiying, J. S. Kee, M. Yu, and G.-Q. Lo, "Thermal independent silicon-nitride slot waveguide biosensor with high sensitivity," *Opt. Express* **20**(3), 2640–2648 (2012).
- ¹³E. A. J. Marcetili "Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics," *Bell Syst. Tech. J.* **48**, 2071 (1969).
- ¹⁴M. J. Robertson, S. Ritchie, and P. Dayan, "Semiconductor waveguides: Analysis of optical propagation in single rib structures and directional couplers," *IEE Proc.* **132**(6), 336–342 (1985).
- ¹⁵A. Yariv, "Universal relation for coupling of optical power between micro-resonators and dielectric waveguides," *Electron. Lett.* **36**(4), 321–322 (2000).
- ¹⁶K. S. Chiang, "Dual effective-index method for the analysis of rectangular dielectric waveguides," *Appl. Opt.* **25**(23), 2169–2174 (1986).
- ¹⁷J. Heebner, R. Grover, and T. Ibrahim, *Optical Microresonators, Theory, Fabrication, and Applications*, Springer Series in Optical Sciences (Springer, 2008), 26–31.
- ¹⁸I. M. White and X. Fan, "On the performance quantification of resonant refractive index sensors," *Opt. Express* **16**(2), 1020–1028 (2008).
- ¹⁹A. Halimaoui, *Porous Silicon: Material Processing, Properties, and Applications* (Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg/New York), pp. 33–52 (1995).
- ²⁰J. Charrier and M. Dribek, "Theoretical study of the factor of merit of porous silicon based optical biosensors," *J. Appl. Phys.* **107**(4), 044905 (2010).
- ²¹G. Rong, A. Najmaie, J. E. Sipe, and S. M. Weiss, "Nanoscale porous silicon waveguide for label-free DNA sensing," *Biosens. Bioelectron.* **23**(10), 1572–1576 (2008).
- ²²P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, M. Gadonna, A. Gutierrez, L. Bodiou, and J. Charrier, "Racetrack micro-resonators based on ridge waveguides made of porous silica," *Opt. Mater.* **50**, 167–174 (2015).
- ²³H.-T. Kim and M. Yu, "Cascaded ring resonator-based temperature sensor with simultaneously enhanced sensitivity and range," *Opt. Express* **24**(9), 9501–9510 (2016).
- ²⁴X. Wang, J. Meng, Y. Yue, J. Sun, X. Sun, F. Wang, and D. Zhang, "Fabrication of single-mode ridge SU-8 waveguides based on inductively coupled plasma etching," *Appl. Phys. A* **113**, 195–200 (2013).

High sensitivity optical biosensor based on polymer materials and using the Vernier effect

PAUL AZUELOS,^{1,*} PAULINE GIRAULT,¹ NATHALIE LORRAIN,¹ LUIZ POFFO,¹
MOHAMMED GUENDOUZ,¹ MONIQUE THUAL,¹ JONATHAN LEMAÎTRE,¹
PARASTESH PIRASTEH,¹ ISABELLE HARDY^{1,2} AND JOËL CHARRIER¹

¹ UMR FOTON, CNRS, Université de Rennes 1, ENSSAT, F22305 Lannion, France

² UMR FOTON, CNRS, IMT Atlantique, F29238 Brest, France

* paul.azuelos@enssat.fr

Abstract: We demonstrate the fabrication of a Vernier effect SU8/PMATRIFE polymer optical biosensor with high homogeneous sensitivity using a standard photolithography process. The sensor is based on one micro-resonator embedded on each arm of a Mach-Zehnder interferometer. Measurements are based on the refractive index variation of the optical waveguide superstrate with different concentrations of glucose solutions. The sensitivity of the sensor has been measured as 17558 nm/RIU and the limit of detection has been estimated to $1.1 \cdot 10^{-6}$ RIU.

© 2017 Optical Society of America under the terms of the [OSA Open Access Publishing Agreement](#)

OCIS codes: (280.1415) Biological sensing and sensors; (130.5460) Polymer waveguides; (230.4555) Coupled resonators; (130.0130) Integrated optics.

References and links

1. M. C. Estevez, M. Alvarez, and L. M. Lechuga, "Integrated optical devices for lab-on-chip biosensing applications," *Laser & Photon. Rev.* **6**(4), 463-487 (2012).
 2. D. Duval, and L. M. Lechuga, "Breakthroughs in photonics 2012: 2012 breakthroughs in lab-on-a-chip and optical biosensors," *IEEE Photon. J.* **5**(2), 0700906 - 0700906 (2013).
 3. Q. Liu, X. Tu, K. W. Kim, J. S. Kee, Y. Shin, K. Han, Y. J. Yoon, G. Q. Lo, and M. K. Park, "Highly sensitive Mach-Zehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide," *Sens. Actuator B-Chem.* **188**, 681-688 (2013).
 4. J. Dostalek, J. Ctyroky, J. Homola, E. Brynda, M. Skalsky, P. Nekvindova, J. Spirkova, J. Skvor, and J. Schrofel, "Surface plasmon resonance biosensor based on integrated optical waveguide," *Sens. Actuator B-Chem.* **76**(1-3), 8-12 (2001).
 5. J. Adrian, S. Pasche, J. M. Diserens, F. Sanchez-Baeza, H. Gao, M. P. Marco, and G. Voirin, "Waveguide interrogated optical immunosensor (WIOS) for detection of sulfonamide antibiotics in milk," *Biosens. Bioelectron.* **24**(11), 3340-3346 (2009).
 6. S. Chakravarty, W. C. Lai, Y. Zou, H. A. Drabkin, R. M. Gemmill, G. R. Simon, S. H. Chin, and R. T. Chen, "Multiplexed specific label-free detection of NCI-H358 lung cancer cell line lysates with silicon based photonic crystal microcavity biosensors," *Biosens. Bioelectron.* **43**, 50-55 (2013).
 7. C. Ciminelli, F. Dell'Olivo, D. Contedua, C. M. Campanella, and M. N. Armenise, "High performance SOI microring resonator for biochemical sensing," *Opt. Laser Technol.* **59**, 60-67 (2014).
 8. C. Ciminelli, F. Dell'Olivo, C. E. Campanella, and M. N. Armenise, "Label-free optical resonant sensors for biochemical applications," *Prog. Quant. Electron.* **37**(2), 51-107 (2013).
 9. R. Boeck, N. Jaeger, N. Rouger, and L. Chrostowski, "Series-coupled silicon racetrack resonators and the Vernier effect: theory and measurement," *Opt. Express* **18**(24), 25151-25157 (2010).
 10. M. La Notte, B. Troia, T. Muciaccia, C. E. Campanella, F. De Leonardi, and V. M.N. Passaro, "Recent advances in gas and chemical detection by Vernier effect-based photonic sensors," *Sensors* **14**(3), 4831-4855 (2014).
 11. V. Zamora, P. Lutzow, M. Weiland, and D. Pergande, "A highly sensitive refractometric sensor based on cascaded SiN microring resonators," *Sensors* **13**(11), 14601-14610 (2013).
 12. B. Troia, A. Z. Khokhar, M. Nedeljkovic, S. A. Reynolds, Y. Hu, G. Z. Mashanovich, and V. M. N. Passaro, "Design procedure and fabrication of reproducible silicon Vernier devices for high-performance refractive index sensing," *Sensors* **15**(6), 13548-13567 (2015).
 13. T. Claes, W. Bogaerts, and P. Bienstman, "Experimental characterization of a silicon photonic biosensor consisting of two cascaded ring resonators based on the vernier-effect and introduction of a curve fitting method for an improved detection limit," *Opt. Express* **18**(22), 22747-22761 (2010).
-

14. J.Hu, and D. Dai, "Cascaded-ring optical sensor with enhanced sensitivity by using suspended si-nanowires," *IEEE Photon. Technol. Lett.* **23**(13), 842-844 (2011).
 15. X.Jiang, Y.Chend, F.Yu, L.Tang, M.Li, and J.J.He, "High-sensitivity optical biosensor based on cascaded mach-zehnder interferometer and ring resonator using Vernier effect," *Opt. Lett.* **39**(22), 6363–6366 (2014).
 16. X.Tu, J.Song, T.-Y.Liow, M.K.Park, J.Q.Yiying, J.S.Kee, M.Yu, and G.-Q.Lo, "Thermal independent silicon-nitride slot waveguide biosensor with high sensitivity," *Opt. Express* **20**(3), 2640–2648 (2012).
 17. Y. Liu, Y. Li, M. Li, and J.J. He, "High sensitivity and wide-range optical sensor based on three cascaded ring resonators," *Opt. Express* **25**(2), 972-978 (2017).
 18. H.Yi, D.S.Citrin, Y.Chen, and Z.Zhou, "Dual-microring-resonator interference sensor," *Appl. Phys. Lett.* **95**, 191112 (2012).
 19. P.Girault, J.Lemaitre, M.Guendouz, N.Lorrain, L.Poffo, M.Gadonna, and D.Bosc, "Micro-resonators based on integrated polymer technology for optical sensing," *Proc. SPIE* **9141**, 914121 (2014).
 20. P.Girault, N.Lorrain, L.Poffo, M.Guendouz, J.Lemaitre, C.Carré, M.Gadonna, D.Bosc, and G.Vignaud, "Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing applications," *J. Appl. Phys.* **117**, 104504 (2015).
 21. E.A.J. Marcatili, "Dielectric Rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics," *Bell syst. Tech.* **48**, 2071 (1969).
 22. D.-X.Xu, A.Densmore, A.Delâge, P.Waldron, R.McKinnon, S.Janz, J.Lapointe, G.Lopinski, T.Mischki, E.Post, P.Cheben, and J.H.Schmid, "Folded cavity SOI microring sensors for high sensitivity and real time measurement of biomolecular binding," *Opt. Express* **16**(19), 15137-15148 (2008)
 23. S.D.Le, E.Delcourt, P.Girault, A.Gutierrez-Arroyo, P.Azuelos, N.Lorrain, L.Bodiou, L.Poffo, J-M. Goujon, Y.Dumeige, I.Hardy, P.Rochard, J.Lemaitre, P.Pirasteh, M.Guendouz, T.Chartier, L.Quétel, S.Claudot, J.Charrier, and M.Thual, "Study of optimized coupling based on micro-lensed fibers for fibers and photonic integrated circuits in the framework of telecommunications and sensing applications," *Communications in Physics* **26**(4), 325-334 (2016).
-

1. Introduction

The increasing demand for ultra-sensitive and compact sensors for rapid and specific detection of various biochemical analytes has induced a large development of integrated optical waveguide-based label free sensors. Unlike optical fiber sensors, integrated optical sensors can be easily miniaturized and thus have the potential to be integrated in large numbers over a small area in order to implement laboratories-on-chip (LOC) [1]. Multi-detection is possible since integrated optical sensor arrays for the detection of different molecules from the same sample can be fabricated on the same chip [2].

Several configurations of integrated optical sensors using bulk materials have been demonstrated with the objective of increasing the sensitivity as well as reducing the limit of detection as in, for example, Mach-Zehnder (MZ) interferometers [3], surface Plasmon sensors [4], grating couplers [5], photonic crystal [6] and micro-resonators (MR) [7]...

One solution for increasing the sensitivity of an integrated interferometer based on an optical sensor such as the Mach-Zehnder is to increase the length interaction between the target molecules and the light, but this however reduces the capacity for miniaturization. MR-based sensors have been extensively researched the last few years to exploit their resonant properties [8] which makes it possible to overcome the increase in the interaction length.

To further increase the sensitivity of such an integrated optical sensor, Vernier effect configurations based on cascaded MRs or using both MZ and MR, are now widely recognized in integrated optics applications not only for filtering applications [9] but also increasingly for the detection of various substances [10]. Sensitivities are enhanced by a factor, up to several hundred times that of a single MR, which can then reduce the sensor limit of detection or ease the detection of low concentration analytes using simplified experimental setups. State of the art Vernier effect devices and performances have been described in [11-12]. Various Vernier effect configurations in silicon-on-insulator (SOI) or in silicon nitride (SiN) have been proposed experimentally as, for example, the commonly used cascaded MR [11-14], a MR cascaded with a MZ [15], two cascaded MZs [16] and very recently, three cascaded MRs [17].

A structure with one MR embedded on each arm of a MZ has also been studied theoretically [18].

In this work, the advantage of the last configuration is investigated theoretically and experimentally using polymer materials as they offer both low cost mass production with standard clean room setups and low propagation losses [19]. PMATRIFE (Poly(2,2,2 MethAcrylate of TRIFluoro-Ethyl)) polymer is used as optical confinement layer for both cladding and superstrate and SU8 is used for the waveguide core. The novelty consists in taking advantage of these low cost polymer materials to implement a Vernier effect biosensor, based on MR embedded on each arm of a MZ, which achieves very high sensitivity in agreement with a theoretical study. After the presentation of the design and the fabrication of the Vernier effect sensor, theoretical and experimental results of sensing are presented and discussed.

2. Design of Vernier effect polymer optical transducer

The MZ pass configuration sensor studied is represented in Fig. 1(a). It is made up of a sensor MR on the sensing arm and a reference MR on the reference arm, both based on SU8/PMATRIFE waveguides. The sensor MR is directly exposed to the solution to be detected by means of a reservoir (white rectangle) etched in the PMATRIFE superstrate covering the reference part of the sensor. The transmission function of this sensor is given by the expression [18]:

$$T(\lambda) = \frac{1}{4} (|E_{sens.}|^2 + |E_{ref.}|^2) + \frac{1}{2} |E_{sens.}||E_{ref.}| \cos(\arg(|E_{sens.}|) - \arg(|E_{ref.}|)) \quad (1)$$

with $E_{ref.}$ and $E_{sens.}$, the expression of the electromagnetic field at the output of the sensor MR and the reference MR respectively for a unit amplitude TE polarization electromagnetic field excitation. The expression of the electromagnetic field at the output of the reference and sensor MR are given by the reference [20]:

$$E_{ref.,sens.} = \frac{\tau_{ref.,sens.} e^{-\alpha_{ref.,sens.} L_{ref.,sens.}} e^{j\varphi}}{1 - \tau_{ref.,sens.} e^{-\alpha_{ref.,sens.} L_{ref.,sens.}} e^{j\varphi}} E_{in} \quad (2)$$

with E_{in} the amplitude of the incident field at the input of the Vernier effect transducer. $L_{ref.}$ and $L_{sens.}$ noticed as $L_{ref.,sens.}$ in Eq. (2), are the length of the reference and sensor MR respectively. Similarly, $\alpha_{ref.}$ and $\alpha_{sens.}$ noticed as $\alpha_{ref.,sens.}$ are the propagation losses in the reference and sensor MR respectively. Likewise, $\tau_{ref.}$ and $\tau_{sens.}$, expressed as $\tau_{ref.,sens.}$, are the self-coupling coefficient of the reference and sensor MR respectively. In this study, lossless coupling is considered, so the relation between self-coupling τ and cross coupling coefficient κ is $\tau_{ref.,sens.}^2 + \kappa_{ref.,sens.}^2 = 1$. The single pass phase shift is defined as $\varphi = L_{ref.,sens.} n_{eff,ref.,sens.} \beta$ with β the propagation constant, $n_{eff,ref.}$ and $n_{eff,sens.}$ are the respective effective indices of the reference MR and the sensor MR as calculated by P.Girault et.al. for SU8/PMATRIFE waveguides [19-20].

In order to design the Vernier effect transducer, the length of each MR must be carefully calculated to achieve both high sensitivity and measurable envelope period in the range of detection. Indeed, the Vernier sensitivity S_V is defined as [13]:

$$S_V = S_{MR} G_V = S_{MR} \frac{FSR_{ref.}}{|FSR_{sens.} - FSR_{ref.}|} \quad (3)$$

with S_{MR} the sensitivity of a single polymer MR and G_v the amelioration factor between single MR sensor and Vernier sensor sensitivity. $FSR_{ref.}$ and $FSR_{sens.}$ are the free spectral range of the reference MR or of the sensor MR and are given by :

$$FSR_{ref.,sens.} = \frac{\lambda_{res}^2}{L_{ref.,sens.} n_{eff,ref.,sens.}} \quad (4)$$

the sensitivity of one MR (sensor MR) is then given by :

$$S_{MR} (nm / RIU) = \frac{\partial \lambda}{\partial n_{eff,sens.}} \frac{\partial n_{eff,sens.}}{\partial n_{s,sens.}} = \frac{\lambda_{res}}{n_{eff,sens.}} \frac{\Delta n_{eff,sens.}}{\Delta n_{s,sens.}} \quad (5)$$

with $n_{s,sens.}$, the refractive index of the superstrate (solution in the sensing reservoir) and $\frac{\partial n_{eff,sens.}}{\partial n_{s,sens.}}$ the variation of the effective index of the MR sensor waveguide with the variation of the superstrate refractive index in the reservoir. The period of the Vernier transmission function envelope is defined as [13]:

$$T_v = \frac{FSR_{ref.} \cdot FSR_{sens.}}{|FSR_{sens.} - FSR_{ref.}|} \quad (6)$$

The MR perimeter has been calculated as 5500 μm and 5559 μm for the sensor MR and reference MR respectively to achieve both high sensitivity and measurable envelope period, taking into account Eq. (1) and Eq. (4) and experimental tunable laser source range limitation of 100 nm between 1500 nm and 1600 nm.

The overall losses for SU8/PMATRIFE polymer waveguides have been estimated previously for the determination of a single MR characteristics as $\alpha_{ref.} = 2$ dB/cm [19] for the reference part of the MR and $\alpha_{sens.} = 6$ dB/cm for the waveguide exposed to the analyte solution (glucose solubilized in deionized water) [20]. A radius $R=100$ μm is defined in Fig. 1(c) in all bend radii in the device to minimize curvature losses calculated with FIMMWAVE commercial software and represented in Fig. 1(b). This radius limits the curvature losses for both sensor and reference waveguides compared to the overall losses as polymer waveguide mode confinement is low compared to SOI waveguides.

For these values of MR perimeters and propagation losses, evanescent coupling has been calculated for MR critical symmetrical coupling conditions with a gap $g = 0.6$ μm between the access waveguide and the MR waveguide and coupling lengths of $L_c = 17$ μm and $L_c = 34$ μm for the sensor MR and reference MR respectively. For these coupling conditions the self-coupling coefficients has been calculated by the marcatili's method [21] to $\tau_{sens.} = 0.6$ and $\tau_{ref.} = 0.694$ at 1500 nm with a positive slope of 0.09 on the range 1500-1625 nm for both MRs.

The structure has been designed to simplify the photomask fabrication, however, a folded structure with spiral MRs presented in reference [22] could be considered to further reduce the transducer footprint without reduction of the radius of curvature.

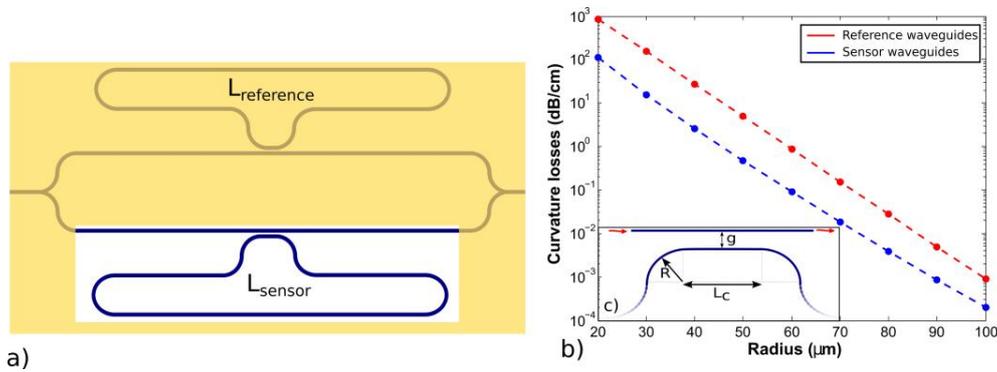


Fig. 1. a) Representation of the Vernier effect MZ-pass configuration sensor, b) Dependence of the curvature losses with the radius for the reference waveguides and the sensor waveguides, c) Coupling region of the MR

From the refractive index of the material as defined in [19], the effective refractive index of the SU8/PMATRIFE polymer waveguides have been calculated as a function of the wavelength in [20] for a PMATRIFE superstrate and for a water superstrate using the commercial FIMMWAVE software. Then, by calculating the effective refractive index variation ($\Delta n_{\text{eff,sens}}$) induced by a small variation of refractive index superstrate ($\Delta n_{\text{s,sens}}$) in the reservoir, the sensor MR theoretical sensitivity has been estimated using the expression defined in Eq. (5) as 70 nm/RIU.

From these geometrical parameters, and using the expressions given by Eq. (3) and Eq. (6), a Vernier gain G_v and T_v the theoretical period of the transmission function has been calculated respectively as 250 and 55 nm at 1550 nm. A very promising Vernier sensitivity S_v of 17500 nm/RIU has been deduced from the relation given by Eq. (3) with the sensor MR theoretical sensitivity S_{MR} of 70 nm/RIU calculated before.

3. Fabrication of the transducer

The transducer is fabricated using SU8 2000 polymer as the core waveguide material and PMATRIFE polymer as both cladding layer and superstrate for the reference part of the sensor (Fig. 1(a)). Fabrication steps are detailed in Fig. 2. In step 1, the Si wafer is cleaned and dehydrated. In step 2, a 5 μm thick cladding layer is fabricated with PMATRIFE diluted in THF (TetraHydroFuran) to 500 g/L concentration, is spin coated onto the wafer. Then, in step 3, a 1.5 μm thick SU8 2000 polymer layer is spin coated onto the cladding and polymerized with thermal treatment and UV exposure. In step 4, a 50 nm thick layer of SiO_2 is deposited by PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) and standard photolithography is performed with SPR700 positive resin. In step 5, the waveguides are etched in three steps: firstly, the SiO_2 is etched for 20 seconds with a SF_6 plasma treatment, then the SU8 waveguides are etched for 10 minutes with 150 nm/min etching speed and the remaining SiO_2 under the resin mask is etched with a SF_6 plasma. In step 6, a 50 nm thick layer of SiN_x is deposited onto the waveguides by PECVD, to ease superstrate adherence. In step 7, PMATRIFE with a concentration of 300g/L is deposited as a superstrate in order to cover the waveguides. This superstrate has a maximum thickness of 2 μm in order to limit its etching time in step 9. In step 8, a 50 nm thick layer of SiO_2 is deposited as etching stop layer. After this, the reservoir of the sensor MR, which will be sensitive to the solution, is defined using SU8 negative resist

photolithography. Finally in step 9, the reservoir is etched with the same etching process as used for the SU8 waveguides.

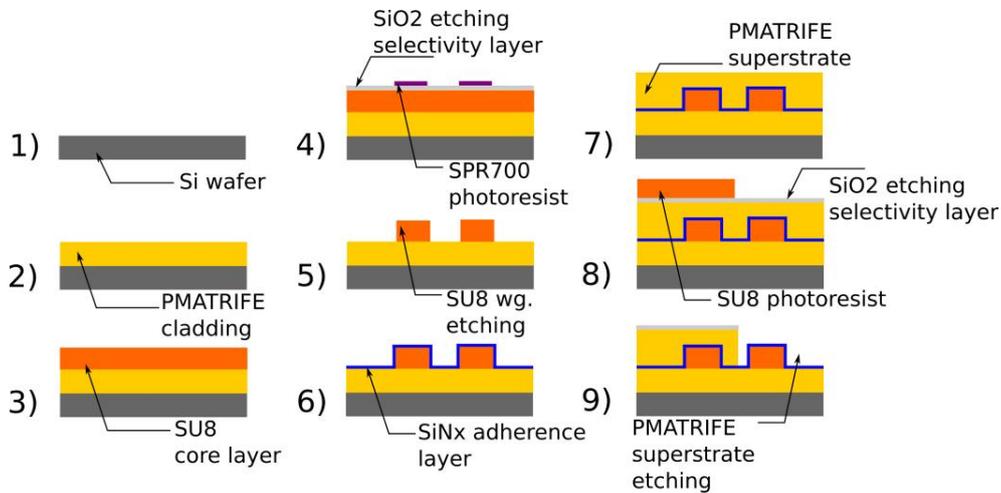


Fig. 2. Fabrication steps of the sensor

The X5 magnification optical microscope image in Fig. 3(a) shows a top view of the whole made up of MRs embedded on each arm of a MZ; the darker part corresponds to the reference part of the MR sensor covered by the PMATRIFE polymer superstrate while in the lighter part, the MR sensing part of the sensor in the reservoir is open to the air and will be covered by glucose/water solutions. In Fig. 3(b), the gap opening is observed with X50 times optical magnification. Cross-section view of the cleaved surface with the SU8 and the PMATRIFE cladding and superstrate can be seen in the Scanning Electronic Microscope (SEM) image shown in Fig. 3(c). The dimensions of the SU8 waveguides are 1.5 μm^2 square in cross section, with less than 0.1 μm variation in the size of the waveguide measured at different wafer positions.

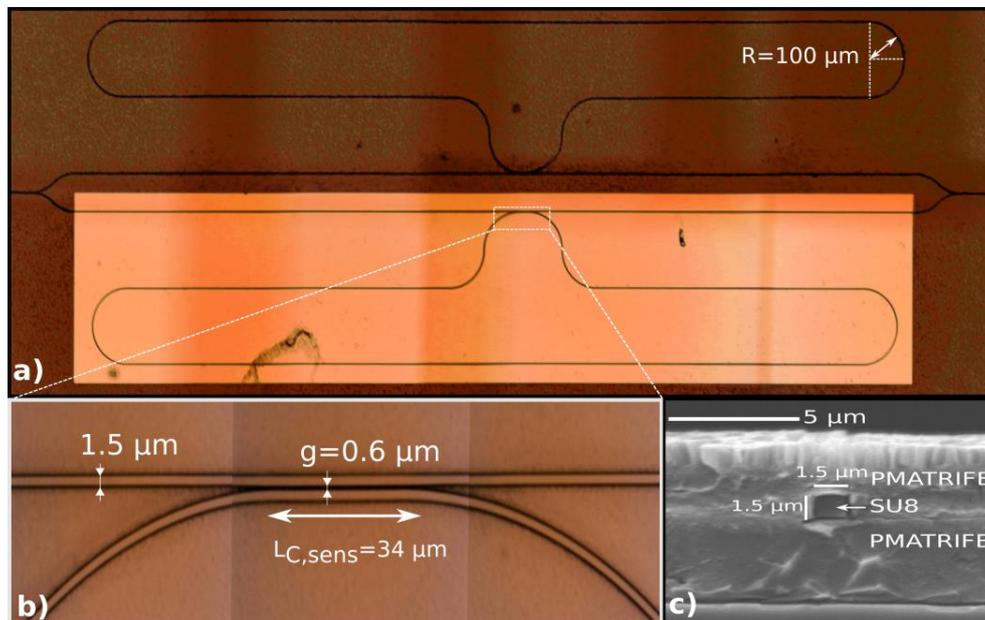


Fig. 3. a) Optical microscope image of the polymer Vernier effect sensor with the reference MR on the upper arm and the sensor MR in the reservoir in the lower arm. b) Optical microscope image of the directional coupler of the sensor MR c) Scanning electronic microscope (SEM) cross section of the optical waveguide at the input of the sensor

4. Experiment and results

The sensor is characterized with a fibered broadband 1500-1625nm tunable laser source (Yenista Tunics T100S-HP). Its 10 mW output power is coupled into the SU8 waveguide using a lensed fiber with a mode radius of $2.5 \mu\text{m}$ mounted on micro-alignment bench fabricated in the lab [23]. A second lensed single mode fiber is used to couple the output of the waveguide to a power-meter. Piezo-controlled stages are used to position the input and output fibers with the help of an infra-red camera. A polarization controller is placed between the laser and the input micro-lensed single mode fiber to select the TE polarization mode. A temperature controller is also used to maintain the sample at room temperature and to reduce the impact of temperature fluctuation on the spectral responses. The spectral responses of the structure, made up of one MR embedded on each arm of a MZ, was measured over the full wavelength range of the laser in steps of 1 pm.

The characterization of the sensor is performed with glucose solutions of 2.5 g/L, 5 g/L and 7.5 g/L with an accuracy of 0.25g/L and the reference transmission spectra is registered with deionized water after each measurement with the glucose/water solution. The experimental spectra are shown near the peak of the envelope in the range 1530-1565nm in Fig. 4(a). The envelope spectra characteristic of the Vernier effect appears at the output with up to 20 dB contrast, which eases the sensor characterizations and the envelope is extracted by peak detection of the maximum values of the spectra.

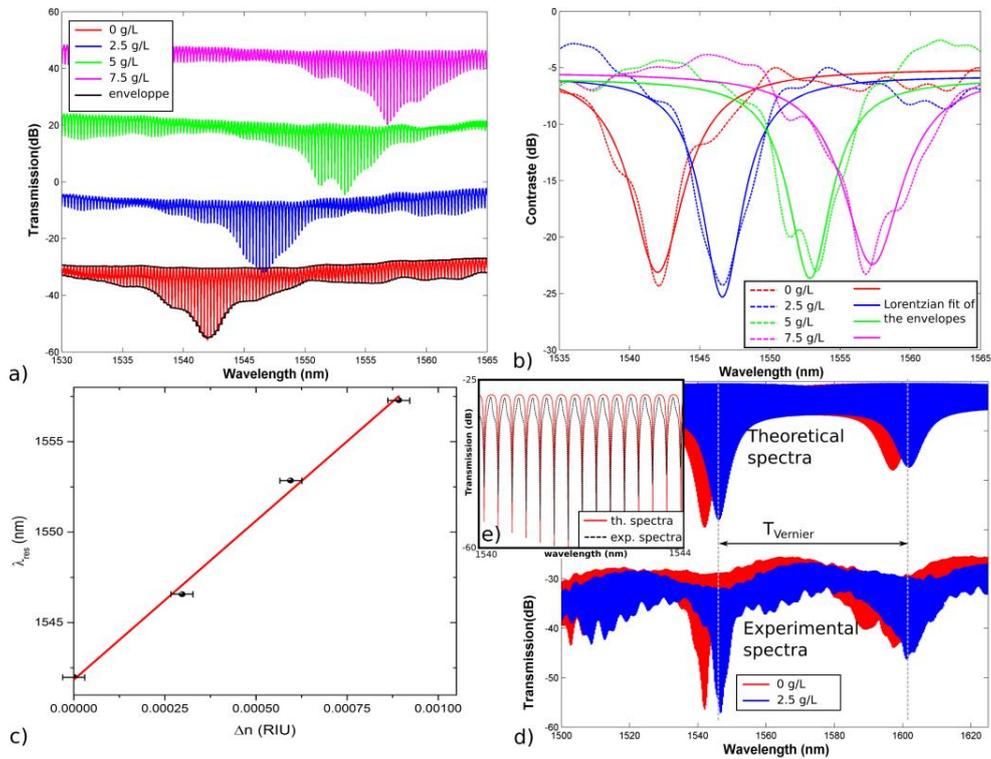


Fig. 4. a) Shift of the envelope function with different concentrations of the glucose solution spectra of glucose water solutions ; the envelopes are translated by 20dB for representation b) Lorentzian fit of the envelope function maximum values with glucose solution refractive index variation c) Linear fit of the resonant wavelength shift with the refractive index variation of the solution d) Comparison between theoretical and experimental transmission spectra; the envelopes are translated for representation e) fit of the experimental spectra with the theoretical spectra

A shift of the envelope appears when glucose concentrations vary. A linear fit can be applied on the Lorentzian fit of the envelope function of the resonance peaks of the transmission spectra represented in Fig.4.b. and then, the sensitivity can be calculated from the slope of the linear fit of the maximum position of the fitted Lorentzian peaks and the variation of the solution refractive index as represented in Fig. 4(c). The dependence of the solution refractive index variation on the concentration of glucose has been calculated to $1.189 \cdot 10^{-4}$ RIU/(g/L) by *Ciminelli.et.al* [7]. The experimental sensitivity obtained here is 17558 nm/RIU with a standard error on the slope of less than 5%. The period of the experimental envelope is 55 nm which corresponds to a maximum variation of refractive index of $3.1 \cdot 10^{-3}$ or a glucose concentration of 27 g/l.

The theoretical transmission function of the Vernier MZ pass sensor calculated with Eq. (1) can be simulated according to the geometry defined in part 2 and from the optical parameters defined in [19-20]. The experimental spectra is compared to theoretical spectra for the fundamental mode TE polarization over the full wavelength range of measurement in Fig. 4(d), and the superposition of the resonant peaks is represented over the range 1540-1544 nm in Fig. 4(e). The sensitivity and the Vernier envelope period of the theoretical and experimental spectra

compare well. The slight difference to the theoretical sensitivity can be attributed to fabrication tolerances on the size of the polymer waveguides and polarization dependence of the tunable laser source. The difference in contrast between the theoretical and experimental spectra can be explained by coupling coefficient and loss variations with the wavelength. Taking into account the minimum detectable wavelength shift value of 0.02 nm of our experimental setup, the transducer limit of detection is calculated as $1.1 \cdot 10^{-6}$ which corresponds to a glucose concentration of $9 \cdot 10^{-3}$ g/L.

5. Discussion and conclusion

A new optical transducer based on the Vernier effect has been developed for glucose detection. The transducer is based on one MR embedded on each arm of a MZ interferometer and has been fabricated with polymer materials using standard photolithography process. This work demonstrates the ability to develop a highly sensitive and low cost polymer optical transducer for biological detection with several interferometers. The sensitivity of the transducer developed in this work is more than 250 times higher than that of a single SU8/PMATRIFE polymer MR with similar fabrication process which demonstrates the advantage of Vernier effect sensor over to a single MR in achieving high sensitivity [20].

The obtained experimental transducer sensitivity of 17558 nm/RIU in the RIU range of [$1.1 \cdot 10^{-6}$ - $3.1 \cdot 10^{-3}$] is greatly increased compared to 5866 nm/RIU and 6317 nm/RIU sensitivity obtained with other Vernier effect transducers based on cascaded MRs developed by *Y.Liu.et.al.* [17] using SOI materials or by *V.Zamora.et.al* [11] using SiN material. The advantage of the use of polymers in this work is their low cost and the ease standard technological process compared to e-beam technology. Additionally, the 20dB contrast of the envelope function of the transducer eases detection and longer interferometers could be developed to surpass the extremely high sensitivity of 21500 nm/RIU reached by *Jiang.et.al.* with SOI MR cascaded with a MZ [15].

Funding

Lannion Trégor Communauté; Conseil Régional de Bretagne (501100004584); French government.

Optimization of porous silicon waveguide design for micro-ring resonator sensing applications

Paul Azuelos , Pauline Girault, Nathalie Lorrain, Yannick Dumeige ,
Loïc Bodiou, Luiz Poffo, Mohammed Guendouz, Monique Thual and
Joël Charrier

Institut Foton, CNRS, Université de Rennes 1, Enssat, F-22305, Lannion, France

E-mail: paul.azuelos@enssat.fr

Received 6 April 2018, revised 27 June 2018

Accepted for publication 29 June 2018

Published 24 July 2018



CrossMark

Abstract

The design of porous silicon (PSi) integrated micro-resonators (MRs) is studied for both surface sensing and homogeneous sensing at 1550 nm to optimize the sensors' sensitivity and limit of detection (LOD) as a function of the porosity, dimensions and propagation losses of PSi ridge waveguides. A model for estimating the different contributions to the losses of PSi waveguide as a function of the dimensions and the porosity is then developed to allow calculation of the performance of the sensor. Low refractive index difference and high porosities mean that higher sensor performance can be obtained due to the reduction of surface scattering losses as the waveguide dimensions become larger. The sensitivity and LOD calculated in this paper for optimized dimensions and porosities of PSi ridge waveguides are respectively $0.04 \text{ nm pg}^{-1} \text{ mm}^{-2}$ and 0.5 pg mm^{-2} for bovin serum albumin (BSA) molecules surface sensing which are higher than the state of the art. For homogeneous detection, a promising sensitivity of 800 nm/RIU, higher than the sensitivities that can be currently obtained with one MR, has been estimated. A LOD of 1.2×10^{-4} RIU, which is within the range of state of the art of MR based biological sensors, has also been calculated for homogeneous detection. These promising results obtained by the optimization of the porosity and the ridge waveguide dimensions with respect to optical losses reinforce the attraction of PSi for integrated optical sensing application.

Keywords: micro-resonator, porous silicon, optical integrated biosensor, optical losses calculation

(Some figures may appear in colour only in the online journal)

Highlights

- The performances of micro-ring resonator biological sensor based on porous silicon (PSi) waveguides are calculated in terms of sensitivity and limit of detection (LOD) as a function of porosity and waveguide dimensions.
- A micro-resonator (MR) is designed for both surface and homogeneous sensing by taking into account the optical losses.
- A comparison of the performances of MR sensors for both surface and homogenous detection highlights the

interest of PSi waveguides having optimized porosities and dimensions, in obtaining the best LOD and sensitivity that are currently possible to reach with only one MR.

1. Introduction

The development of sensors to detect various molecules including gas, proteins or viruses has an important role in societal applications such as food safety, environmental monitoring, health and defense.

Such sensors must provide a fast, sensitive and selective detection response with a low LOD. Among the existing integrated transducers, different optical devices such as evanescent waveguides [1], slot waveguides [2, 3], Mach-Zehnder interferometers [4, 5], photonic crystals [6, 7], and MRs [8, 9] have been developed.

Integrated MRs have been successfully used for biosensor applications with high sensitivity and low LOD. Most of these MR sensors are based on evanescent wave detection. The electromagnetic field (EM-field) guided in the waveguide can directly interact with analytes which are grafted onto the surface of a functionalized MR [10, 11]. In this case, the interaction is called ‘surface sensing’. On the other hand, ‘homogeneous sensing’, occurs when the guided EM-field interacts with the analytes in the surrounding medium (superstrate). Both types of interaction lead to a wavelength shift in the MR response due to the variation of the superstrate refractive index induced by the presence of analytes.

A LOD of 17 pg mm^{-2} has been achieved with SOI MRs [12] for Avidin molecule surface detection whereas a sensitivity of 200 nm/RIU (refractive index unit) [13] for a polymer MR sensor and a LOD of $7.6 \times 10^{-7} \text{ RIU}$ [11] for a SOI MR sensor has been obtained for homogeneous sensing.

To improve the sensor performance, the interaction between the propagated light and the analytes can be further enhanced using a porous material such as PSi for the MR waveguide. PSi layer is a three dimensional porous material which optimizes molecules interactions with the guided EM-field and increases the binding sites for surface functionalization because of its high specific internal surface [14].

PSi is also interesting because of its tunable porosity which varies with the fabrication parameters. This adjustable porosity, directly related to its refractive index (which can then vary between the air index and that of bulk silicon), allows the fabrication of waveguides [15]. An oxidation step is, however, necessary to reduce its hydrophobicity and instability [16].

In addition, PSi is already widely used as an active detection layer for biomolecules because of its biocompatibility which allows easier functionalization [17].

Moreover, the potential of PSi as a material for the implementation of MRs destined for sensor applications has been demonstrated by Hutter *et al* [18] giving an improvement of sensitivity, which can theoretically achieve 700 nm/RIU . The creation of the first PSi based MR sensor was demonstrated by [16] with a sensitivity of 380 nm/RIU for homogeneous sensing of salt. Very recently, our group obtained a sensitivity of 560 nm/RIU for homogeneous sensing of glucose with single ridge PSi MR fabricated using a standard photolithography process and a LOD of $8 \times 10^{-5} \text{ RIU}$, equivalent to a glucose concentration of 0.7 g l^{-1} , has been achieved [19].

One possibility to further greatly increase the sensitivity of the ridge PSi based MR sensor is to make use of the tunability of the porosity and dimensions of the waveguide.

In this paper, therefore, a general method is presented in order to optimize the sensitivity and the LOD of PSi MR integrated transducers for both surface sensing and

homogeneous sensing at 1550 nm by considering the porosity and the dimensions of PSi ridge waveguides. The different contributions of the propagation losses are also taken into consideration as they constitute an important parameter in regards of the LOD value. So optical losses and mode field profiles for PSi based ridge waveguides are estimated in order to calculate the theoretical LOD for both surface and homogeneous sensing. This general method can be applied to other porous materials for both surface and homogeneous sensing. After a review of the principle of a sensor based on a MR, the definition of sensitivity and LOD are given for the two types of detection. Then, the oxidation rate, the porosity and the refractive index of PSi layers used to fabricate the waveguides are presented. Two ridge waveguides of different sizes and refractive indices are studied for the simulations. The different contributions of the propagation losses, such as surface scattering losses, volume diffusion losses and material absorption losses are defined and estimated for different configurations. Finally, the results of the sensitivity and LOD calculations are discussed in order to outline an approach which gives a way of reaching highly sensitive PSi MR sensors with a low LOD.

2. Introduction to MR sensors for sensing application

The MR studied, presented in figure 1(a), is a single side coupled micro-racetrack defined by a radius R and a coupling length L_c separated by a gap g from an access waveguide.

The light is coupled into the cavity by evanescent coupling and the cross-coupling amplitude κ between the access waveguide and the resonant cavity can be calculated with the analytical methods presented in [20]. By setting the different following parameters and constants:

- L is the perimeter of the MR,
- a is the attenuation coefficient per MR round trip which is linked to α_{overall} which represents the MR optical propagation losses,
- $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot n_{\text{eff}}$ is the MR propagation constant,
- η is the coupling efficiency coefficient between the access and MR waveguides. In this study, a symmetrical lossless coupling is assumed, so $\eta = 1$ and $|\tau|^2 + |\kappa|^2 = 1$,

the MR intensity transmission is given by the following equation:

$$T(\lambda) = \left| \frac{E_t}{E_i} \right|^2 = \left| \eta \cdot \frac{\tau - \eta \cdot a \cdot \exp(j\phi)}{1 - \tau \cdot \eta \cdot a \cdot \exp(j\phi)} \right|^2 \quad (1)$$

with

$$\begin{aligned} \phi &= L \cdot \beta \\ L &= 2\pi R + 2L_c \end{aligned} \quad (2)$$

and

$$\tau = \sqrt{1 - \kappa^2} \quad (3)$$

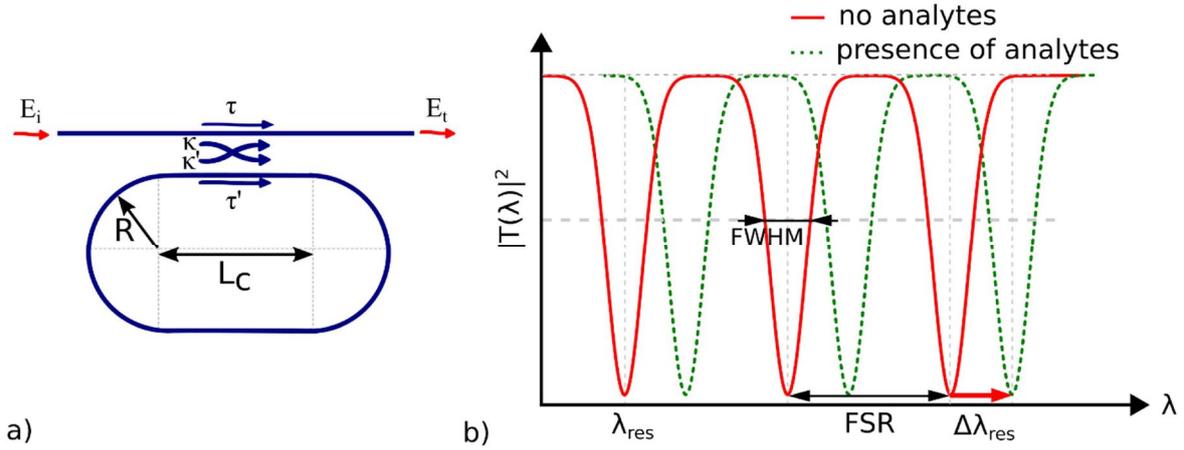


Figure 1. (a) Diagram of a single side coupled micro-racetrack resonator. The field amplitudes are denoted by E_i (incident) and E_t (transmitted). Self-coupling (τ) and cross-coupling (κ) amplitude coefficients are also indicated. (b) Transmission spectrum of a single side coupled micro-racetrack resonator in the presence (red) or absence (green) of analytes.

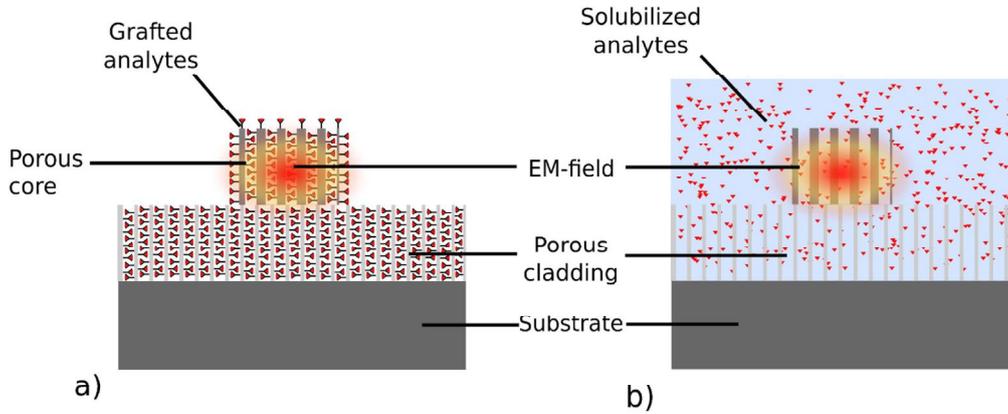


Figure 2. (a) Surface sensing application. (b) Homogeneous sensing application.

and

$$a = \eta \cdot \exp\left(-L \cdot \frac{\alpha_{\text{overall}}}{2}\right) \quad (4)$$

At the output of the access waveguide, periodic resonance occurs in the transmission spectrum at λ_{res} according to the following condition:

$$\lambda_{\text{res}} = \frac{2\pi L n_{\text{eff}}}{p} \quad (5)$$

with p an integer parameter and n_{eff} the effective index of the propagated mode.

The full width at half maximum (FWHM) of the resonance is estimated for a MR with the analytical expression given by [21]:

$$\text{FWHM}(\text{nm}) = \frac{\lambda_{\text{res}}^2}{\pi \cdot L \cdot n_{\text{eff}}} \times \left(\frac{1}{|\tau|} \cdot e^{-\alpha_{\text{overall}} \cdot \frac{L}{2}} - |\tau| \cdot e^{\alpha_{\text{overall}} \cdot \frac{L}{2}} \right) \quad (6)$$

The main experimental technique (figure 1(b)) used to detect the presence of analytes with a MR is based on the resonance wavelength shift of the transmission spectrum. This

consists of measuring the spectral shift of the resonance peak λ_{res} due to the presence of analytes. Thus, the shift in the resonance peak $\Delta\lambda_{\text{res}}$ of the MR transmission is induced by the refractive index variation due to the presence of analytes.

An integrated MR relies on this variation of the effective index n_{eff} to detect the presence of grafted analytes for surface sensing or solubilized analytes for homogeneous sensing as described in figure 2.

To optimize the MR sensitivity, the variation of n_{eff} with the analyte concentration must be as high as possible. So therefore, the interaction between the propagated light and the analytes should be increased. In this work, PSi is used for fabricating the MR waveguides (see figure 2(a)). PSi waveguides can be used for both surface and homogeneous sensing. When used for surface sensing, the high specific surface of PSi, up to $500 \text{ m}^2 \text{ cm}^{-3}$ for mesoporous silicon, increases the interaction between EM-field and analytes grafted onto the functionalized surface [22]. Surface sensing experiment can be carried out with an air superstrate as the analytes are grafted to the internal surface after surface functionalization and drying steps. For homogeneous sensing (see figure 2(b)), the interaction between the EM-field and analytes is enhanced

as the analyte in solution infiltrates the pores of the guiding layer.

Surface sensitivity S_{surf} depends on the variation of the effective index of the propagated mode, taking into account the variation of the analytes mass per unit of surface grafted onto the waveguide silicon crystallite surface (figure 2(a)). S_{surf} is defined as:

$$S_{\text{surf}}(\text{nm}/(\text{pg mm}^{-2})) = \frac{\partial \lambda}{\partial n_{\text{eff}}} \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial M_{\text{analytes}}} = \frac{\lambda_{\text{res}}}{n_g(\lambda)} \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial M_{\text{analytes}}} \quad (7)$$

with M_{analytes} the mass of target molecules grafted inside the waveguide per unit of surface and with n_g the group index.

The quantity of analytes grafted on the surface of the PSi waveguide can be calculated with the model developed by Charrier *et al* [23]. As the quantity of analytes grafted on the surface of the waveguides depends on its properties, the bovin serum albumin molecule (BSA) studied in [23] is taken as a reference analyte for surface sensing in this paper. The calculation of the sensitivity can be adapted to other analytes by evaluating the variation of effective index as a function of the mass concentration of grafted analytes.

Homogeneous sensitivity S_{hom} depends on the variation of the effective index of propagated mode as a function of the variation of the refractive index variation of the aqueous solution infiltrated in the pores of the guiding layer (figure 2(b)). In a similar way to surface sensitivity, S_{hom} can be expressed as:

$$S_{\text{hom}}(\text{nm}/\text{RIU}) = \frac{\partial \lambda}{\partial n_{\text{eff}}} \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial n_c} = \frac{\lambda_{\text{res}}}{n_g(\lambda)} \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial n_c} \quad (8)$$

with n_c the refractive index of the detection medium (guiding layer) and n_g the group index.

The refractive index of the PSi layers can be estimated with the Bruggeman model [24, 25]. The effective index of the propagated mode and the group index can then be calculated.

The LOD is the minimum quantity of analytes detectable by the sensor. It is expressed in (pg mm^{-2}) or in (RIU) for surface and homogeneous detection, respectively. LOD can be estimated by [26]

$$\text{LOD}(\text{pg mm}^{-2} \text{ or RIU}) = \frac{3\sigma}{S} \quad (9)$$

with σ the total system noise variance defined by:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_{\text{ampl-noise}}^2 + \sigma_{\text{temp-induce}}^2 + \sigma_{\text{spect-res}}^2} \quad (10)$$

where $\sigma_{\text{ampl-noise}}$, $\sigma_{\text{temp-induce}}$ and $\sigma_{\text{spect-res}}$ are the noise related to intensity fluctuations, the temperature induced and the spectral resolution standard deviation, respectively:

- The parameters $\sigma_{\text{temp-induce}}$ and $\sigma_{\text{spect-res}}$ are fixed by the experimental setup.
- $\sigma_{\text{spect-res}}$ standard deviation can be set to 0.29 pm corresponding to a 1 pm resolution spectrum analyzer commonly used for sensing experiment [20], the temperature induced standard deviation can be neglected

assuming a thermally stabilized setup $\sigma_{\text{temp-induce}} \ll (\sigma_{\text{spect-res}}, \sigma_{\text{ampl-noise}})$ [27].

- $\sigma_{\text{ampl-noise}}$ can be calculated from the FWHM of the resonance peak of the MR transmission given by equation (6) and the setup signal to noise ratio (SNR) given by [26]; standard integrated optics experimental setup SNR with PSi MR is estimated to 40 dB in this paper.

$$\sigma_{\text{ampl-noise}} = \frac{\text{FWHM}}{4.5(\text{SNR}^{0.25})} \quad (11)$$

To estimate the LOD, the FWHM value can be deduced from the transmission response of a reference MR with a radius $R = 100 \mu\text{m}$, with given optical losses per MR round trip (parameter a defined in equation (4)) that will have to be estimated for the configuration of critical coupling which ensures a maximal contrast.

3. PSi waveguide for sensing applications

The principal parameters of the sensor (LOD and sensitivity) have been defined by using a micro-racetrack resonator as a transducer. The fabrication of the transducer based on PSi layers is described in the next sections and the optical losses will be estimated for different detection configurations by using an aqueous medium (for homogenous detection) or an air medium (for surface detection) as the superstrate.

3.1. PSi fabrication: porosity, oxidation rate and refractive index

PSi is formed by electro-chemical anodization etching of a silicon substrate using a hydrofluoric acid solution. The porosity of the material is controlled by the etching parameters such as current density or electro-chemical solution composition. After this, an oxidation step of the PSi layers at 500°C has to be carried out in order to stabilize the pores and to decrease the native hydrophobicity of PSi layers. This is necessary to allow either functionalization and analyte grafting for surface sensing or aqueous solution penetration for homogeneous sensing. This thermal step at 500°C performed under air for one hour permits a partial oxidation of PSi layers with an oxidation rate (t_{ox}) near 30% estimated by [19] (fraction of oxidized silicon) that allows the retention of a high porosity layer, the oxidation step inducing a $V_{\text{exp}} = 27\%$ volume expansion of the silicon crystallites.

The refractive index of the PSi layers has been determined after the partial oxidation step. For PSi, the refractive index has been calculated by the Bruggeman method which calculates the refractive index of effective material by taking into account the volume fraction of each component and its refractive index [28]:

$$p \frac{n_{\text{air/water}}^2 - n^2}{n_{\text{air/water}}^2 2n^2} + f_{\text{Si,ox}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} + f_{\text{SiO}_2} \frac{n_{\text{SiO}_2}^2 - n^2}{n_{\text{SiO}_2}^2 + 2n^2} = 0. \quad (12)$$

Table 1. Porosity and refractive index values at 1550 nm for the two types of waveguides studied for surface detection (in this case, the superstrate is air). Δn corresponds to the index difference between guiding and cladding layers.

Waveguide	Guiding layer		Cladding layer		Index difference $\Delta n_{\text{surf.}}$
	p_{guiding} (%)	n_{guiding} (air superstrate)	p_{cladding} (%)	n_{cladding} (air superstrate)	
1 _{SD}	50	1.89	70	1.35	0.54
2 _{SD}	60	1.51	70	1.35	0.16

Table 2. Porosity and refractive index values at 1550 nm for the two types of waveguides studied for homogeneous detection (in this case, the superstrate is water). Δn corresponds to the index difference between guiding and cladding layers.

Waveguide	Guiding layer		Cladding layer		Index difference $\Delta n_{\text{hom.}}$
	p_{guiding} (%)	n_{guiding} (water superstrate)	p_{cladding} (%)	n_{cladding} (water superstrate)	
1 _{HD}	50	2.03	70	1.57	0.46
2 _{HD}	60	1.70	70	1.57	0.13

Here, p is the porosity of the partially oxidized PSi and n is the effective index of the PSi. n_{SiO_2} , n_{Si} and $n_{\text{air/water}}$ are the refractive index of oxidized silicon, silicon and air or water. $f_{\text{Si,ox}}$, $f_{\text{Si,init}}$ and f_{SiO_2} correspond respectively to the remaining volume fraction of Si after the oxidation, the initial volume fraction of Si before oxidation, the resulting volume fraction of SiO₂ after the oxidation. These volume fractions are linked to t_{ox} , p and V_{exp} by the relations:

$$\begin{cases} f_{\text{Si,ox}} = f_{\text{Si,init}} (1 - t_{\text{ox}}) \\ p = p_{\text{init}} - (1 + V_{\text{exp}}) t_{\text{ox}} f_{\text{Si,init}} \\ t_{\text{ox}} = \frac{f_{\text{Si,init}} + f_{\text{SiO}_2}}{f_{\text{Si,init}}} \end{cases} \quad (13)$$

In the next sections, two waveguide configurations (1 and 2) which differ in the porosity of the guiding core layer are considered. The objective is to study the effect of refractive index difference between PSi cladding and guiding layers on waveguide dimensions required to obtain single mode waveguide, on the optical losses and finally on the sensitivity and LOD. The two configurations in terms of porosity, refractive index and difference in refractive index are presented in table 1 for air superstrate in case of surface detection (1_{SD} and 2_{SD}) and in table 2, for water superstrate (1_{HD} and 2_{HD}) for homogeneous detection.

The layer porosity values in tables 1 and 2 are carefully chosen to illustrate the principal trends in sensitivity and LOD for the two types of sensing applications. For a heavily doped P Si substrate, the porosity p of the PSi, after the thermal oxidation step at 500 °C, varies between 50% and 70% [16]. The cladding layer porosity has therefore been chosen as 70%, which is the maximum porosity achievable for this configuration. The guiding layer porosity value has been fixed to obtain an index difference between the guiding and the cladding layers close to $\Delta n = 0.50$ (configuration 1) or $\Delta n = 0.15$ (configuration 2) for homogeneous and surface detection, respectively.

The porosity values of the different waveguides are the same in tables 1 and 2, respectively, for surface and

homogeneous detection, but homogeneous detection implies the presence of water as the superstrate. Infiltration of water into the pores explains the higher refractive index of the porous layers in this case as compared to surface detection.

The effective index of the propagated mode has been calculated with a finite difference method solver [29], from the refractive index of each waveguide configuration presented in tables 1 and 2. The cladding and superstrate layers have been taken thick enough to have no influence on the modal characteristics. Only the waveguide dimensions which allow single mode configuration will be considered here. The effective index of the single mode TE₀₀ for surface detection and the two configurations presented in table 1 are presented in figure 3. For ease of presentation, the geometrical dependence of losses, sensitivity and LOD will be presented in the same figure for the two configurations later in this paper.

3.2. Study of PSi waveguides losses

PSi waveguides optical losses α_{overall} depend on the surface scattering losses $\alpha_{\text{surf_scattering}}$, the volume diffusion losses $\alpha_{\text{vol_diff}}$ and the material absorption $\alpha_{\text{abs_mat}}$ [30]. For the micro-racetrack resonator, the high radius value ($R = 100 \mu\text{m}$) is sufficiently large to allow neglect of the curvature losses.

In this section, each contribution to the losses in PSi ridge waveguides is calculated and presented for waveguide 2 configuration only, both for surface and homogeneous detection. The tendencies for configuration 1 are calculated similarly. Square section waveguides of two dimensions have been first considered to illustrate the effect of the waveguide dimensions on the contributions to the losses. At the end of the section, the overall losses are then presented for both configuration 1 and 2. The effect of the dimensions of the waveguide is generalized to rectangular section.

The surface scattering losses $\alpha_{\text{surf_scattering}}$ induced by surface roughness has been calculated adapting the model developed by Payne *et al* [31] to ridge waveguides [32]. In figure 4, surface scattering losses are plotted as a function of

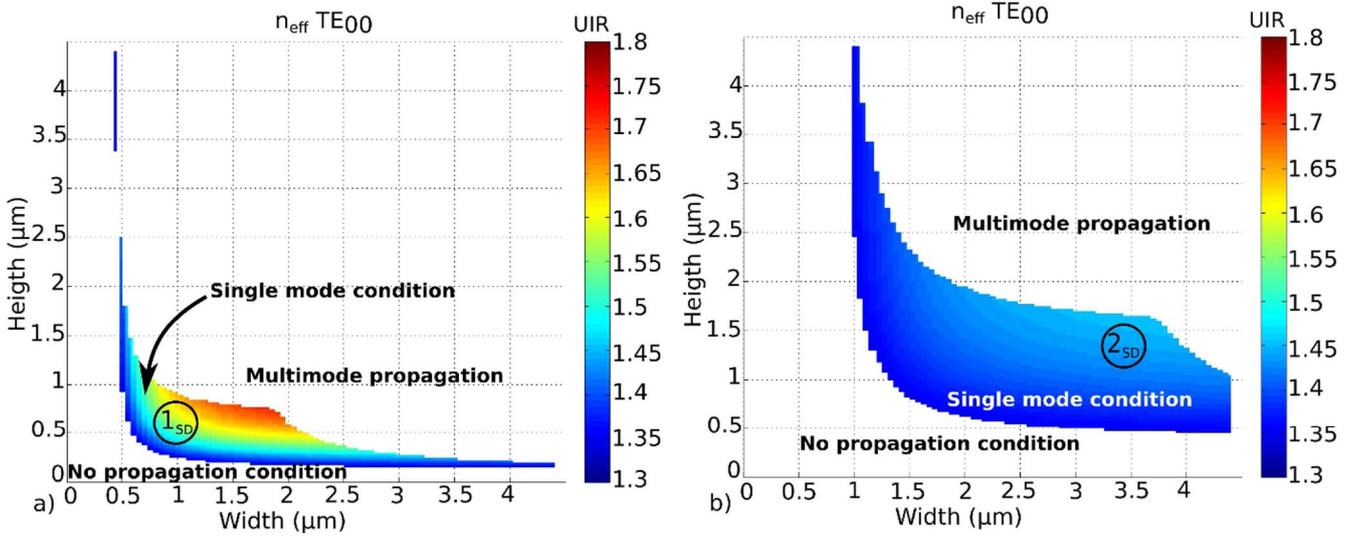


Figure 3. (a) Effective index of configuration 1 for surface detection for single mode condition TE_{00} and at 1550 nm. (b) Effective index of configuration 2 for surface detection for single mode condition TE_{00} and at 1550 nm.

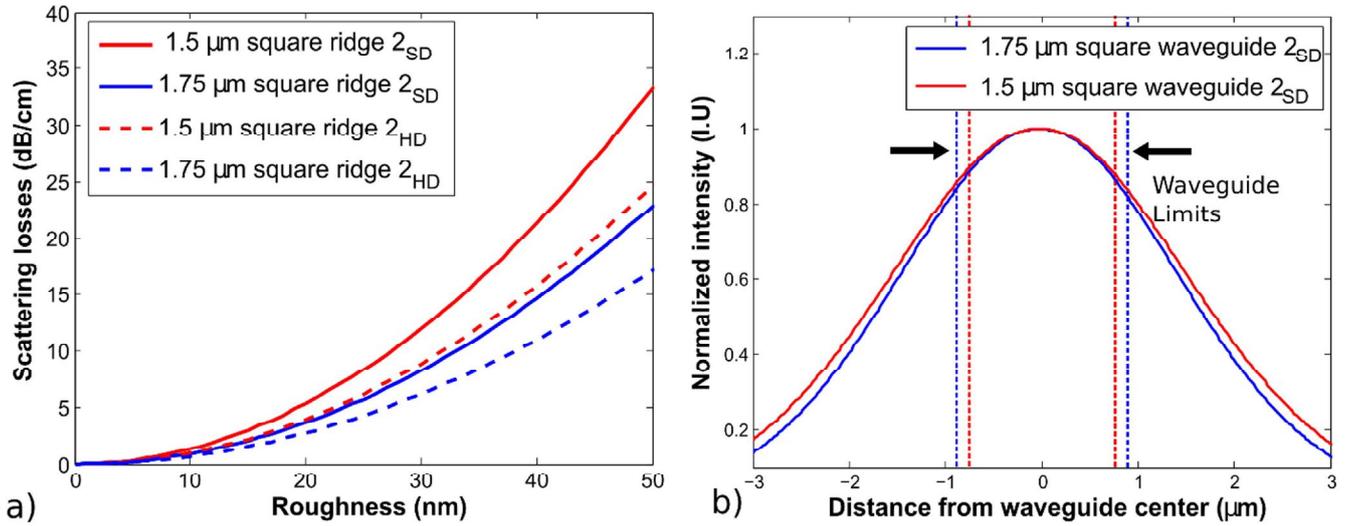


Figure 4. (a) Surface scattering losses due to surface roughness in ridge waveguides 2_{SD} and 2_{HD} with square section of $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$ or $1.75 \times 1.75 \mu\text{m}^2$ for TE_{00} and at 1550 nm. (b) Horizontal TE_{00} mode intensity profiles of ridge waveguides 2_{SD} with square section of $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$ or $1.75 \times 1.75 \mu\text{m}^2$.

the surface roughness and for 2_{SD} and 2_{HD} ridge waveguides core dimensions of $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$ or $1.75 \times 1.75 \mu\text{m}^2$. As the transducer ridge waveguides should be single mode, these dimensions between $1.5 \mu\text{m}$ to less than $2 \mu\text{m}$ respect the single mode condition both for surface and homogeneous detection.

The surface scattering losses increase with the roughness of the waveguide. The surface scattering losses are higher for P*Si* waveguides with low dimensions ($1.5 \mu\text{m}$ square ridge value) because the mode confinement factor is lower as shown in figure 4(b) where the normalized transverse intensity TE_{00} mode profiles are plotted for two squared waveguides.

To calculate the overall losses at the end of the section, roughness has been taken as 12 nm according to [33] and the correlation length has been taken as 30 nm [34].

To calculate the volume diffusion losses and the material absorption losses, the distribution of field intensity in the superstrate, cladding and guiding layers, as represented in figure 5, should be considered.

In order to calculate the field distribution in the waveguide, the finite difference mode solver developed by Fallakhair *et al* [29] has been adapted to calculate the evanescent intensity ratio (Γ) in the superstrate and the cladding layers (figure 5). The distribution of the field intensity in the superstrate, guiding and cladding layers relative to the total intensity are defined respectively as:

$$\Gamma_{\text{superstrate}} = \frac{\int \int_0^{A_{\text{superstrate}}} |E(x, y)|^2 dx dy}{\int \int_{-\infty}^{+\infty} |E(x, y)|^2 dx dy}, \quad (14)$$

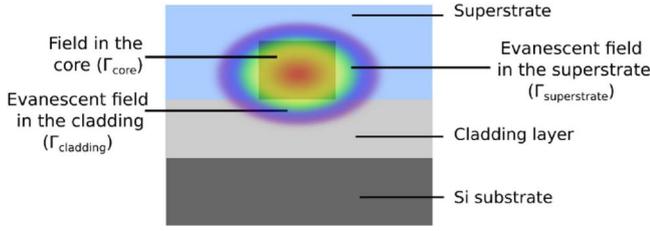


Figure 5. Schematic diagram of field intensity distribution in a ridge waveguide.

$$\Gamma_{\text{guiding}} = \frac{\int \int_0^{A_{\text{guiding}}} |E(x, y)|^2 dx dy}{\int \int_{-\infty}^{+\infty} |E(x, y)|^2 dx dy}, \quad (15)$$

$$\Gamma_{\text{cladding}} = \frac{\int \int_0^{A_{\text{cladding}}} |E(x, y)|^2 dx dy}{\int \int_{-\infty}^{+\infty} |E(x, y)|^2 dx dy}, \quad (16)$$

where $E(x, y)$ is the field amplitude and $A_{\text{superstrate}}$, A_{guiding} and A_{cladding} are the surface areas of the superstrate, guiding core and cladding layer, respectively. $\Gamma_{\text{superstrate}}$, Γ_{guiding} and Γ_{cladding} obey the relation:

$$\Gamma_{\text{superstrate}} + \Gamma_{\text{guiding}} + \Gamma_{\text{cladding}} = 1. \quad (17)$$

The presence of cylindrical pores in the PSi layers generates, vertically orientated from the top to the bottom of the layer generates volume diffusion losses. The volume diffusion losses $\alpha_{\text{vol_diff}}$ in PSi can be estimated for the non-oxidized ridge waveguide using the model developed by Kirchner *et al* [35]:

$$\alpha_{\text{vol_diff}} = \Gamma_{\text{guiding}} \cdot \alpha_{\text{vol_diff_guiding}} + \Gamma_{\text{substrate}} \cdot \alpha_{\text{vol_diff_cladding}} \quad (18)$$

with $\alpha_{\text{vol_diff_guiding}}$ and $\alpha_{\text{vol_diff_cladding}}$ being the volume diffusion losses in the guiding layer and in the cladding layer, respectively.

The pore diameter must be small to achieve high specific surface according to the model developed by Charrier *et al* [23] for P heavily doped PSi, but large enough to allow analytes and liquids to infiltrate and diffuse easily and quickly in the PSi according to Lawrie *et al* [36]. Besides, attention must be paid to verify the complete diffusion and rinsing of the different analytes and liquids during the functionalization process in the PSi structure by using for example the adjustment of the experimental spectroscopic measurements with the Bruggeman model [24]. The pores of the guiding layers studied in this paper have a mean diameter of 25 nm. This pore diameter range leads to less than 1 dB cm^{-1} losses for bulk PSi with air superstrate (figure 6) and is large enough to allow BSA molecules to be infiltrated easily as their effective radius is 3.4 nm. For larger molecules, the pore diameter can be increased by modifying the PSi fabrication conditions. However, according to figure 6, care must be taken as an increase in pore diameter leads to significant increase of the volume scattering losses. Figure 6 also

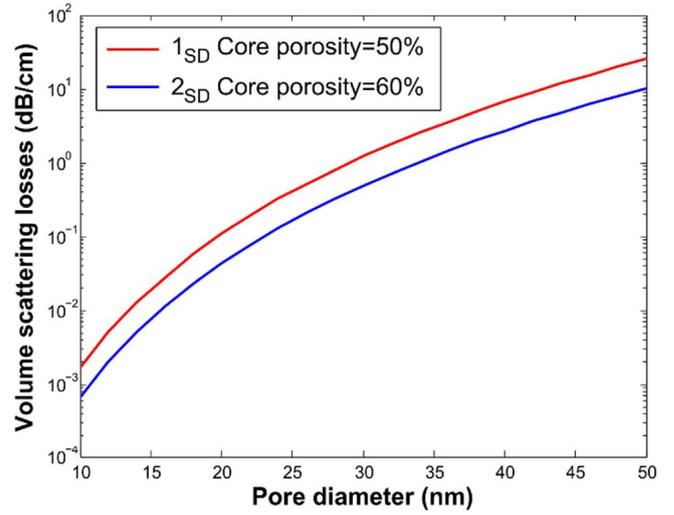


Figure 6. Influence of pore diameter in PSi on the volume scattering losses at 1550 nm for 2SD.

highlights the fact that this loss decreases when the porosity increases.

The material absorption loss $\alpha_{\text{abs_mat}}$ has been taken from experimental data. Water absorption loss is equal to 43 dB cm^{-1} at 1550 nm [37]. Bulk P type silicon losses is estimated at 21.7 dB cm^{-1} . This value is extrapolated from the value of a PSi planar waveguide fabricated from heavily P doped Si substrate presented in [38]. The free carrier absorption loss of silicon is the main contribution to the losses for planar PSi waveguides according to the authors. The material absorption losses for the ridge waveguide are then calculated by neglecting the effect of oxidation in order to increase the material absorption by the following equation:

$$\alpha_{\text{abs_mat}} = \Gamma_{\text{guiding}} \cdot \alpha_{\text{abs_superstrate}} \cdot p_{\text{guiding}} + \Gamma_{\text{cladding}} \cdot \alpha_{\text{abs_superstrate}} \cdot p_{\text{cladding}} + \Gamma_{\text{superstrate}} \cdot \alpha_{\text{abs_superstrate}} + \Gamma_{\text{guiding}} \cdot \alpha_{\text{si}} \cdot (1 - p_{\text{guiding}}) + \Gamma_{\text{cladding}} \cdot \alpha_{\text{si}} \cdot (1 - p_{\text{cladding}}) \quad (19)$$

with p_{guiding} and p_{cladding} the porosity values respectively of the guiding and cladding PSi layers. $\alpha_{\text{abs_superstrate}}$ and α_{si} are the bulk absorption values respectively of the superstrate (water or air) and silicon.

The overall losses α_{overall} are then calculated by adding all losses contribution:

$$\alpha_{\text{overall}} = \alpha_{\text{abs_mat}} + \alpha_{\text{vol_diff}} + \alpha_{\text{surf_scattering}}. \quad (20)$$

Let us notice that the bulk silicon losses are very sensitive to initial silicon substrate doping and to changes in PSi fabrication [38]. So the absorption coefficient of bulk silicon α_{si} in equation (19) would have to be modified to fit the overall experimental losses α_{overall} in equation (20).

The contribution of each loss are represented in figures 7(a) and (b) as a function of the waveguide size for waveguide 2SD and 2HD configurations, respectively. Surface scattering increases with low waveguide dimensions. Material absorption is important for both configurations, which is correlated to the high absorption of doped silicon substrate at

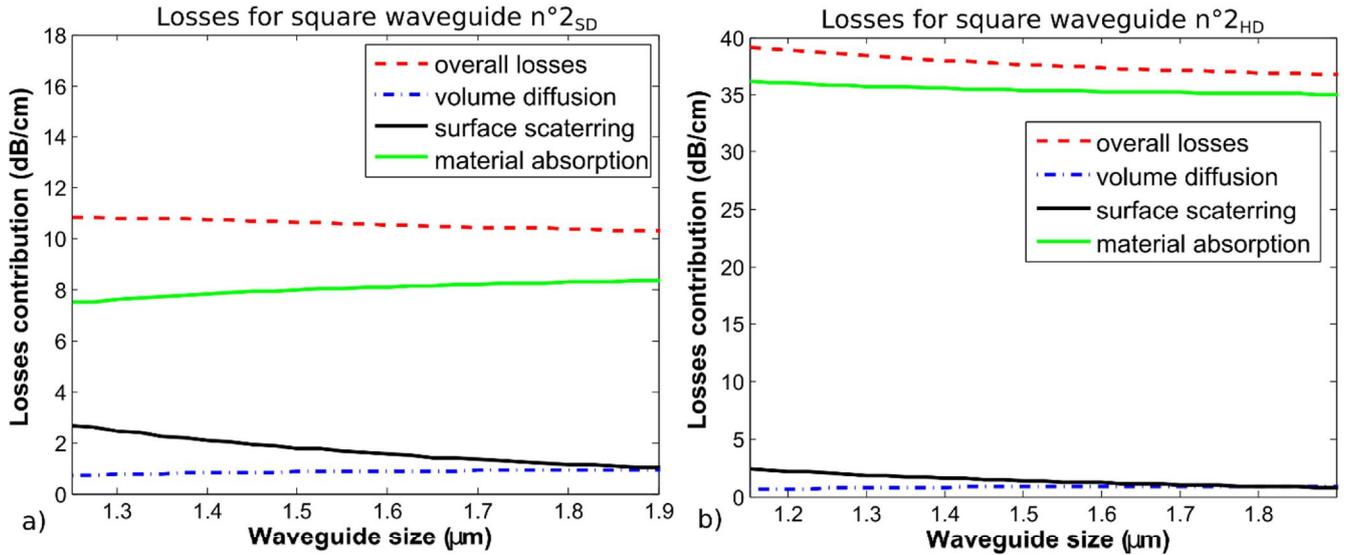


Figure 7. Contribution dependence of losses on waveguide size for square waveguide. (a) 2_{SD} with air as superstrate at 1550 nm, (b) 2_{HD} with water superstrate at 1550 nm.

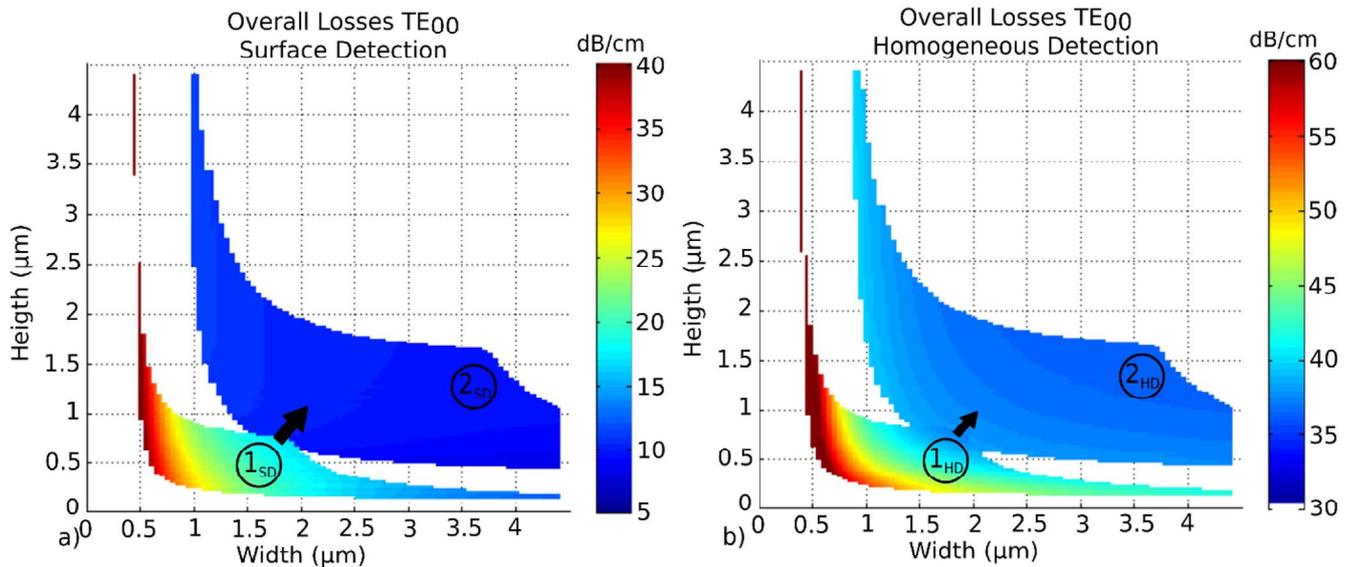


Figure 8. (a) Overall losses as a function of the waveguide size calculated at 1550 nm for TE₀₀ single mode condition for the waveguide configurations. (a) 1_{SD} and 2_{SD} with an air superstrate, (b) 1_{HD} and 2_{HD} with a water superstrate.

1550 nm, and the contribution of water further increases material absorption for waveguide 2_{HD}. Volume diffusion makes only a small contribution to overall losses.

In order to generalize to a rectangular section for the ridge waveguides studied, the overall losses have been calculated for various widths and heights. Figure 8 represents the overall losses, for TE₀₀ polarization at 1550 nm, as a function of the width and the height of the waveguide with an incremental dimension step equal to 0.25 μm for all the single mode waveguide studied configurations (as developed previously in figure 3). The clear areas correspond to non-guiding conditions or multimode propagation conditions whereas the colored areas correspond to single mode propagation conditions. For all waveguide configurations, the overall losses decrease as the waveguide dimensions increase

as illustrated in figure 8. The lowest overall losses are typically between 8 and 12 dB cm⁻¹ in the case of an air superstrate for 2_{SD} waveguides, whereas they are equal to 35–40 dB cm⁻¹ for a water superstrate for 2_{HD} waveguides. Losses increase for the smallest waveguides because surface scattering losses increase significantly as a function of the decrease in dimensions, as shown in figure 7.

4. Study of optimal waveguide configuration on LOD and sensitivity values: results and discussion

The LOD and sensitivity are calculated for the rectangular ridge waveguide dimensions presented in figure 8 in order to illustrate the effect of the waveguide size and PSi porosity, the

Table 3. Optimized PSi ridge waveguide geometries for surface sensing.

Waveguide	Sensitivity (nm/(pg/mm ²))	LOD (pg mm ⁻²)	Γ_{core} (%)	$\Gamma_{\text{superstrat}}$ (%)	Γ_{cladding} (%)	Losses (dB/cm)	Dimensions $h \times w$ (μm^2)
$1_{\text{SD,opt}}$	0.03	1	35.1	21.9	43.0	12.9	0.25×4
$2_{\text{SD,opt}}$	0.04	0.5	32.1	4.8	63.1	8.4	0.5×4

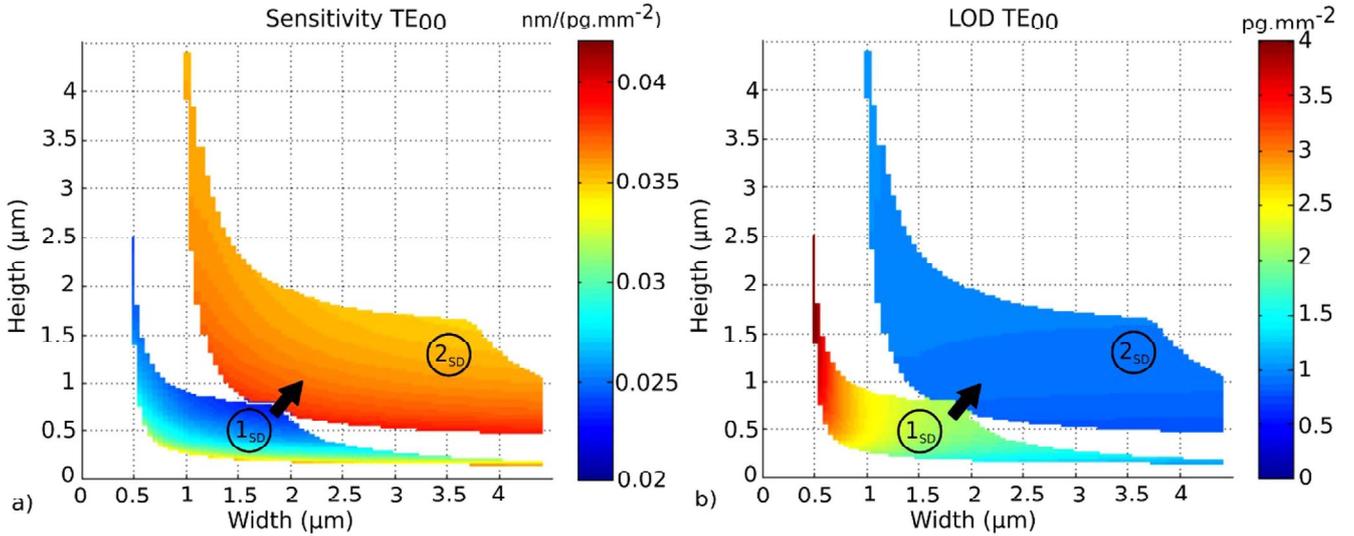


Figure 9. (a) Surface sensitivity and (b) LOD as a function of the waveguide dimensions for 1_{SD} and 2_{SD} configurations.

effect of optical losses and the choice of superstrate medium on single mode waveguide sensing performances.

4.1. Surface sensing

PSi sensor performances (LOD and sensitivity) have been calculated for surface sensing for 1_{SD} and 2_{SD} (air superstrate). In this case, sensitivity and LOD are given by equations (7) and (9), respectively. The theoretical results are represented in figures 9(a) and (b) for the TE_{00} mode. The TM mode performances can be calculated similarly.

The best LOD and associated sensitivity that can be obtained with optimized dimensions and overall optical losses (figure 8(a)) for single mode waveguides are summarized in table 3 for the two configurations 1_{SD} and 2_{SD} , studied. The distribution of the field in the core, cladding and superstrate defined in equations (14)–(16) of the optimized waveguides are also given in table 3.

Higher waveguide dimensions reduce the overall optical losses as seen in figure 7(a). That is a reason why a lower LOD is obtained for the 2_{SD} configuration. Moreover, as the analytes are grafted in the guiding layer, the 2_{SD} waveguide configuration has a better sensitivity than the 1_{SD} as the EM-field in the core and the cladding is higher ($\Gamma_{\text{core}} + \Gamma_{\text{cladding}}(1_{\text{SD,opt}}) > \Gamma_{\text{core}} + \Gamma_{\text{cladding}}(2_{\text{SD,opt}})$), as indicated in table 3, due to its lower index difference and, as a result, the interaction between EM-field and analytes is increased.

These results allow for better design choices to be made for targeted biosensing application which use PSi MRs. Lower refractive index difference with a high porosity PSi

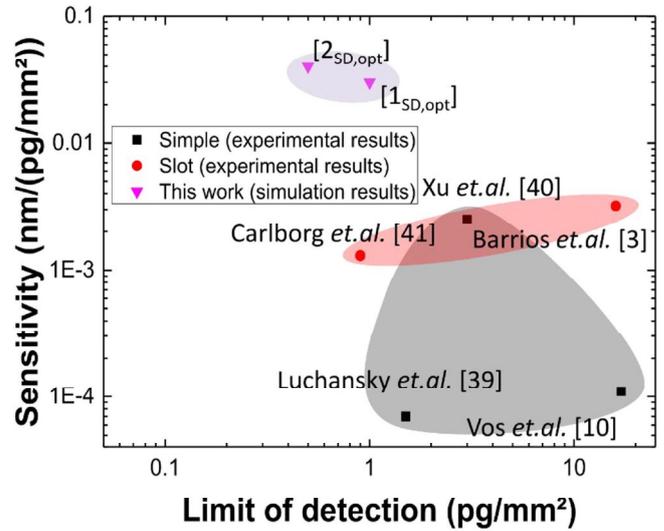


Figure 10. Sensitivity as a function of LOD for different MR surface sensors.

cladding layer (configuration 2) helps the decrease of the surface scattering losses. Figure 9(b) underscores the fact that the highest LOD waveguide 2_{SD} configuration with a low height (lower than $1 \mu\text{m}$) and a width greater than $2 \mu\text{m}$, which respect the single mode conditions.

Sensitivity and LOD change less with waveguides dimensions for configuration 2 compared to configuration 1; as the RIU difference between the core and the cladding layers is reduced, the mode profile is less sensitive to

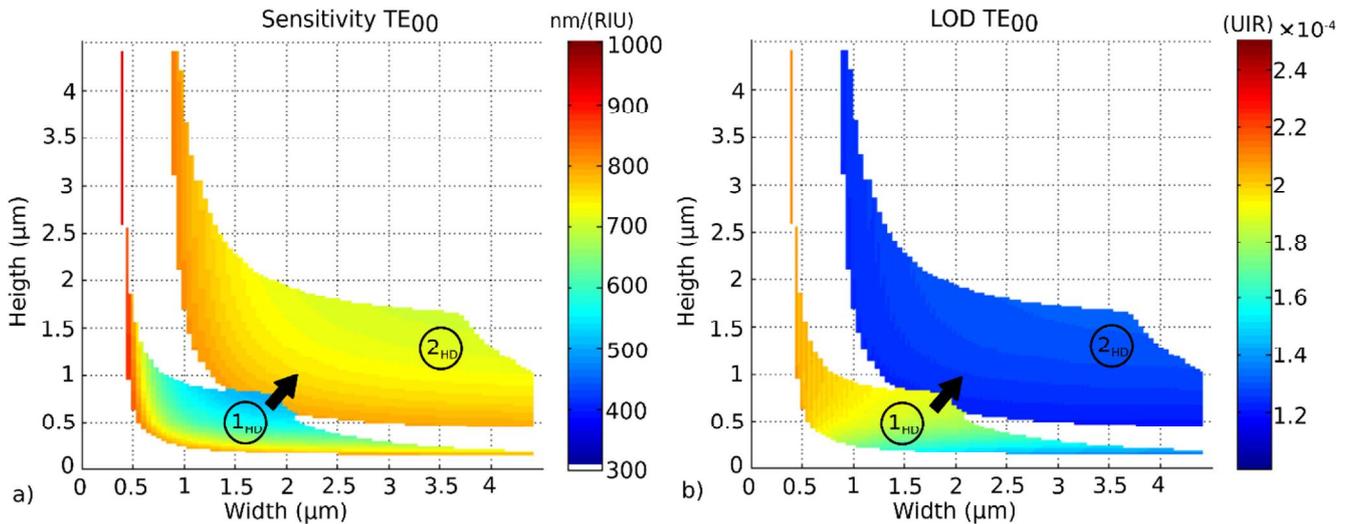


Figure 11. (a) Homogeneous sensitivity, (b) LOD as a function of the waveguide dimensions for 1_{SD} and 2_{SD} configurations.

dimension variations. For both configuration, the optimal dimensions, detailed in table 3, are reached for the lowest propagation losses.

In figure 10, the sensitivity as a function of the LOD is represented relative to the state of the art for MR integrated sensors based on surface sensing. Ridge waveguides have been fabricated in bulk material by Luchansky *et al*, Xu *et al* and Vos *et al* and are based on evanescent detection (gray area) [10, 39, 40]. Slot waveguides have been developed by Carlborg *et al* and Barrios *et al* to enhance the evanescent part of the mode and so to increase the interaction between the field and the molecules grafted onto the surface of the waveguide [3, 41] (red area). MR sensor based on PSi waveguides $1_{SD,opt}$ and $2_{SD,opt}$ are plotted in figure 10 (purple area). This figure shows that the PSi MRs studied have a high surface sensitivity because of the presence of pores and analytes in the guiding layer which increase the light—analyte interaction. LOD is lower due to the high specific surface of PSi. Consequently, PSi MRs are promising transducers for the fabrication of highly sensitive surface sensors.

4.2. Homogeneous sensing

PSi sensor performances have been calculated for homogeneous sensing. Sensitivity and LOD values, obtained from equations (8) and (9) and for the TE mode, are shown in figures 11(a) and (b), respectively.

The highest sensitivity close to 900 nm/RIU is achieved in a very small and low width range for (1_{HD}) waveguides and for small values of waveguide width (figure 11(a)). These waveguides have a higher $\Gamma_{superstrate}$, as indicated in table 4, but the main limitation for these dimensions is the high scattering loss (figure 7(b)). However, the high porosity of PSi 2_{HD} also permits to reach high sensitivities, up to 800 nm/RIU.

For homogeneous detection, as for surface detection, the lowest LOD figure 11(b), between 1.2 and 1.4×10^{-4} RIU, can be obtained for waveguide configuration with low

refractive index difference (2_{HD}) because the scattering losses are reduced for larger dimensions.

In the same way as for surface detection, the sensitivity and LOD change less with the waveguide dimensions for configuration 2 compared to configuration 1. Indeed, the mode profile is less sensitive to dimension variations because the refractive index difference between the core and the cladding is reduced.

Table 4 summarizes the best LOD and the associated sensitivity that can be obtained with optimal dimensions and optical losses (figure 7(b)) of single mode waveguides $1_{HD,opt}$ and $2_{HD,opt}$ for the two configurations 1HD and 2HD, as studied.

Optimal dimensions are detailed in table 4, for both configurations. Given that the waveguide height is small compared to single mode fiber core diameter, coupling between waveguide and fiber should be implemented with a fiber taper to decrease the coupling losses due to the mismatch of their mode field diameters. A gap between the access waveguide and the micro-ring resonator should be kept small in order to ease the evanescent coupling. Optical losses are reduced for configuration 2 compared to configuration 1 because of a higher distribution of the field intensity in the core and in the cladding ($\Gamma_{core} + \Gamma_{cladding}$).

The corresponding values are plotted in the pink area of figure 12 which represents sensitivity as a function of the LOD for different MR sensors.

Figure 12 represents sensitivity as a function of the LOD for different MR sensors. As for surface sensing, different configurations of MR sensors have been fabricated. The first configuration developed by Iqbal *et al*, Kim *et al*, Liu *et al* Guider *et al* and Devos *et al* are based on bulk material ridge waveguides (gray area) [9, 11, 13, 42, 43, 44]. Then Carlborg *et al*, Claes *et al*, Barrios *et al* and Robinson *et al* developed bulk material slot MR sensor (red area) to increase the interaction between the field and the solution [2, 41, 43, 45]. Porous MR sensor have been developed recently in polymer by Mancuso *et al* [46], and in PSi by Rodriguez *et al* and

Table 4. Optimized PSi ridge waveguide geometries for homogeneous sensing.

Waveguide	Sensitivity (nm/RIU)	LOD (RIU)	Γ_{core} (%)	$\Gamma_{\text{superstrate}}$ (%)	Γ_{cladding} (%)	Losses dB cm ⁻¹	Dimensions $h \times w$ (μm^2)
1 _{HD,opt}	700	1.2×10^{-4}	34.1	22.5	43.4	41.3	0.25×4
2 _{HD,opt}	800	1.4×10^{-4}	32.4	5.4	62.2	37.5	0.5×4

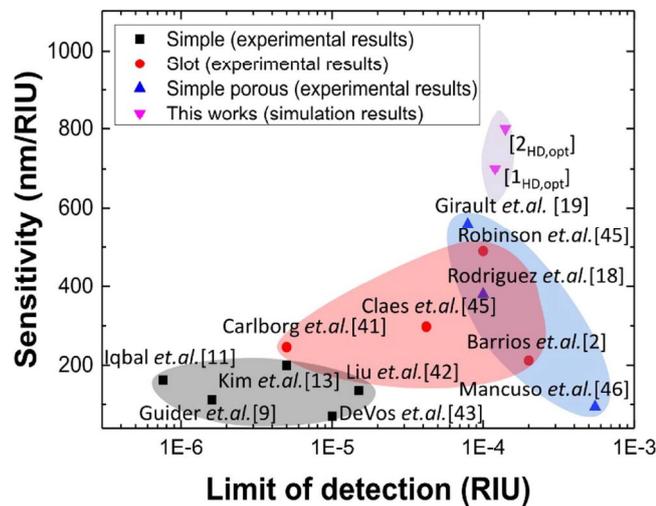


Figure 12. Sensitivity as a function of LOD for different homogeneous MR sensors.

Girault *et al* [16, 19] and have been optimized in this work by 1_{HD} and 2_{HD} MR sensors (pink area). These last devices principally improve the sensitivity.

By studying and then optimizing the waveguides of MR sensors, the characteristics of porous MR sensors have been enhanced. It can be noted that the MRs studied have a better sensitivity than the state of the art because of the infiltration of analytes into the guiding layer adding to the evanescent detection. On the other hand, the LOD is higher than those obtained by the best sensors of the state of the art because of the high losses induced by PSi and water absorption due to its infiltration into the guiding layer.

5. Conclusion

In this paper, MR based PSi waveguides for sensing detection have been studied to calculate the LOD and the sensitivity for surface and volume detection. The calculation of losses as a function of waveguide dimensions and refractive index difference have been estimated for both sensing techniques to predict the parameters of transducers. The influence of waveguide dimensions and porosity on sensitivity and LOD for both surface and homogeneous sensing have been developed by taking into account the different contributions of the waveguide optical losses. These calculations now give new guidelines for PSi waveguide design in case of sensing applications.

For surface sensing, a LOD of 0.5 pg mm^{-2} and a sensitivity of $0.04 \text{ nm pg}^{-1} \text{ mm}^{-2}$, have been calculated. These values are better than those obtained in the state of the art. A LOD of 1.2×10^{-4} RIU and a sensitivity as high as 800 nm/RIU have been estimated for homogeneous detection. The volume homogeneous sensitivity calculated is better than the state of the art and the values of LOD are comparable to those obtained in the state of the art from bulk material based MR sensors.

In both cases, a lower refractive index difference leads to a lower LOD thanks to the reduction of surface scattering losses for higher waveguides dimensions. The possibility to detect analytes both in surface and homogeneous detection with the same waveguide material and dimensions could lead to interesting multiplexed sensing possibilities on a single chip. Moreover, such single MR could be integrated into a Vernier effect sensor to increase further both the sensitivity and the LOD [47].

Acknowledgments

This work is funded by Lannion Trégor Communauté, Région Bretagne and the French government.

ORCID iDs

Paul Azuelos <https://orcid.org/0000-0002-1640-8399>
 Yannick Dumeige <https://orcid.org/0000-0001-9003-0809>

References

- [1] Gutierrez-Arroyo A, Baudet E, Bodiou L, Lemaitre J, Hardy I, Faijan F, Bureau B, Nazabal V and Charrier J 2016 Optical characterization at $7.7 \mu\text{m}$ of an integrated platform based on chalcogenide waveguides for sensing applications in the mid-infrared *Opt. Express* **24** 23109–17
- [2] Barrios C A, Gylfason K B, Sanchez B, Griol A, Sohlström H, Holgado M and Casquel R 2007 Slot-waveguide biochemical sensor *Opt. Lett.* **32** 3080–2
- [3] Barrios C A, Banuls M J, Gonzales-Pedro V, Gylfason K B, Sanchez B, Griol A, Maquieira A, Sohlström H, Holgado M and Casquel R 2008 Label-free optical biosensing with slot-waveguides *Opt. Lett.* **33** 708–10
- [4] Kozma P, Kehl F, Ehrentreich-Förster E, Stamm C and Bier F 2014 Integrated planar optical waveguide interferometer biosensors: a comparative review *Biosens. Bioelectron.* **58** 287–307

- [5] Liu Q, Tu X, Kim K, Sheng Kee J, Shin Y, Han K, Yoon Y, Lo G and Park M 2013 Highly sensitive Mach-Zehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide *Sensors Actuators B* **188** 681–8
- [6] Chakravarty S, Chen X, Tang N, Lai W, Yan H and Chen R T 2016 Review of design principles of 2D photonic crystal microcavity biosensors in silicon and their applications *Front. Optoelectron.* **9** 206–24
- [7] Sana A, Honzawa K, Amemiya Y and Yokoyama S 2016 Silicon photonic crystal resonators for label free biosensor *Japan. J. Appl. Phys.* **55** 04EM11
- [8] Ciminelli C, Dell'olio F, Conteduca D, Campanella C M and Armenise M N 2014 High performance SOI microring resonator for biochemical sensing *Opt. Laser Technol.* **59** 60–7
- [9] Guider R, Gandolfi D, Chalyan T, Pasquardini L, Samusenko A, Pederzoli C, Pucker G and Pavesi L 2015 Sensitivity and limit of detection of biosensors based on ring resonators *Sens. Bio-Sens. Res.* **6** 99–102
- [10] Vos K D, Girones J, Popelka S, Schacht E, Baets R and Bienstman P 2009 SOI optical microring resonator with poly (ethylene glycol) polymer brush for label-free biosensor applications *Biosens. Bioelectron.* **24** 2528–33
- [11] Iqbal M, Gleeson M A, Spaugh B, Tybor F, Gunn W G, Hochberg M, Baehr-Jones T, Bailey R C and Gunn L C 2010 Label-free biosensor arrays based on silicon ring resonators and high-speed optical scanning instrumentation *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* **16** 654–61
- [12] De Vos K, Bartolozzi I, Schacht E, Bienstman P and Baets R 2007 Silicon-on-insulator microring resonator for sensitive and label-free biosensing *Opt. Express* **15** 7610–5
- [13] Kim G D, Son G S, Lee H S, Kim K D and Lee S S 2008 Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers *Opt. Commun.* **281** 4644–7
- [14] Rong G and Weiss S M 2009 Biomolecule size-dependent sensitivity of porous silicon sensors *Phys. Status Solidi a* **206** 1365–8
- [15] Charrier J, Lupi C, Haji L and Boisrobert C 2000 Optical study of porous silicon buried waveguides fabricated from p-type silicon *Mater. Sci. Semicond. Process.* **3** 357–61
- [16] Rodriguez G A, Hu S and Weiss M 2015 Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications *Opt. Express* **23** 7111–9
- [17] Secret E *et al* 2013 Antibody-functionalized porous silicon nanoparticles for vectorization of hydrophobic drugs *Adv. Healthcare Mater.* **2** 718–27
- [18] Hutter T, Bamiedakis N and Elliott S R 2010 Theoretical study of porous silicon waveguides and their applicability for vapour sensing *Proc. COMSOL Conf.*
- [19] Girault P, Azuelos P, Lorrain N, Poffo L, Lemaitre J, Pirasteh P, Hardy I, Thual M, Guendouz M and Charrier J 2017 Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application *Opt. Mater.* **72** 569–601
- [20] Girault P, Lorrain N, Lemaitre J, Poffo L, Guendouz M, Hardy I, Gadonna M, Gutierrez A, Bodiou L and Charrier J 2015 Racetrack micro-resonators based on ridge waveguides made of porous silica *Opt. Mater.* **50** 167–74
- [21] Hammer M, Hiremath K R and Stoffer R 2004 Analytical approaches to the description of optical microresonator devices *Microresonators as Building Blocks for VLSI Photonics* pp 48–71
- [22] Dhanekar S and Jain S 2013 Porous silicon biosensor: current status *Biosens. Bioelectron.* **41** 54–64
- [23] Charrier J and Dribek M 2010 Theoretical study of the factor of merit of porous silicon based optical biosensors *J. Appl. Phys.* **107**
- [24] Hiraoui M, Guendouz M, Lorrain N, Moadhen A, Haji L and Oueslati M 2011 Spectroscopy studies of functionalized oxidized porous silicon surface for biosensing applications *Mater. Chem. Phys.* **128** 151–6
- [25] Astrova E V, Voronkov V B, Remenyuk A D, Shuman V B and Tolmachev V A 1999 Variation of the parameters and composition of thin films of porous silicon as a result of oxidation: ellipsometric studies *Semiconductors* **33** 1149–55
- [26] White I M and Fan X 2008 On the Performance quantification of resonant refractive index sensors *Opt. Express* **16** 1020–8
- [27] Strelakov D V, Thompson R J, Baumgartel L M, Grudinin I S and Yu N 2011 Temperature measurement and stabilization in a birefringent whispering gallery mode resonator *Opt. Express* **19** 14495–501
- [28] Bruggeman V D 1935 Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen. i. dielektrizitätskonstanten und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen *Ann. Phys.* **416** 636–64
- [29] Fallahkhair A B, Li K S and Murphy T E 2008 Vector finite difference modesolver for anisotropic dielectric waveguides *J. Lightwave Technol.* **26** 1423–31
- [30] Pirasteh P, Charrier J, Dumeige Y, Haesert S and Joubert P 2007 Optical loss study of porous silicon and oxidized porous silicon planar waveguides *J. Appl. Phys.* **101** 083110
- [31] Payne F P and Lacey J P R 1994 A theoretical analysis of scattering loss from planar optical waveguides *Opt. Quantum Electron.* **26** 977–86
- [32] Grillot F, Vivien L, Cassan E and Laval S 2008 Influence of waveguide geometry on scattering loss effects on submicron strip silicon-on-insulator waveguides *IET Optoelectron.* **2** 1–5
- [33] Charrier J, Dumeige Y, Pirasteh P and Gadonna M 2012 Effect of interface roughness and polarization on the optical losses of porous silicon-based waveguides *IET Micro Nano Lett.* **7** 275–8
- [34] Chamard V, Bastie P, Le Bolloch D, Elkaïm E, Ferrero C, Lauriat J-P, Rieutord F and Thiaudière D 2001 Evidence of pore correlation in porous silicon: an x-ray grazing-incidence study *Phys. Rev. B* **64** 245416
- [35] Kirchner A, Busch K and Soukoulis C M 1998 transport properties of random arrays of dielectric cylinders *Phys. Rev. B* **57** 277–88
- [36] Lawrie J L, Jiao Y and Weiss S M 2010 Size-Dependent infiltration and optical detection of nucleic acids in nanoscale pores *IEEE Trans. Nanotechnol.* **9** 596–602
- [37] Cursio J A and Petty C C 1951 The near infrared absorption spectrum of liquid water *J. Opt. Soc. Am.* **41** 302–4
- [38] Chan M H, So S K and Cheah K W 1996 Optical absorption of free standing porous silicon films *J. Appl. Phys.* **79** 3273–5
- [39] Luchansky M S, Washburn A L, Martin T A, Iqbal M, Gunn L C and Bailey R C 2010 Characterization of the evanescent field profile and bound mass sensitivity of a label-free silicon photonic microring resonator biosensing platform *Biosens. Bioelectron.* **26** 1283–91
- [40] Xu D X *et al* 2008 Folded cavity SOI microring sensors for high sensitivity and real time measurement of biomolecular binding *Opt. Express* **16** 15137–48
- [41] Carlborg C F *et al* 2010 A packaged optical slot-waveguide ring resonator sensor array for multiplex label-free assays in labs-on-chips *Lab Chip* **10** 257–396
- [42] Vos K D, Bartolozzi I, Schacht E, Bienstman P and Baets R 2007 Silicon-on-Insulator microring resonator for sensitive and label-free biosensing *Opt. Express* **15** 7610–5
- [43] Claes T, Molera J G, De Vos K, Schacht E, Baets R and Bienstman P 2009 Label-free biosensing with a slot-waveguide-based ring resonator in silicon on insulator *IEEE Photonics J.* **1** 197–204

- [44] Liu J, Zhou X, Qiao Z, Zhang J, Zhang C, Xiang T, Shui L, Shi Y and Liu L 2014 Integrated optical chemical sensor based on an SOI ring resonator using phase-interrogation *IEEE Photonics J.* **6** 6802207
- [45] Robinson J T, Chen L and Lipson M 2008 On-chip gas detection in silicon optical microcavities *Opt. Express* **16** 4296–301
- [46] Mancuso M, Goddard J M and Erickson D 2012 Nanoporous polymer ring resonators for biosensing *Opt. Express* **20** 245–55
- [47] Azeulos P, Girault P, Lorrain N, Poffo L, Hardy I, Guendouz M and Thual M 2017 Theoretical investigation of Vernier effect based sensors with hybrid porous silicon-polymer optical waveguides *J. Appl. Phys.* **121** 144501

Bibliographie

- [1] E.A.J.Marcatili, “Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics,” *The Bell System Technical Journal*, pp. 2071–2102, 1969.
- [2] M.Kuznetsov, “Expressions for the coupling coefficient of a rectangular waveguide directional coupler,” *Optics Express*, vol. 8, no. 9, pp. 499–501, 1983.
- [3] W. J. Westerveld, S. M. Leinders, K. W. van Dongen, H. P. Urbach, and M. Yousefi, “Extension of marcatilis analytical approach for rectangular silicon optical waveguides,” *Journal of Lighthwave technology*, vol. 30, no. 14, 2015.
- [4] W. R. McKinnon, D.-X. Xu, C. Storey, E. Post, A. Densmore, A. Delage, P. Waldron, J. H. Schmid, and S. Janz, “Extracting coupling and loss coefficients from a ring resonator,” *Optics Express*, vol. 17, no. 21, 2009.
- [5] C. Delezoide, *Polymer microring resonators for optofluidic evanescent field sensors*. PhD thesis, Ecole normale supeure de Cachan, 2013.
- [6] S. Xiao, M. H. Khan, H. Shen, and M. Qi, “Modeling and measurement of losses in silicon-on-insulator resonators and bends,” *Optics Express*, vol. 15, no. 17, 2007.
- [7] A. B. Shrirao, A. Hussain, C. H. Cho, and R. Perez-Castillejos, “Adhesive-tape soft lithography for patterning mammalian cells : application to wound-healing assays,” *BioTechniques*, vol. 53, no. 5, 2012.

Titre : Développement de biocapteurs en optique intégrée

Mots clés : micro-résonateurs, biocapteurs, optique guidée, silicium poreux, polymères, effet Vernier.

Résumé : Le développement de capteurs pour la détection de molécules présentes en très faible concentration est un enjeu sociétal et économique. Il permet de répondre à des besoins de mesure d'analytes dans les secteurs de la santé, de la défense ou encore de l'environnement. Les capteurs optiques intégrés possèdent plusieurs avantages permettant de répondre à ces problématiques. Dans cette thèse, des capteurs optiques intégrés à base de deux micro-résonateurs sont développés. Ils fonctionnent dans le domaine du proche infrarouge et permettent de détecter des molécules d'intérêt présentes en très faible quantité dans un échantillon biologique. Dans un premier temps, les critères de performances comme la sensibilité ou la limite de détection de micro-résonateurs seuls sont définis et optimisés. Puis, l'intérêt de transducteurs à base de deux micro-résonateurs cascades ou insérés dans une structure interférométrique de type Mach-Zehnder permettant d'utiliser l'effet Vernier est mis en avant. Un algorithme permettant d'optimiser la conception des transducteurs à effet Vernier est mis en place. Son efficacité est démontrée par

la fabrication d'un transducteur à effet Vernier en matériaux polymères qui possède des performances dans l'état de l'art. Ensuite, des transducteurs en matériau silicium poreux sont étudiés. Ce matériau poreux permet d'augmenter la sensibilité du capteur en facilitant le greffage des analytes dans la structure. Les guides en silicium poreux pour la réalisation de micro-résonateurs simples sont optimisés théoriquement. L'avantage de l'utilisation conjointe de guides en polymères et en silicium poreux couplés sur la même puce intégrée, qui permet à la fois de réduire les pertes de propagation optique et d'augmenter la sensibilité du transducteur, ainsi qualifié d'hybride, est détaillé dans ce manuscrit. Les performances en sensibilité et limite de détection de transducteurs à effet Vernier hybride fabriqués à l'aide de guides en silicium poreux et en polymères sont étudiées théoriquement afin de prédire les performances de ces dispositifs. Enfin la mise en œuvre et les premiers essais de fabrication de transducteurs hybrides avec des guides en polymères et en silicium poreux sont détaillés.

Title : Development of integrated optical biosensors

Keywords : microresonators, biosensors, integrated optics, porous silicon, polymers, Vernier effect.

Abstract: The development of biosensors for the detection of extremely low concentration analytes is an economic and societal challenge. It ensures the needs to detect analytes in the economic fields of healthcare, defense and environment. Integrated optical sensors have several advantages to address these challenges. In this thesis, near infrared integrated biosensors for detection of low concentration molecules in biological samples are developed. They are based on two integrated micro-resonators transducers. Firstly, performances criteria such as sensitivity and limit of detection are defined and optimized for single micro-resonator biosensors. The advantage of micro-resonator transducers based on the Vernier effect are presented. To do so, a flowchart is developed in order to optimize the design of Vernier effect integrated transducers based on cascaded micro-resonators or micro-resonators positioned in a Mach-Zehnder interferometric structure. The efficiency of the design procedure is tested by the fabrication of a polymer transducer based on the Vernier effect with state of the art performances.

Then, transducers based on porous silicon material are studied. This porous material eases the penetration and the grafting of the analytes in the sensor. Porous silicon waveguides are theoretically optimized for the fabrication of single micro-resonators. The interest of the implementation of polymer and porous silicon waveguides coupled on the same integrated chip, in order to reduce optical propagation losses and to increase sensor sensitivity, is demonstrated. The performances in sensitivity and limit of detection of hybrid porous silicon and polymer waveguides Vernier effect transducers are theoretically studied in order to estimate the performances of these integrated biosensors. Eventually, the design and the first fabrication trials of hybrid porous silicon and polymer waveguides transducers are presented.
