



HAL
open science

Circuits photoniques intégrés hybrides à base de silicium poreux et de polymères pour des applications de biocapteurs

Fabien Cassio

► **To cite this version:**

Fabien Cassio. Circuits photoniques intégrés hybrides à base de silicium poreux et de polymères pour des applications de biocapteurs. Optique [physics.optics]. Université de Rennes, 2021. Français. NNT : 2021REN1S110 . tel-03593476v2

HAL Id: tel-03593476

<https://hal.science/tel-03593476v2>

Submitted on 2 Jun 2022

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

ECOLE DOCTORALE N° 596

Matière, Molécules, Matériaux

Spécialité : Photonique

Par

Fabien CASSIO

Circuits photoniques intégrés hybrides à base de silicium poreux et de polymères pour des applications de biocapteurs

Thèse présentée et soutenue à Lannion, le 16 décembre 2021

Unité de recherche : UMR 6082-Institut FOTON

Rapporteurs avant soutenance :

Maria-Pilar Bernal Directeur de recherche, UMR 6174-Institut FEMTO-ST, Université de Franche-Comté
Alain Morand Maître de conférences HDR, UMR 5130-IMEP-LAHC, Université de Grenoble

Composition du Jury :

Président : Vincent Thomy Professeur, UMR 8520-IEMN, Université de Lille
Examineurs : Alain Morand Maître de conférences HDR, UMR 5130-IMEP-LAHC, Université de Grenoble
 Frédérique Cunin Directeur de recherche, UMR 5253-ICGM, Université de Montpellier
Dir. de thèse : Mohammed Guendouz Maître de conférences HDR, UMR 6082-Institut FOTON, Université de Rennes 1

Invité(s)

Nathalie Lorrain Co-encadrant / Maître de conférences, UMR 6082-Institut FOTON, Université de Rennes 1
Luiz Poffo Co-encadrant / Maître de conférences HDR, UMR 6082-Institut FOTON, Université de Rennes 1

REMERCIEMENTS

Ces trois années de thèse m'ont permis de vivre une expérience inoubliable qui s'est soldée par l'obtention du grade de docteur en photonique. Sans l'encadrement et le soutien que j'ai reçu au cours de mes travaux, ce mémoire aurait pu être tout autre. Ces remerciements sont pour tous ceux qui ont participé à la réussite de cette épreuve.

Je remercie Monsieur Pascal Besnard, directeur de l'UMR 6082-Institut FOTON, de m'avoir accueilli au sein du laboratoire. Je remercie également Madame Monique Thual, directrice de l'équipe Système Photonique, ainsi que Monsieur Joël Charrier, directeur du groupe Optique Guidée et Capteurs, pour m'avoir intégré au sein respectivement de cette équipe et de ce groupe de l'institut FOTON.

Je remercie Monsieur Vincent Thomy de m'avoir fait l'honneur à la fois d'examiner mes travaux de thèse et d'avoir présidé mon jury de soutenance. Je remercie également Madame Maria-Pilar Bernal et Monsieur Alain Morand pour avoir accepté de rapporter ce manuscrit de thèse. Mes remerciements vont enfin à Madame Frédérique Cunin pour avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse. Je remercie l'ensemble des membres du jury pour les discussions enrichissantes suite à ma soutenance.

Cette thèse n'aurait pu être amenée au bout sans l'encadrement de mes directeurs de thèse : Monsieur Mohammed Guendouz, Madame Nathalie Lorrain et Monsieur Luiz Poffo. Je remercie ce trio d'avoir partagé avec moi leurs savoir-faire scientifiques et techniques tout au long de ces années de thèse. Je tiens également à les remercier pour leur confiance, leur disponibilité notamment dans les derniers instants de rédaction et de préparation de la soutenance.

Mes remerciements vont également à Madame Parasteh Pirasteh et à Monsieur Jonathan Lemaitre pour m'avoir formé à l'utilisation des machines disponibles dans les salles blanches de la plateforme CCLO. Grâce à cette formation, j'ai pu réaliser en autonomie de nombreux micro-résonateurs. Je les remercie pour m'avoir laissé utiliser ces nombreuses machines au combien sensibles et chères. Je remercie également Madame Monique Thual pour m'avoir formé à la méthode de fabrication de fibres micro-lentillées.

J'ai eu la chance de pouvoir enseigner au département Mesures Physiques de l'IUT de Lannion. Je tiens par conséquent à remercier tout le personnel pour m'avoir accueilli au sein de cet établissement. Cette expérience a été pour moi un véritable plaisir et je remercie le corps enseignant des modules de m'avoir donné leur confiance pour encadrer des classes d'étudiants.

Je souhaite également remercier tous les membres de l'institut FOTON ainsi que les doctorants.

En premier lieu, je remercie Mesdames Angélique Lepennec, Carole Perrot et Chloé Deschamps pour avoir facilité le déroulement de ma thèse.

Je remercie tout particulièrement Madame Christelle Velly pour avoir été à l'écoute et d'un grand réconfort pendant les moments de doutes au cours de ces trois années de thèse.

Un grand remerciement à tous les doctorants que j'ai pu rencontrer. Que l'on me pardonne pour cette liste non-exhaustive : Chaimae El Fakir, Erwan Weckenmann, Maroun Hjeij, Maxime Duris, Sofiane Meziani et Valentine Gaudillat. Un grand clin d'œil aux membres du « couloir des doctorants » ainsi qu'aux groupes des pauses-café qui ont toujours été une très bonne bouffée d'air frais nécessaire pour reprendre le travail de manière optimale.

Je remercie aussi mes amis, qu'ils soient de Bretagne ou non, pour leur soutien à toute épreuve : Alexis Verschelde, Benoît Fournier, Clément Caresmel, Corentin Lavaud, Emmanuel Doumard, Erwan Colin, Jules Courjault, Marie-Anne Lacroix, Marine Chessa, Marine Février, Romain Mercier et Stella-Maria Profizi.

Un immense merci à ma famille qui malgré la distance m'a soutenue dans chacun de mes choix.

À ma compagne, Constance Thierry, à mes petits fauves, Hadès et Calypso, et enfin à mon petit loup, Tensoon, sans qui je ne serais certainement pas arrivé au bout de cette épreuve.

Introduction		1
1 État de l'art		5
1.1 Description d'un capteur		6
1.2 Description d'un biocapteur à base de transducteur optique		7
1.2.1 Définition d'un transducteur optique		7
1.2.2 Définition d'un biomarqueur		8
1.2.3 Définition d'un biorécepteur		8
1.2.4 Détection de biomarqueurs		8
1.2.4.1 Détection homogène		9
1.2.4.2 Détection surfacique sans et avec marquage		9
1.3 Performances d'un capteur		9
1.4 État de l'art sur les biocapteurs à base de transducteur optique dans le proche infrarouge		10
1.4.1 Les transducteurs optiques non-intégrés		11
1.4.1.1 La résonance plasmonique de surface		11
1.4.1.2 La diffusion Raman exaltée par effet de surface		13
1.4.1.3 Les microsphères		14
1.4.2 Les transducteurs optiques intégrés		15
1.4.2.1 Les interféromètres de Young		16
1.4.2.2 Les interféromètres de Mach-Zehnder		17
1.4.2.3 Les structures résonantes à base de cristaux photoniques		18
1.4.2.4 Les structures résonantes circulaires		19
1.4.2.4.1 Les microdisques		21
1.4.2.4.2 Les micro-résonateurs		22
1.4.3 La mise en cascade de plusieurs transducteurs optiques intégrés		23
1.4.4 Résumé de l'état de l'art		25
1.4.5 Vers un capteur hybride à base de silicium poreux et de polymères		26
1.5 Conclusion et objectifs de la thèse		26
2 Principes physiques de propagation guidée et application aux micro-résonateurs		29
2.1 Propagation de la lumière		30

2.1.1	Résolution des équations de propagation	30
2.1.1.1	Les équations de Maxwell	30
2.1.1.2	L'équation d'onde	31
2.1.2	La propagation dans des guides d'onde	32
2.1.2.1	Les configurations des guides d'onde	32
2.1.2.2	Le phénomène de réflexion totale interne	32
2.1.2.3	La notion d'indice effectif	34
2.1.3	Généralisation des équations de propagation	36
2.1.4	Le confinement de la lumière dans des guides d'onde bidimensionnels	38
2.1.4.1	La méthode de l'indice effectif	39
2.1.4.2	Détermination des zones monomodes à l'aide de modèles numériques	41
2.2	Couplage entre deux guides d'onde	42
2.2.1	Couplage bout à bout	42
2.2.2	Couplage par <i>tapers</i>	44
2.2.3	Couplage par ondes évanescentes	46
2.2.3.1	Les ondes évanescentes	46
2.2.3.2	La méthode de Marcatili	47
2.2.3.2.1	Description pour un guide monomode	47
2.2.3.2.2	Détermination du taux de couplage entre deux guides d'onde	49
2.3	Pertes optiques dans les guides d'onde	52
2.3.1	Les pertes de diffusion	53
2.3.2	Les pertes d'absorption	54
2.3.3	Les pertes par courbure	55
2.4	Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur	56
2.4.1	Fonction de transfert d'un micro-résonateur	56
2.4.2	Caractéristiques d'intérêt d'un micro-résonateur	59
2.4.2.1	L'intervalle spectral libre	59
2.4.2.2	La largeur à mi-hauteur	60
2.4.2.3	Le facteur de qualité	60
2.4.2.4	La finesse	60
2.4.2.5	Le contraste	60
2.5	Principe de détection d'un biocapteur à base de micro-résonateur	61
2.5.1	Analyse du décalage de la longueur d'onde de résonance d'un micro- résonateur	61
2.5.2	Différents types de détection	62
2.5.3	Optimisation des performances des biocapteurs à base de micro- résonateurs	64
2.5.3.1	La plage de mesure	64
2.5.3.2	La sensibilité	64
2.5.3.3	La limite de détection	65
2.6	Conclusion	65

3	Élaboration de multicouches de silicium poreux pour la fabrication de micro-résonateurs	67
3.1	Présentation du silicium poreux	68
3.1.1	Anodisation électrochimique	68
3.1.2	Réaction chimique de fabrication du silicium poreux	69
3.1.3	Passivation et oxydation du silicium poreux	70
3.1.4	Contrôle de l'indice de réfraction du silicium poreux	71
3.2	Réalisation et caractérisation de couches poreuses	72
3.2.1	Conditions d'anodisation	72
3.2.2	Traitement de passivation	73
3.2.3	Caractérisations de couches poreuses	74
3.2.3.1	Détermination de l'indice de réfraction d'une couche poreuse par réflectométrie	74
3.2.3.2	Influence de la passivation sur une couche de silicium poreux	76
3.2.3.3	Influence des couches poreuses déjà formées sur la formation de nouvelles couches de silicium poreux	77
3.3	Procédé de fabrication de micro-résonateurs en quadricouche poreuse	80
3.3.1	Choix des indices de réfraction des couches poreuses	80
3.3.2	Choix des dimensions du guide d'onde pour une propagation monomodale	82
3.3.3	Réalisation technologique en salle blanche	86
3.3.3.1	Dépôt de silice par pulvérisation cathodique	87
3.3.3.2	Dépôt de matériaux par <i>spin coating</i>	88
3.3.3.3	Photolithographie	89
3.3.3.4	Gravure ionique réactive	90
3.4	Caractérisation de guides d'onde ridges en quadricouches poreuses	91
3.4.1	Caractérisation physique par microscopie électronique à balayage	92
3.4.2	Caractérisation optique de guides d'onde ridges rectilignes en quadricouches poreuses	93
3.4.2.1	Présentation du banc optique	93
3.4.2.2	Propagation monomodale et taille de mode	94
3.4.2.3	Mesure des pertes optiques de propagation des guides d'onde	95
3.4.2.3.1	Technique par <i>cut back</i>	95
3.4.2.3.2	Estimation des pertes de propagation en fonction de la polarisation	96
3.4.3	Caractérisation optique de micro-résonateurs en quadricouches poreuses	98
3.4.3.1	Estimation théorique des caractéristiques d'intérêt de la fonction de transfert d'un micro-résonateur	99
3.4.3.1.1	Indice effectif et indice de groupe	99
3.4.3.1.2	Coefficient de couplage	100
3.4.3.1.3	Intervalle spectral libre	100
3.4.3.1.4	Largeur à mi-hauteur	100
3.4.3.1.5	Facteur de qualité	101
3.4.3.1.6	Finesse	101
3.4.3.1.7	Contraste	101

3.4.3.2	Ajustement de la fonction de transfert des micro-résonateurs	102
3.5	Conclusion	104
4	Applications biocapteurs des micro-résonateurs en silicium poreux	107
4.1	Procédé de biofonctionnalisation de couches en silicium poreux	109
4.1.1	Passivation	110
4.1.2	Silanisation	110
4.1.3	Immobilisation	110
4.2	Étude de la biofonctionnalisation sur une couche de silicium poreux	111
4.2.1	Étude de la silanisation d'APTES sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux	112
4.2.1.1	Effet de la passivation d'une couche de silicium poreux sur la silanisation d'APTES	112
4.2.1.2	Mise en évidence de la présence d'APTES sur la surface interne du silicium poreux après silanisation	113
4.2.1.3	Estimation de la fraction volumique d'APTES déposée lors de la silanisation d'une couche de silicium poreux	113
4.2.2	Étude de l'immobilisation de la BSA sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux passivée et silanisée	115
4.2.2.1	Mise en évidence de la présence de BSA sur la surface interne du silicium poreux après immobilisation	116
4.2.2.2	Estimation de la fraction volumique de BSA greffée sur une couche de silicium poreux	116
4.2.3	Résumé des résultats de l'étude de la silanisation et de l'immobili- sation	118
4.3	Évaluation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro- résonateurs en silicium poreux fonctionnalisés pour l'immobilisation de la BSA	119
4.3.1	Estimation de la concentration limite maximale de BSA en solution en fonction des caractéristiques d'intérêt des micro-résonateurs	119
4.3.2	Estimation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux pour la détection de BSA	121
4.4	Fabrication de biocapteurs optiques à base de micro-résonateurs en silicium poreux et estimation des performances expérimentales	124
4.4.1	Caractérisation physique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation	124
4.4.2	Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation	125
4.4.3	Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés et silanisés après immobilisation	127
4.4.4	Estimation des performances des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux appliqués à la détection sur- facique de BSA	128
4.5	Conclusion	133

5	Fabrication de micro-résonateurs hybrides à base de silicium poreux et de polymères	135
5.1	Simulation de propagation	136
5.1.1	Tolérance sur la différence entre les indices de réfraction du polymère et du silicium poreux	137
5.1.2	Tolérance sur les différents types de désalignement	138
5.1.2.1	Désalignement transversal	139
5.1.2.2	Désalignement angulaire	140
5.2	Procédé de fabrication de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères	142
5.3	Caractérisations de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères	145
5.4	Conclusion	147
	Conclusion générale et perspectives	149
	Annexes	153

TABLE DES FIGURES

1.1	Chaîne de mesure d'un capteur.	6
1.2	Chaîne de mesure d'un biocapteur optique, avec des biomarqueurs comme mesurandes.	7
1.3	Différentes méthodes de détection des biomarqueurs : a) Détection homogène ; b) Détection surfacique sans marquage ; c) Détection surfacique avec marquage.	9
1.4	Extraction des paramètres de performance d'un capteur : a) Exemple d'une courbe de calibration d'un capteur ; b) Estimation de l'incertitude sur la grandeur mesurée.	10
1.5	Visualisation de la différence entre les matériaux massifs et poreux en terme de biodétection : a) Détection surfacique à l'aide d'un matériau massif ; b) Détection surfacique à l'aide d'un matériau poreux.	11
1.6	Schéma du principe de la résonance plasmonique de surface pour une détection surfacique de biomarqueurs spécifiques. Dans le cas d'une détection homogène, les biorécepteurs ne sont pas présents et les biomarqueurs sont en solution dans le milieu de détection.	12
1.7	Schéma du principe de la diffusion Raman exaltée par effet de surface : a) Technique Raman ; b) Technique SERS.	13
1.8	Illustration d'une microsphère.	15
1.9	Schéma du principe de l'interféromètre de Young.	16
1.10	Schéma du principe de l'interféromètre de Mach-Zehnder.	17
1.11	Schéma d'un capteur à base de cristaux photoniques.	19
1.12	Type de modes de propagation en fonction de la forme de la structure résonante : a) Modes de galerie dans un microdisque ; b) Modes guidés dans un micro-résonateur en anneau.	20
1.13	Visualisation du principe des transducteurs à base de structures résonnantes (micro-résonateur en hippodrome).	20
1.14	Illustration d'un microdisque : a) Microdisque plat ; b) Microdisque monté sur un piédestal.	21
1.15	Illustration d'un micro-résonateur : a) En anneau ; b) En hippodrome.	22
1.16	Exemple de configurations de mise en cascade de plusieurs transducteurs intégrés : a) Micro-résonateurs cascades ; b) Micro-résonateurs dans un interféromètre de Mach-Zehnder.	23

1.17	Représentation de l'exploitation de l'effet Vernier dans le cadre de micro-résonateurs cascades.	24
1.18	Représentation d'un biocapteur hybride à base de silicium poreux et de polymères exploitant l'effet Vernier dans le cadre de micro-résonateurs cascades.	26
2.1	Différentes configurations de guides d'onde : a) Guide unidimensionnel (plan); b) Guide bidimensionnel (ridge). Les indices n_{sp} , n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de superstrat, de cœur et de gaine.	32
2.2	Observation des différents phénomènes de réfraction et de réflexion à l'interface de deux matériaux, d'indices de réfraction n_1 et n_2 avec $n_1 > n_2$, en fonction de l'angle d'incidence du faisceau lumineux θ_i : a) $\theta_i < \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfracté avec un angle $\theta_r < \frac{\pi}{2}$; b) $\theta_i = \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfracté avec un angle $\theta_r = \frac{\pi}{2}$; c) $\theta_i > \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfléchi par l'interface des matériaux.	33
2.3	Observation des différents phénomènes de réfraction et de réflexion dans le cas d'un guide plan constitué d'un superstrat, d'indice de réfraction n_{sp} , d'un cœur, de hauteur h et d'indice de réfraction n_c , et d'une gaine, d'indice de réfraction n_{cf} , avec $n_c > n_{sp}$ et $n_c > n_{cf}$, en fonction de l'angle d'incidence du faisceau lumineux : a) $\theta_{icf} < \theta_{cr_{cf}}$; b) $\theta_{icf} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{isp} < \theta_{cr_{sp}}$; c) $\theta_{icf} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{isp} > \theta_{cr_{sp}}$	34
2.4	Condition sur la phase permettant la propagation de la lumière dans un guide plan constitué d'un superstrat, d'indice de réfraction n_{sp} , d'un cœur, de hauteur h et d'indice de réfraction n_c , et d'une gaine, d'indice de réfraction n_{cf} , avec $n_c > n_{sp}$ et $n_c > n_{cf}$: a) Interférences destructives; b) Interférences constructives.	35
2.5	Modes de polarisation TE et TM confinés dans un guide unidimensionnel.	37
2.6	Différentes configurations de guides d'onde bidimensionnels : a) Guide ridge; b) Guide enterré; c) Guide rib. Les indices n_{sp} , n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de superstrat, de cœur et de confinement.	38
2.7	Schématisation des étapes de la méthode de l'indice effectif pour un guide ridge de hauteur h et de largeur l : a) Guide ridge divisé en deux structures unidimensionnelles exploitables; b) Étape 1 : Détermination de l'indice effectif $n_{eff_{m_x}}$ du guide d'onde unidimensionnel 1; c) Étape 2 : Détermination de l'indice effectif n_{eff_m} du guide d'onde unidimensionnel 2, où la largeur l devient la hauteur du cœur et $n_{eff_{m_x}}$ son indice de réfraction.	40
2.8	a) Représentation schématiques des profils des modes TE 00, 01 et 10; b) Illustration des zones de propagation modale à $1,55 \mu\text{m}$ de longueur d'onde de travail après le calcul numérique de l'indice effectif d'un guide d'onde bidimensionnel. Dans cet exemple, pour les modes de propagation TE 00, 01 et 10, $n_{sp} = 1$, $n_c = 1,57$ et $n_{cf} = 1,41$. Le couple $\{h; l\}$ du cœur varie quant à lui de 0 à $5 \mu\text{m}$. La zone bleue représente l'ensemble des dimensions du cœur qui permet la propagation du mode fondamental seul. La zone rouge représente l'ensemble des dimensions du cœur où des modes supplémentaires peuvent également se propager.	41
2.9	Différents types de désalignement : a) Cas idéal; b) Désalignement longitudinal; c) Désalignement latéral; d) Désalignement angulaire.	42

2.10	Couplage entre deux faisceaux gaussiens, de waist respectif w_0 et w_1 , défo- calisés car espacés d'une distance longitudinale ζ . Le désalignement latéral est d'une distance ϵ . L'axe du second faisceau gaussien est incliné par rap- port au premier d'un angle θ	43
2.11	Schéma d'un taper linéaire avec un angle de déviation θ	45
2.12	Schématisation des étapes de la méthode de l'indice effectif pour un taper linéaire avec un angle de déviation θ , de hauteur h et de largeur l : a) Guide ridge divisé en deux structures unidimensionnelles exploitables ; b) Étape 1 : Détermination de l'indice effectif $n_{eff_{m_x}}$ du guide d'onde unidi- mensionnel 1 ; c) Étape 2 : Détermination de l'indice effectif n_{eff_m} du guide d'onde unidimensionnel 2, où la largeur $l(z)$ devient la hauteur du cœur et $n_{eff_{m_x}}(y,z)$ son indice de réfraction.	45
2.13	Visualisation de l'échange d'énergie entre deux guides d'onde lors d'un couplage par ondes évanescentes.	46
2.14	Mise en évidence d'ondes évanescentes lors de la propagation d'un faisceau gaussien.	47
2.15	Modèle utilisé pour appliquer la méthode de Marcatili.	47
2.16	Représentation du couplage entre deux guides d'onde par recouvrement d'ondes évanescentes.	50
2.17	Représentation du couplage entre deux guides d'onde lorsque l'un des guides d'onde présente une courbure.	52
2.18	Observation des différentes pertes de diffusion : a) Pertes de diffusion en volume ; b) Pertes de diffusion surfacique.	54
2.19	Théorie des bandes : modélisation des niveaux d'énergie d'une particule, comme un électron, représentés sous la forme de bandes.	55
2.20	Observation des pertes par courbure lors de la courbure d'un guide d'onde.	56
2.21	Schématisation du fonctionnement d'un MR.	57
2.22	Transmission d'un MR avec des paramètres quelconques afin d'isoler les caractéristiques d'intérêt d'un MR.	59
2.23	Analyse du décalage d'une longueur d'onde de résonance d'un MR : a) Étude de la variation d'une longueur d'onde de résonance d'ordre p $\Delta\lambda_{res,p}$; b) Étude de la variation en intensité ΔI à une longueur d'onde fixe.	62
2.24	Différents types de détection dans le domaine de la biodétection optique à l'aide de guides d'onde : a) La détection homogène ; b) La détection surfacique.	63
2.25	Utilisation d'un matériau poreux pour les mêmes types de détection, tou- jours à l'aide de guides d'onde : a) La détection homogène ; b) La détection surfacique.	63
3.1	Observation MEB d'une couche de SiP réalisée à partir d'un substrat de silicium dopé P+ et d'orientation cristalline (100) : a) Vue en tranche d'une couche de SiP présentant des pores colonnaires ; b) Vue en surface d'une couche de SiP.	69

3.2	Étapes de réaction chimique lors de la formation de SiP : a) Remplacement des atomes d'hydrogène par les ions fluorures ; b) Émission de dihydrogène lors de l'attaque des liaisons Si-H en surface du substrat ; c) Formation d'ion hexafluorosilicate lors de l'attaque des liaisons Si-Si du substrat de silicium.	70
3.3	Schématisation de la cellule électrolytique.	72
3.4	Profil d'épaisseur d'une couche de SiP pour une ouverture de surface de $3,54 \text{ cm}^2$, avec une cathode en platine positionnée au dessus, à 1 cm du substrat de silicium. Les épaisseurs sont obtenues par observation MEB de la tranche d'une couche de SiP	73
3.5	Cycle thermique pour la passivation du SiP.	74
3.6	Principe de la spectrométrie en incidence normale sur une couche de SiP.	74
3.7	Exemple de détermination de la porosité d'une monocouche de SiP : a) Image MEB d'une couche de SiP de $4,75 \mu\text{m}$; b) Ajustement du spectre de réflectance théorique sur l'expérimental sur la gamme spectrale s'étendant de $1,0 \mu\text{m}$ à $2,0 \mu\text{m}$	76
3.8	Courbe de dispersion d'indice de réfraction de la monocouche précédente sur la gamme spectrale s'étendant de $1,54 \mu\text{m}$ à $1,56 \mu\text{m}$	76
3.9	Comparaison entre les spectres de réflectance sur une gamme spectrale s'étendant de $1,0 \mu\text{m}$ à $2,0 \mu\text{m}$ d'une monocouche de SiP avant et après passivation. La superposition des spectres indique que les porosités de ses couches sont quasiment similaires.	77
3.10	Étude sur la vitesse d'anodisation (a)) et la porosité (b)) de trois différentes structures en SiP en fonction de la densité de courant J appliquée : cas A : monocouches réalisées en appliquant une densité de courant comprise entre 50 et 110 mA/cm^2 ($J = 110 \text{ mA/cm}^2$: électropolissage), cas B : bicouches réalisées en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant J_2 comprise entre 50 et 110 mA/cm^2 . Une gravure est réalisée pour retirer la couche barrière, cas C : quadricouches réalisées en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière), $J_2 = 85 \text{ mA/cm}^2$ (couche guidante), $J_3 = J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant J_4 comprise entre 110 et 115 mA/cm^2 . Une gravure est réalisée pour retirer les trois premières couches poreuses.	78
3.11	Observation par MEB de la tranche de couches de SiP : a) Monocouche en SiP réalisée en appliquant une densité de courant de 110 mA/cm^2 ; b) Bicouche en SiP réalisée successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant $J_2 = 110 \text{ mA/cm}^2$. Une gravure est réalisée pour retirer la couche barrière ; c) Quadricouche en SiP en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière), $J_2 = 85 \text{ mA/cm}^2$ (couche guidante), $J_3 = J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant $J_4 = 110 \text{ mA/cm}^2$. Une gravure est réalisée pour retirer les trois premières couches poreuses.	79
3.12	Fabrication de MR en SiP : a) quadricouche poreuse ; b) MR réalisé par photolithographie et à partir d'une quadricouche poreuse.	80

3.13	Étude sur l'indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$ de la couche inférieure de bicouches en SiP après gravure de la couche supérieure, en fonction de la densité de courant J appliquée.	82
3.14	Détermination de la zone de propagation monomodale à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$ après le calcul numérique de l'indice effectif d'un guide d'onde bidimensionnel, pour les modes de polarisation TE 00, 01 et 10 (a), et TM 00, 01 et 10 (b). Les indices de réfraction du superstrat n_{sp} , du cœur n_c et de la gaine n_{cf} sont respectivement de 1, 1,57 et 1,41. Le couple $\{h; l\}$ varie quand à lui de 0 à $5 \mu\text{m}$	83
3.15	Évolution du nombre de modes de propagation dans le cœur de la structure quadricouche en fonction de l'épaisseur de la couche barrière intermédiaire à la fois pour les modes polarisés TE et TM.	84
3.16	Calcul numérique des indices effectifs des modes polarisés TE et TM pour deux structures différentes : a) Guide d'onde ridge classique sans couche barrière ; b) Guide d'onde ridge avec une couche barrière supérieure et une couche barrière intermédiaire.	85
3.17	Détermination de l'indice de groupe en fonction de la structure étudiée : a) Évolution de l'indice effectif de la structure en fonction de la longueur d'onde pour le mode polarisé TE ; b) Évolution de l'indice effectif de la structure en fonction de la longueur d'onde pour le mode polarisé TM.	86
3.18	Étapes de fabrication pour la réalisation d'un MR en quadricouche poreuses.	87
3.19	Principe de dépôt de silice par PECVD.	88
3.20	Représentation de la technique de <i>spin coating</i> : a) Dépôt du matériau liquide ; b) Mise en rotation de la surface de dépôt pour étalement ; c) Évaporation du solvant.	89
3.21	Représentation de la photolithographie dans le cas de l'utilisation d'une résine positive : a) Insolation de la résine photosensible au travers des motifs en chrome du masque ; b) Révélation des motifs cachés par les motifs opaques du masque.	90
3.22	Images MEB d'un MR en quadricouche poreuse : a) Vue de dessus pour contrôler les paramètres de l'hippodrome du MR ; b) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d'onde et le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne ; c) Vue sur la tranche pour contrôler les dimensions des couches de la structure ; d) Zoom sur la couche barrière intermédiaire pour contrôler son épaisseur.	92
3.23	Banc optique utilisé pour différentes caractérisations : a) Configuration pour l'étalonnage de la polarisation ; b) Configuration pour la visualisation du mode de propagation et l'estimation de sa taille ; c) Configuration pour la détermination des pertes de propagation et de la transmission spectrale.	93
3.24	Détermination graphique du diamètre de mode de propagation : a) Visualisation du mode de propagation à la sortie du guide d'onde ; b) Profil horizontal du mode de propagation à la sortie du guide d'onde ; c) Profil vertical du mode de propagation à la sortie du guide d'onde.	94
3.25	Schéma du principe de la mesure des pertes optiques par <i>cut back</i>	95
3.26	Représentation de guides d'onde de différentes longueurs avec des courbures disponibles sur le masque de photolithographie.	96

3.27	Évolution de la puissance en sortie en fonction de la différence de longueur des guides d'onde en S, pour trois configurations étudiées : TM, 50 % TM et 50 % TE et TE.	96
3.28	Évolution de la puissance en sortie en fonction de la longueur des guides d'onde ridges rectilignes, pour trois configurations étudiées : TM, 50 % TM et 50 % TE et TE.	97
3.29	Représentation du MR réalisé à partir d'une quadricouche poreuse. Les dimensions ont été obtenues par caractérisations physiques par MEB. . . .	98
3.30	Évolution de l'indice effectif de la structure expérimentale en fonction de la longueur d'onde, pour le mode polarisé TM.	99
3.31	Évolution du coefficient de couplage κ^2 pour le mode de polarisation TM en fonction du gap séparant le guide d'accès et la cavité résonante d'un MR.	100
3.32	Évolution du contraste en fonction du coefficient de couplage pour deux valeurs de pertes optiques : 10 dB/cm et 20 dB/cm. Les couplages critiques ont été estimés numériquement à 16 % et 28 % respectivement.	102
3.33	Fonction de transfert normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale du MR en SiP, pour le mode de polarisation TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1548 à 1554 nm.	103
4.1	Étapes de biofonctionnalisation de surface inorganique : a) Passivation du SiP ; b) Silanisation par de l'APTES ; c) Immobilisation de la BSA.	109
4.2	Schématisation d'une couche de SiP passivée après biofonctionnalisation : a) Silanisation d'APTES ; b) Immobilisation de la BSA.	111
4.3	Spectre de réflectance sur une gamme spectrale s'étendant de 1,0 μm à 2,0 μm d'une couche de SiP de 1,50 μm d'épaisseur et de porosité environ égale à 71 %, avant et après silanisation : a) Couche de SiP non-passivée ; b) Couche de SiP passivée.	112
4.4	Spectre FTIR de transmittance après silanisation d'APTES du SiP dans la gamme de nombre d'onde allant de 1 300 cm^{-1} à 1 900 cm^{-1}	113
4.5	Détermination du diamètre moyen des pores d'une couche de SiP : a) Image MEB de la surface d'une couche de SiP ; b) Distribution du diamètre des pores.	115
4.6	Spectre FTIR de transmittance après immobilisation de la BSA dans la gamme de nombre d'onde allant de 1 300 cm^{-1} à 1 900 cm^{-1}	116
4.7	Étude de la variation de l'indice de réfraction des couches de SiP passivées et silanisées Δn_{BSA} en fonction de la concentration de BSA C_{BSA} en solution lors de l'étape d'immobilisation.	118
4.8	Fonction de transfert théorique d'un MR en SiP passivé et silanisé dont les paramètres sont similaires à ceux du Chapitre 3, à l'exception de l'indice effectif qui a varié en raison de la silanisation.	120
4.9	Étude de la variation de l'indice effectif Δn_{effBSA} des MR en fonction de la concentration de BSA C_{BSA} en solution lors de l'étape d'immobilisation. . .	121
4.10	Détermination de la sensibilité théorique des biocapteurs à base de MR en SiP : a) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la concentration de BSA en solution ; b) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la variation de l'indice effectif.	122

4.11	Détermination de la sensibilité surfacique théorique des biocapteurs à base de MR en SiP.	123
4.12	Images MEB d'un MR en SiP passivé et silanisé : a) Vue de dessus pour contrôler les paramètres de l'hippodrome du MR ; b) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d'onde et le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne ; c) Vue sur la tranche pour contrôler les dimensions des couches de la structure.	125
4.13	Fonction de transfert normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale d'un MR en SiP passivé et silanisé par de l'APTES, pour le mode de polarisation TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1550 à 1554 nm.	126
4.14	Transmission spectrale normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale d'un MR en SiP biofonctionnalisé, pour le mode polarisé TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1550 à 1554 nm, pour une concentration de 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de BSA en solution.	128
4.15	Étude de la répétabilité de repositionnement sur les transmissions spectrales extrêmes d'un MR en SiP : a) Transmission spectrale sur une plage de longueur d'onde allant de 1540 nm à 1560 nm ; b) Zoom sur le pic de résonance autour de 1550,5 nm pour estimer l'incertitude sur la mesure.	129
4.16	Transmission spectrale d'un MR en SiP biofonctionnalisé, pour le mode polarisé TM et sur une plage de longueur d'onde allant de 1550 nm à 1554 nm, pour des concentrations de 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (utilisée comme témoin) et de 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de BSA en solution.	130
4.17	Détermination de la sensibilité des biocapteurs à base de MR en SiP : a) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la concentration de BSA en solution ; b) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la variation de l'indice effectif du mode propagé dans la structure.	130
4.18	Détermination de la sensibilité surfacique des biocapteurs à base de MR en SiP.	131
5.1	Schématisation d'un MR hybride en SiP et en SU8.	136
5.2	Schématisation de guides d'onde ridge : a) Implémentation d'une structure hybride de 1 cm en SiP et en SU8 ; b) Structure en SiP de 1 cm seul.	137
5.3	Évolution des pertes occasionnées dans la structure hybride en fonction de l'indice du cœur en SiP.	138
5.4	Schématisation de la zone de recouvrement des motifs au niveau des <i>tapers</i> sur le masque de photolithographie.	139
5.5	Évolution de l'efficacité de couplage en fonction du désalignement transversal pour les structures sans et avec <i>tapers</i> : a) Sur un intervalle allant de -10 μm à 10 μm ; b) Zoom sur un intervalle allant de -0,25 μm à 0,25 μm pour analyser l'interception des courbes.	139
5.6	Évolution des pertes optiques de la structure hybride sans et avec <i>tapers</i> en fonction du désalignement transversal, sur un intervalle allant de -3 μm à 3 μm	140
5.7	Évolution de l'efficacité de couplage en fonction du désalignement angulaire pour les structures sans et avec <i>tapers</i> : a) Sur un intervalle allant de -5° à 5° ; b) Zoom sur un intervalle allant de -0,12° à 0,12° pour analyser l'interception des courbes.	141

5.8	Évolution des pertes optiques de la structure hybride sans et avec <i>tapers</i> en fonction du désalignement angulaire sur un intervalle allant de $-2,5^\circ$ à $2,5^\circ$	141
5.9	Étapes de fabrication pour la réalisation technologique de MR hybrides en SiP et en SU8.	143
5.10	Images obtenues par microscope optique de la jonction entre les guides d'onde en SiP et en SU8 après l'étape de révélation pour contrôler l'alignement des <i>tapers</i>	144
5.11	Images MEB d'un MR hybride à base de SiP et de SU8 : a) Vue de dessus de l'ensemble de la structure ; b) Zoom pour contrôler la longueur des <i>tapers</i> ; c) Zoom pour contrôler les dimensions de l'hippodrome du MR en SiP ; d) Zoom sur la jonction entre la SU8 et le SiP, au niveau d'un <i>taper</i> pour contrôler sa largeur et l'alignement entre les guides d'onde ridges ; e) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d'onde en SiP et le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne.	145
5.12	Images MEB d'un MR hybride à base de SiP et de SU8 au niveau d'un <i>taper</i> : a) Vue de profil pour identifier les matériaux ; b) Vue de la tranche pour contrôler les dimensions des différentes couches.	146
5.13	Évolution du nombre de modes de propagation dans le cœur en SU8 en fonction de sa hauteur à la fois pour les modes polarisés TE et TM.	147
A-1	Schématisation d'une couche de silicium poreux composés de pores cylindriques.	153

LISTE DES TABLEAUX

1.1	État de l'art des performances des biocapteurs SPR.	13
1.2	État de l'art des performances des biocapteurs SERS.	14
1.3	État de l'art des performances des capteurs à base de MS.	15
1.4	État de l'art des performances des biocapteurs YI.	16
1.5	État de l'art des performances des biocapteurs MZI.	18
1.6	État de l'art des performances des biocapteurs à base de CP.	19
1.7	État de l'art des performances des biocapteurs à base de MD.	22
1.8	État de l'art des performances des biocapteurs MR.	23
1.9	État de l'art des performances des biocapteurs à base de plusieurs trans- ducteurs intégrés.	25
3.1	Proportions volumiques de l'électrolyte.	72
3.2	Différents polymères disponibles à l'institut FOTON et leur indice de ré- fraction à 1,55 μm	81
3.3	Paramètres de réalisation (densité de courant J , porosité P et indice de réfraction n) des quadricouches en SiP.	82
3.4	Résultats de calculs numériques des indices effectifs pour les modes polari- sés TE et TM.	85
3.5	Paramètres utilisés pour le dépôt de silice.	88
3.6	Paramètres utilisés pour le dépôt de la résine S1805.	89
3.7	Paramètres utilisés pour l'insolation de la résine S1805.	90
3.8	Paramètres utilisés pour la gravure ICP du SiP.	91
3.9	Paramètres utilisés pour la gravure RIE de la résine S1805.	91
3.10	Comparaison entre les paramètres calculés et ajustés expérimentalement. .	104
4.1	Proportions volumiques de l'APTES pour la silanisation.	110
4.2	Résumé des résultats obtenus entre chaque étape de biofonctionnalisation. .	118
4.3	Valeurs théoriques de quantité de BSA greffée M_{BSA} en fonction de la frac- tion volumique f_{BSA} , qui est liée au décalage en indice effectif engendré Δn_{effBSA} , lui-même lié à la concentration C_{BSA}	123
4.4	Valeurs théoriques de sensibilité S , de limite de détection LD et de concen- tration maximale détectable C_{max}	124
4.5	Comparaison entre les paramètres ajustés théoriques et expérimentaux pour des MR en SiP passivés et silanisés.	127

4.6	Valeurs expérimentales des quantités de BSA greffées M_{BSA} en fonction des fractions volumiques f_{BSA} également obtenues expérimentalement pour chaque concentration C_{BSA} étudiée.	131
4.7	Valeurs expérimentales de la sensibilité et de la limite de détection des biocapteurs à base de MR pour la détection de BSA.	132
4.8	Limites de détection et concentration maximale détectable des biocapteurs à base de MR pour la détection de BSA.	132
4.9	Comparaison des performances du biocapteur optique en SiP avec l'état de l'art.	132
5.1	Résumé des valeurs de tolérance sur le désalignement transversal entre les MR en SiP et les guides d'accès en SU8 sans et avec <i>tapers</i>	140
5.2	Résumé des valeurs de tolérance sur le désalignement angulaire entre les MR en SiP et les guides d'accès en SU8 sur SiP sans et avec <i>tapers</i>	142
5.3	Paramètres utilisés pour le dépôt de SU8.	143
5.4	Paramètres utilisés pour la gravure RIE de la silice.	144

La possibilité de détecter des phénomènes physiques, chimiques ou biologiques est un enjeu majeur dans différents domaines d'application, ceci afin d'offrir une bonne qualité de vie aux habitants de notre planète. L'être humain se sert d'outils d'analyses, appelés capteurs, afin de générer une interface entre lui et ces phénomènes pour pouvoir réagir lorsque la situation l'exige, et il cherche constamment à améliorer ces performances pour parfaire son bien être ou celui d'autrui. En effet, dans le domaine de la santé par exemple, l'utilisation de capteurs pouvant détecter de plus en plus sensiblement des molécules, permettrait de diagnostiquer d'une manière de plus en plus précoce certaines maladies, afin de traiter des patients plus rapidement, augmentant ainsi leurs chances de guérison. Également, la possibilité de détecter en faible quantité des polluants dans l'air, dans l'eau ou dans la terre, préviendrait certaines catastrophes écologiques et diminuerait les contaminations d'individus soumis à des risques biologiques.

Dans une volonté de toujours en améliorer les performances, le marché mondial des capteurs a été estimé à plus de 166 milliards de dollars en 2019 et devrait atteindre plus de 345 milliards de dollars d'ici 2028, avec un taux de croissance annuel de 8,9 % [1]. Cependant, avec l'apparition de la COVID-19 en novembre 2019 à Wuhan, en Chine, et la pandémie qui a suivi de par sa propagation dans le monde, la demande de biocapteurs optiques pourrait faire croître ce marché à un taux de croissance annuel de plus de 14 % au cours de la période de 2021 à 2024 [2].

Les biocapteurs optiques se basent sur l'interaction entre la lumière et la molécule à détecter, qu'elle soit gazeuse ou en solution. De plus, la réalisation de circuits intégrés optiques permet la fabrication de nombreux capteurs optiques intégrés rendus compacts et robustes, à l'aide de procédés technologiques comme la photolithographie [3]. De nombreuses études visent à répondre au besoin d'une détection rapide de molécules cibles en faible quantité, et l'utilisation de transducteurs optiques exploitant le domaine du proche infrarouge offre des résultats plus intéressants.

Parmi ces transducteurs optiques intégrés, l'utilisation de micro-résonateurs a déjà permis d'augmenter la sensibilité des capteurs optiques en comparaison avec les systèmes interférométriques, tout en exploitant l'avantage que possède l'utilisation de l'optique intégrée en réduisant la taille des dispositifs. De plus, avec l'augmentation de la sensibilité des capteurs à base de micro-résonateurs, la quantité de molécules à prélever peut être réduite selon la situation.

La grande majorité de ces dispositifs est fabriquée à base de matériaux massifs, comme des polymères ou des semi-conducteurs. Ces derniers exploitent le phénomène d'interaction entre la partie évanescente de l'onde se propageant dans le guide d'onde avec les molécules présentes dans le milieu de détection. Le principe de détection et de quantification des molécules passe par l'analyse du décalage d'un pic de résonance, induit par la variation de l'indice effectif de la structure, elle-même induite par la présence de molécules à détecter. Il existe par ailleurs deux types de détection : la détection homogène et la détection surfacique.

Le principe de détection homogène consiste à détecter les molécules réparties dans un milieu de détection, pouvant être un liquide ou un gaz. Ce type de détection, appliqué aux micro-résonateurs, a été démontré pour la détection de molécules en faible concentration. Cependant, ce type de détection est limité par la non-possibilité d'effectuer une détection sélective, car le décalage d'un pic de résonance est dû à la présence de toutes les molécules présentes dans le milieu de détection, sans faire de distinction entre les différents individus. Pour palier à cette contrainte, des études se sont par la suite portées sur l'exploitation de la détection surfacique. En ce qui concerne ce type de détection, la surface du transducteur est fonctionnalisée par des récepteurs appropriés, qui sont capables de capter des molécules cibles et de les immobiliser par des liaisons covalentes. Ainsi, seules les molécules greffées influencent l'indice effectif des micro-résonateurs et donc provoquent le décalage des pics de résonance, rendant ainsi le capteur sélectif après rinçage de sa surface pour éliminer l'influence d'une possible détection homogène. Des études ont montré l'amélioration de la sensibilité des capteurs optiques à base de micro-résonateurs en exploitant la détection surfacique. De plus, la plupart des matériaux massifs, utilisés dans la fabrication de ces composants, peut être facilement fonctionnalisée et permet le greffage d'une grande variété de molécules cibles. Néanmoins, la détection ne se faisant plus qu'à la surface du transducteur optique, à l'aide de la partie évanescente de la lumière qui interagit avec les molécules, elle est par conséquent limitée par sa surface spécifique et donc aux dimensions des guides d'onde.

Toujours afin d'augmenter la sensibilité des capteurs, l'utilisation d'un matériau nanostructuré qu'est le silicium poreux a permis la détection de molécules dans le cœur des guides d'onde de par l'interaction directe avec le signal optique qui s'y propage, et non plus avec son onde évanescente comme c'est le cas avec les matériaux massifs. Ainsi, il a été possible d'exploiter une plus grande surface spécifique grâce aux trous d'air apparaissant lors de la fabrication de ce matériau, appelés pores, permettant l'infiltration des molécules à détecter dans ces derniers, ce qui a grandement augmenté la sensibilité des capteurs optiques. D'autres intérêts ont été découverts concernant ce matériau, comme sa porosité ajustable, et donc son indice de réfraction, permettant la fabrication de structures guidantes complexes, et sa bio-compatibilité après un traitement thermique visant à stabiliser la structure. Ce dernier point a par ailleurs été exploité afin de fonctionnaliser la surface des transducteurs optiques pour l'utilisation de la détection surfacique. Cependant, il s'avère que ce type de matériau présente de fortes pertes de propagation optiques, diminuant ainsi la possibilité de détecter de très faibles quantités de molécules.

Dans un objectif de toujours améliorer les performances des capteurs optiques à base de micro-résonateurs, les travaux de cette thèse portent sur la réalisation d'une structure hybride à base de silicium poreux et de polymères, ceci afin de profiter des avantages

respectifs de ces deux matériaux tout en espérant repousser leurs limites respectives dans le domaine de la détection de molécules cibles. Une comparaison en terme de performances dans le domaine de la biodétection est également effectuée avec des micro-résonateurs en silicium poreux seuls.

Ce mémoire est structuré en cinq chapitres pour finir par une conclusion et une perspective sur le travail accompli. En ce qui concerne les chapitres :

- Le premier chapitre porte sur la définition des capteurs dans les différents domaines dont ils trouvent leurs applications. Un intérêt tout particulier est apporté aux capteurs à base de transducteurs optiques pour la détection de molécules cibles, en séparant la détection homogène et la détection surfacique. Un état de l'art présente ensuite les performances en terme de détection des différentes configurations de telles technologies.
- Le Chapitre 2 introduit les principes fondamentaux de la physique appliquée à l'optique dans le but de permettre la propagation de la lumière dans un guide d'onde. Le principe de fonctionnement des micro-résonateurs est ensuite détaillé afin d'extraire des caractéristiques d'intérêt, qui permettent d'optimiser la réponse spectrale de la structure. Enfin, une présentation du principe de détection de molécules à l'aide de micro-résonateurs est effectuée, pour finir par la définition des paramètres de performances, ainsi que les méthodes d'optimisation dans le cas de ce type de transducteur.
- La fabrication de micro-résonateurs en silicium poreux est détaillée dans le troisième chapitre. Pour commencer, la réalisation du matériau par anodisation électrochimique est présentée, ainsi que la méthode visant à contrôler la porosité des couches, et donc leur indice de réfraction. Dans un souci d'élaborer des structures composées de couches réalisées successivement, une étude est effectuée pour déterminer l'influence qu'ont les couches poreuses entre-elles lors de leurs réalisations. Les paramètres de fabrication et les dimensions des guides d'onde sont ensuite optimisés avant de procéder à la conception de micro-résonateurs en silicium poreux. Les structures sont ensuite caractérisées physiquement et optiquement pour valider la réalisation technologique.
- La méthode de fonctionnalisation du silicium poreux pour permettre le greffage de BSA (pour *Bovin Serum Albumin*) dans une optique de détection surfacique de cette dernière est présentée dans le Chapitre 4. Les paramètres de fabrication des micro-résonateurs en silicium poreux sont optimisés et une évaluation des performances en sensibilité et en limite de détection est effectuée après caractérisations optiques des transducteurs.
- Le cinquième et dernier chapitre détaille le procédé de fabrication de micro-résonateurs hybrides à base de silicium poreux et de polymères. La simulation de la propagation optique dans une telle structure est tout d'abord effectuée afin d'isoler les tolérances à la fois sur une différence d'indice de réfraction entre les matériaux et sur les principaux désalignements pouvant apparaître entre les guides d'onde lors de leur fabrication. Les micro-résonateurs hybrides sont ensuite caractérisés physiquement et optiquement pour valider la réalisation technologique.

Sommaire

1.1	Description d'un capteur	6
1.2	Description d'un biocapteur à base de transducteur optique	7
1.2.1	Définition d'un transducteur optique	7
1.2.2	Définition d'un biomarqueur	8
1.2.3	Définition d'un biorécepteur	8
1.2.4	Détection de biomarqueurs	8
1.3	Performances d'un capteur	9
1.4	État de l'art sur les biocapteurs à base de transducteur optique dans le proche infrarouge	10
1.4.1	Les transducteurs optiques non-intégrés	11
1.4.2	Les transducteurs optiques intégrés	15
1.4.3	La mise en cascade de plusieurs transducteurs optiques intégrés	23
1.4.4	Résumé de l'état de l'art	25
1.4.5	Vers un capteur hybride à base de silicium poreux et de polymères	26
1.5	Conclusion et objectifs de la thèse	26

Le développement de capteurs continue d'augmenter pour permettre différentes applications dans plusieurs domaines, parmi lesquels font partie la défense, l'environnement ou la santé. De plus en plus, ces capteurs doivent permettre une détection rapide, directe et sans marquage, le tout en restant facile d'utilisation pour satisfaire les attentes des utilisateurs. On définit un capteur selon le phénomène qu'il est capable de détecter, qu'il soit chimique (comme le pH), biologique (comme la concentration de molécules dans une matrice biologique) ou physique, dont fait partie l'optique (comme la luminosité) par exemple.

La branche des capteurs optiques présente de nombreux avantages ainsi que de bonnes performances en terme de détection. Dans cette thèse, nous nous intéresserons aux capteurs optiques permettant la détection d'une faible concentration de molécules spécifiques. Un intérêt est apporté aux capteurs à base de transducteurs optiques intégrés, plus particulièrement aux micro-résonateurs pour leur potentiel de miniaturisation.

Ce chapitre introduit les définitions des termes spécifiques aux capteurs, plus particulièrement les capteurs optiques pour des applications de détection biologique ou organique, communément appelés biocapteurs. Nous présenterons ensuite un état de l'art des différentes configurations de transducteurs optiques qui les composent en présentant leurs performances en terme de détection. Cet état de l'art nous permettra ensuite d'isoler la structure que nous étudierons pour le reste de la thèse.

1.1 Description d'un capteur

Un capteur, dont la chaîne de mesure est représentée en Figure 1.1 est un dispositif servant à détecter ou quantifier différents phénomènes.

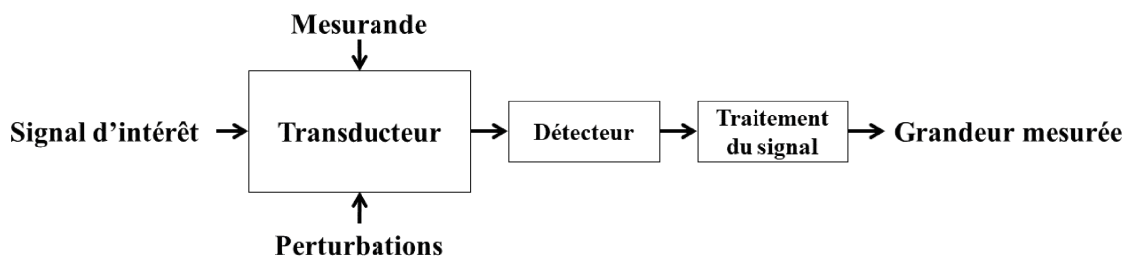


FIGURE 1.1 – Chaîne de mesure d'un capteur.

Ces phénomènes, appelés mesurandes, peuvent être physiques [4], [5], chimiques [6], [7], ou encore biologiques [8], [9] et correspondent à des grandeurs particulières soumises à mesurage.

Un capteur est constitué d'un transducteur dont le rôle est de convertir un signal d'intérêt en un autre, plus mesurable. La dénomination du capteur dépend de la nature du signal d'intérêt modifié par le transducteur. Pour les signaux physiques, on parle alors par exemple de capteurs électriques [10], [11] magnétiques [12], [13] ou optiques [14], [15].

Il existe deux types de transducteurs selon son besoin ou non d'un signal d'entrée pour fonctionner, on parle alors de transducteurs passifs [16], [17], ou actifs [18], [19].

Des perturbations peuvent apparaître, agissant sur le signal physique ou le transducteur, qui viennent perturber la grandeur physique mesurée et limitent les performances du capteur. Il est donc important d'effectuer un traitement du signal physique exploitable

après l'avoir détecté au moyen d'un détecteur, ceci pour pouvoir réduire l'impact de ces perturbations.

Pour analyser la grandeur mesurée, un appareil de mesure est utilisé et peut posséder un dispositif d'affichage pour faciliter l'observation.

1.2 Description d'un biocapteur à base de transducteur optique

Dans cette thèse, nous serons amenés à concevoir un biocapteur optique dont la chaîne de mesure est schématisée en Figure 1.2. Un signal optique est envoyé dans le transducteur optique qui, de part une interaction lumière-matière avec les biomarqueurs, est modifié. Dans le cadre d'une biodétection, on distingue principalement deux modes de détection : homogène et surfacique, selon si le mesurande est présent dans la matrice biologique ou greffé en surface à l'aide d'un biorécepteur. Leurs principes sont décrits en Section 1.2.4.

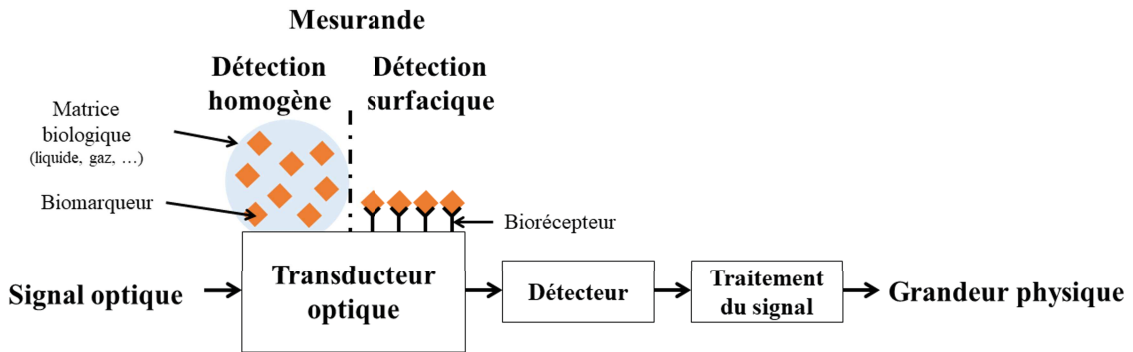


FIGURE 1.2 – Chaîne de mesure d'un biocapteur optique, avec des biomarqueurs comme mesurandes.

Un détecteur permet de récupérer le signal optique en sortie du transducteur. La grandeur physique d'intérêt peut alors être mesurée, comme l'intensité de la lumière transmise, qui va varier avec la présence de mesurande dans le milieu de détection. Après divers traitements du signal, il est alors possible de remonter à la valeur souhaitée, par exemple, la concentration de biomarqueurs après un étalonnage effectué à partir de concentrations connues.

1.2.1 Définition d'un transducteur optique

Un transducteur est un dispositif capable de convertir ou de modifier un signal physique en un autre. On parle de transducteur optique lorsque le signal physique à convertir ou à modifier est un rayonnement optique, comme par exemple une source laser émettant à une longueur d'onde définie ou sur un intervalle de longueurs d'onde. Le signal physique qui va être détecté peut être par exemple un signal optique qui sera modifié par le transducteur, comme la transmission de la lumière, ou un signal électrique, comme pour les photorécepteurs. Nous nous intéressons dans cette thèse à la modification du rayonnement optique sur un intervalle de longueur d'onde en un signal optique transmis par

le transducteur. En effet, le transducteur assure la transmission du signal optique qui se verra modifié, selon la présence ou non de biomarqueurs, de part la variation de l'indice de réfraction du milieu de détection. Le détecteur permet la mesure de l'intensité du signal optique sur cette même plage de longueur d'onde.

1.2.2 Définition d'un biomarqueur

Dans le domaine de la santé, on définit le mesurande comme un biomarqueur. Il s'agit d'un indicateur biologique ou organique mesurable qui permet d'identifier une pathologie de par sa présence ainsi que sa quantité dans une matrice biologique, qui peut être un liquide ou un gaz servant de milieu de détection. Il existe différents types de biomarqueurs spécifiques selon ce que l'on souhaite détecter. Il peut s'agir par exemple de virus, de protéines, de fragment d'ADN (pour acide désoxyribonucléique) ou de molécules volatiles.

1.2.3 Définition d'un biorécepteur

Un biorécepteur est une molécule qui permet le greffage d'un biomarqueur spécifique dont on dit qu'il a une affinité avec le biorécepteur associé. On parle de spécificité lorsque l'on s'intéresse à la capacité qu'a un biorécepteur à capter un biomarqueur d'intérêt et pas à un autre. L'affinité, quant à elle, est la capacité qu'a le biomarqueur à se greffer naturellement sur le biorécepteur associé. Il existe principalement trois catégories de biorécepteurs :

- Les anticorps qui sont des protéines spécialisées dans la reconnaissance de molécules étrangères à un organisme.
- Les ADN sondes qui sont des brins d'ADN, support de l'information génétique présente dans presque toutes les cellules et qui vont s'associer avec des brins d'ADN complémentaires.
- Les aptamers qui sont des biorécepteurs créés artificiellement afin que leur structure présente une forte affinité avec un biomarqueur d'intérêt.

1.2.4 Détection de biomarqueurs

Dans le cadre des capteurs optiques, la présence des biomarqueurs dans le milieu de détection va induire une variation de grandeurs physiques, comme l'intensité de la lumière transmise, et qui permet de remonter jusqu'à la concentration de biomarqueurs détectés. Dans cette thèse, nous nous intéresserons aux capteurs optiques détectant une variation de concentration de biomarqueurs en fonction de la variation de la longueur d'onde de résonance d'un micro-résonateur.

Il existe différentes méthodes pour détecter des biomarqueurs qui sont résumées en Figure 1.3. Les biomarqueurs peuvent être soit en solution, soit greffés sur la surface du transducteur. On distingue alors la détection homogène (Figure 1.3.a)) où les biomarqueurs sont directement détectés sans passer par un biorécepteur, et la détection surfacique sans (Figure 1.3.b)) et avec marquage (Figure 1.3.c)) où les biomarqueurs sont greffés à un biorécepteur. Pour la détection avec marquage, les biomarqueurs sont ensuite captés par un second dont le rôle est de faciliter la visualisation de leur présence. Cette section détaille ces types de détection ainsi que leurs applications dans le domaine de la biodétection optique.

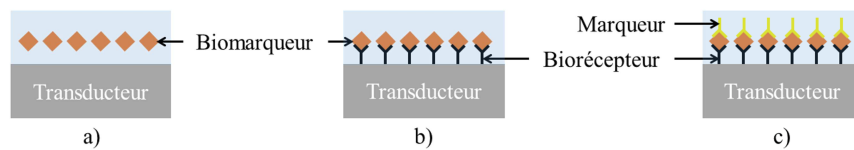


FIGURE 1.3 – Différentes méthodes de détection des biomarqueurs : a) Détection homogène ; b) Détection surfacique sans marquage ; c) Détection surfacique avec marquage.

1.2.4.1 Détection homogène

La méthode de détection homogène, présentée en Figure 1.3.a), consiste à détecter les biomarqueurs dans un milieu de détection. Cette méthode est très utile lorsqu'il est possible d'isoler le biomarqueur à détecter afin d'empêcher que la présence d'impuretés ne viennent perturber la mesure souhaitée, sans avoir recours à un biorécepteur pour capter le biomarqueur spécifique. Dans le cas des biocapteurs optiques, elle est utilisée notamment pour caractériser des transducteurs optiques en utilisant des molécules en solution dont on connaît la variation d'indice de réfraction avec la concentration, par exemple le sel ou le glucose [20].

1.2.4.2 Détection surfacique sans et avec marquage

Ces modes de détection, présentés respectivement en Figure 1.3.b) et Figure 1.3.c), consistent à détecter la présence d'un biomarqueur par le biais d'un ou deux biorécepteurs. Le premier sert au greffage des biomarqueurs spécifiques après leur fonctionnalisation sur le transducteur, tandis que le second capte les biomarqueurs spécifiques. Dans la plupart des cas, ce second biorécepteur, également appelé marqueur, possède des propriétés facilitant sa détection, comme des propriétés colorantes, luminescentes ou fluorescentes. Cependant, l'utilisation de deux biorécepteurs rend la détection contraignante, puisqu'il faut utiliser deux biorécepteurs avec une affinité pour le même biomarqueur spécifique, et possédant tous deux des propriétés différentes, l'un devant pouvoir être fonctionnalisé sur le transducteur, et l'autre devant posséder des propriétés pour faciliter sa détection. De ce fait, il est préférable d'utiliser une méthode de détection sans marquage. De plus, l'affinité que possède un biorécepteur avec son biomarqueur spécifique ne contraint pas à isoler au préalable ce dernier comme dans le cas d'une détection homogène. Dans cette thèse, nous utiliserons la détection surfacique sans marquage lors de l'étude des performances de nos biocapteurs optiques.

1.3 Performances d'un capteur

Les performances d'un capteur sont étudiées en observant la relation entre la valeur réelle du mesurande, par exemple la concentration de biomarqueurs en solution et la grandeur physique mesurée. Dans le cas d'un capteur optique, cela peut être par exemple la longueur d'onde de résonance d'un micro-résonateur qui varie notamment avec le changement d'indice de réfraction du milieu de détection, induit par la présence des biomarqueurs. Cela permet alors d'établir une courbe de calibration dont un exemple est illustré en Figure 1.4.a).

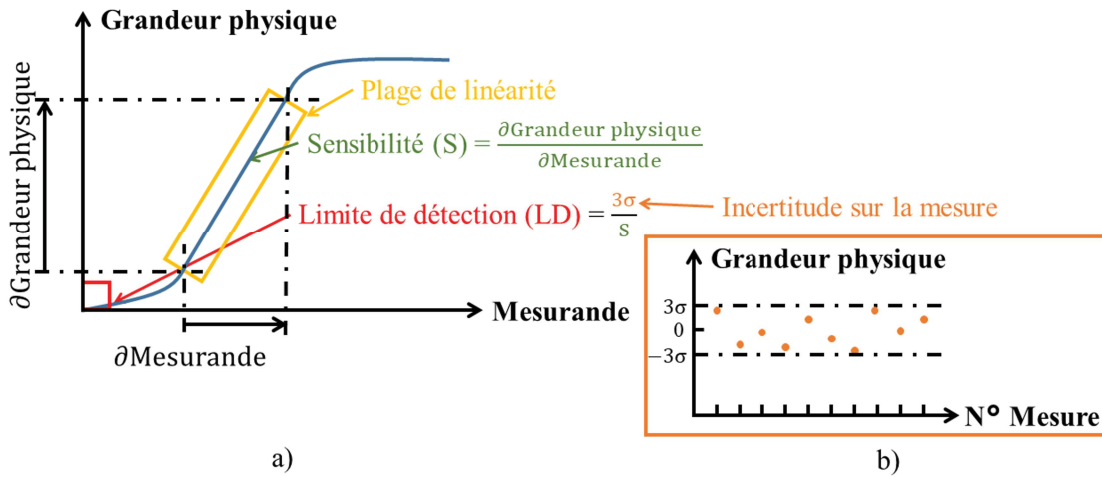


FIGURE 1.4 – Extraction des paramètres de performance d'un capteur : a) Exemple d'une courbe de calibration d'un capteur ; b) Estimation de l'incertitude sur la grandeur mesurée.

Il est possible à partir de cette figure, d'en extraire plusieurs paramètres :

- La plage de linéarité, qui correspond à un intervalle dans la courbe de calibration dans lequel la grandeur physique mesurée varie proportionnellement avec le mesurande.
- La sensibilité S , qui représente le rapport dans une zone linéaire entre la variation de la grandeur physique mesurée et la variation de mesurande, donnant ainsi la relation suivante :

$$S = \frac{\partial(\text{Grandeur physique})}{\partial(\text{Mesurande})}. \quad (1.1)$$

- L'incertitude sur la valeur mesurée (Figure 1.4.b)), qui correspond à la dispersion des valeurs de la grandeur physique mesurée en fonction du nombre de mesure, et permettant d'en évaluer l'écart-type moyen σ de la valeur mesurée.
- La limite de détection LD , qui représente la plus faible variation de la grandeur physique mesurée de paramètre détectable, correspondant au rapport entre le triple de l'écart-type moyen σ de la valeur mesurée et la sensibilité S [21], [22] :

$$LD = \frac{3\sigma}{S}. \quad (1.2)$$

- La plage de mesure, qui correspond à l'intervalle de détection possible par le capteur.

1.4 État de l'art sur les biocapteurs à base de transducteur optique dans le proche infrarouge

Dans cette partie, un état de l'art des principaux biocapteurs à base de transducteur optique est proposé. Nous définissons un biocapteur comme un dispositif mesurant la présence de composés organiques, de gaz, d'ions ou de bactéries [23]. Nous distinguerons

les transducteurs optiques intégrés des non-intégrés selon s'ils sont développés avec des procédés de fabrication similaires à la micro-électronique. Cet état de l'art présente des transducteurs couramment utilisés ou commercialisés, ainsi que les principales techniques de biodétection optique.

Nous nous intéresserons à deux des caractéristiques de performances précédemment présentées :

- La sensibilité S , que nous exprimerons en nm/UIR (unité d'indice de réfraction) ou en $\text{nm}/(\mu\text{g}/\text{mL})$ (unité de concentration) pour la détection homogène, ou également en $\text{nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$ (unité de masse surfacique) pour la détection surfacique.
- La limite de détection LD , que nous exprimerons en UIR ou en $\mu\text{g}/\text{mL}$ pour la détection homogène, ou également en pg/mm^2 pour la détection surfacique.

Lorsque cela s'avère possible, les unités sont converties pour une meilleure lisibilité et améliorer la pertinence des comparaisons entre ces valeurs. Les valeurs converties seront exprimées en gras dans les tableaux résumant les performances des biocapteurs.

Nous distinguons deux types de matériaux pour la biodétection optique : les matériaux massifs, comme les polymères, où les biomarqueurs vont rester à la surface du matériau, et les matériaux poreux, comme le silicium poreux par exemple, où les biomarqueurs vont infiltrer le matériau, ce qui augmentera la surface spécifique de détection [24], [25]. Une visualisation de la différence de la surface de détection entre les matériaux massifs et les matériaux poreux est schématisé en Figure 1.5 pour la détection surfacique.

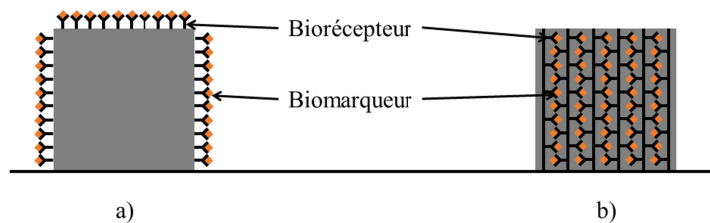


FIGURE 1.5 – Visualisation de la différence entre les matériaux massifs et poreux en terme de biodétection : a) Détection surfacique à l'aide d'un matériau massif; b) Détection surfacique à l'aide d'un matériau poreux.

1.4.1 Les transducteurs optiques non-intégrés

Les technologies présentées en optique non-intégrée dans cette section sont la résonance plasmonique de surface (SPR, pour *Surface Plasmon Resonance*), la diffusion Raman exaltée par effet de surface (SERS, pour *Surface-Enhanced Raman Scattering*) et les microsphères.

1.4.1.1 La résonance plasmonique de surface

La SPR est un phénomène physique d'interaction lumière-matière, dont une représentation pour la détection surfacique est schématisée en Figure 1.6. Elle repose sur l'excitation de plasmons de surface, des oscillations de charges existant à l'interface entre deux matériaux, par un signal optique traversant un prisme diélectrique, la plupart du temps

en verre, et se réfléchissant sur une surface métallique, dans la plupart des cas en or, fonctionnalisée pour permettre le greffage de biorécepteurs.

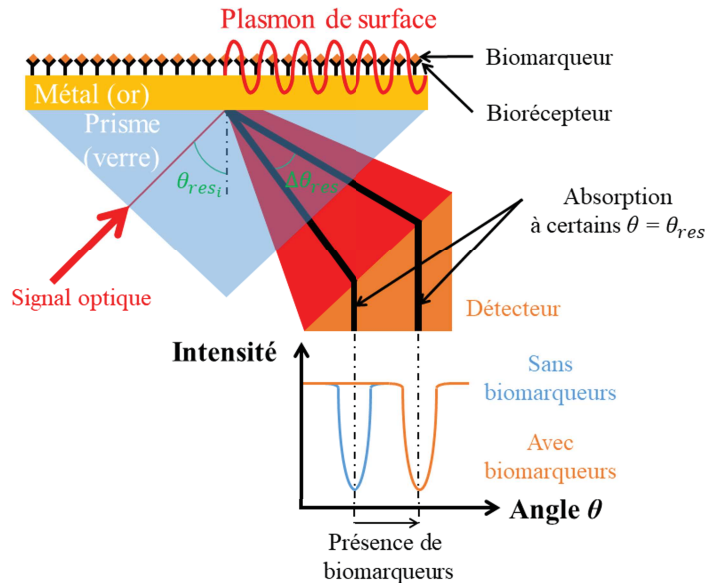


FIGURE 1.6 – Schéma du principe de la résonance plasmonique de surface pour une détection surfacique de biomarqueurs spécifiques. Dans le cas d’une détection homogène, les biorécepteurs ne sont pas présents et les biomarqueurs sont en solution dans le milieu de détection.

Pour un angle d’incidence précis θ_{res_i} , appelé angle de résonance, l’intensité du faisceau lumineux réfléchi devient minimum. La présence de biomarqueurs greffés sur la surface métallique induit une variation de l’indice de réfraction, qui provoque une variation de l’angle réfléchi du signal optique. Ainsi, en quantifiant le décalage de l’angle de résonance $\Delta\theta_{res}$, il devient possible de déterminer la concentration de molécules captées par les biorécepteurs.

La technologie a été exploitée la première fois pour des applications de détections biologiques en 1983 par B. LIEDBERG *et al.* [26]. Depuis, les biocapteurs optiques basés sur la SPR, comme le Biacore T200 [27], sont commercialisés par plusieurs firmes internationales et représentent une grande part du marché des biocapteurs à base de transducteurs optiques non intégrés. Actuellement, les meilleurs biocapteurs SPR conventionnels permettent d’obtenir une performance en LD théorique de 10^{-7} UIR [28], [29]. En 2018, W. WU *et al.* [27] obtiennent une LD de l’aflatoxine B1 (AFB1) de 0,19 ng/mL en détection surfacique. De nouvelles configurations ont été développées depuis, comme les biocapteurs SPR à fibre de cristal photonique (PCF, pour *Photonic Crystal Fiber*) qui, bien que n’offrant pas de meilleures performances en LD, au maximum de $3,5 \cdot 10^{-6}$ UIR [30], a permis de miniaturiser le transducteur. En 2020, L. ZENI *et al.* [31] obtiennent avec cette configuration une LD de la toxine infliximab (IFX) de 23,5 ng/mL en détection surfacique. Depuis quelques années, d’autres matériaux que l’or comme surface réfléchissante ont été étudiés comme le cuivre pour la configuration conventionnelle présentée en Figure 1.6, amenant la LD de la toxine HT-2 à 0,5 fg/mL en détection surfacique [32], ou l’argent pour la convention PCF-SPR, amenant la LD de l’immunoglobulines G (IgG) à 40 ng/mL

en détection surfacique [33]. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.1.

Tableau 1.1 – État de l'art des performances des biocapteurs SPR.

Détection	Configuration	Biomarqueur	Matériau	LD	Année	Référence
Surfacique	Conventionnelle	...	Au (massif)	10^{-7} UIR	2008	[28]
Surfacique	Conventionnelle	...	Au (massif)	10^{-7} UIR	2009	[29]
Surfacique	Conventionnelle	AFB1	Au (massif)	$1,9 \cdot 10^{-4}$ $\mu\text{g/mL}$ 0,19 ng/mL	2018	[27]
Surfacique	PCF-SPR	...	Au (massif)	$3,5 \cdot 10^{-6}$ UIR	2018	[30]
Surfacique	PCF-SPR	IFX	Au (massif)	$2,35 \cdot 10^{-2}$ $\mu\text{g/mL}$ 23,5 ng/mL	2020	[31]
Surfacique	PCF-SPR	IgG	Ag (massif)	$4,0 \cdot 10^{-2}$ $\mu\text{g/mL}$ 40 ng/mL	2018	[33]
Surfacique	Conventionnelle	Toxine HT-2	Cu (massif)	$5,0 \cdot 10^{-10}$ $\mu\text{g/mL}$ 0,5 fg/mL	2019	[32]

1.4.1.2 La diffusion Raman exaltée par effet de surface

La spectroscopie Raman est une spectroscopie vibrationnelle très peu sensible, limitant l'analyse de biomarqueurs à de fortes concentrations. La SERS, dont un schéma est représenté en Figure 1.7, correspond à l'exaltation de la signature Raman, c'est-à-dire à une amplification importante de l'intensité des pics du spectre Raman, par la présence de biomarqueurs sur une surface métallique nanostructurée (principalement de l'or ou de l'argent) déposée sur un substrat de silicium. Cet effet fut observé par M. FLEISCHMANN *et al.* [34] en 1974 grâce à l'amplification de l'intensité des pics du spectre Raman de la pyridine absorbée à la surface d'une électrode d'argent.

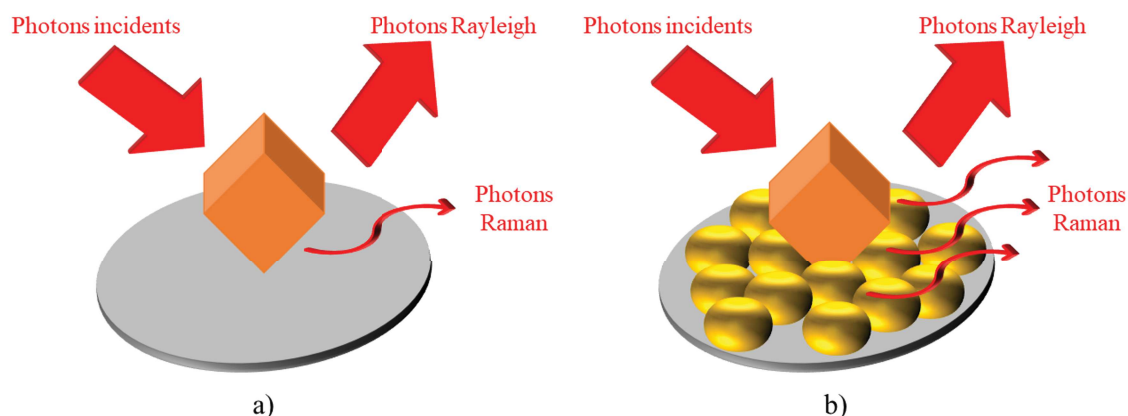


FIGURE 1.7 – Schéma du principe de la diffusion Raman exaltée par effet de surface : a) Technique Raman ; b) Technique SERS.

Utilisée dans de nombreux laboratoires de chimie, cette technologie permet de détecter facilement la présence de plusieurs biomarqueurs différents contenus dans un même échantillon. En utilisant des nanoparticules d'or, Z. WANG *et al.* obtiennent en 2019 une

1.4. ÉTAT DE L'ART SUR LES BIOCAPTEURS À BASE DE TRANSDUCTEUR OPTIQUE DANS LE PROCHE INFRAROUGE

LD pour la détection de la cytokine interleukine 8 (IL-8) respectivement de 6,04 pg/mL dans une solution tampon de phosphate salin et de 6,88 pg/mL dans du sérum humain [35]. En 2020, M. HOU *et al.* obtiennent une LD de 2,44 pg/ μ L pour la détection de vésicule extracellulaire (EVs) [36]. En 2018, en utilisant des nanoparticules d'argent, P. ZHENG *et al.* et L. YANG *et al.* obtiennent respectivement une LD de 0,6 pg/mL pour la détection de nitrine [37] et une LD de 0,23 pg/mL pour la détection de antigène prostatique spécifique (PSA, pour *Prostate-Specific Antigen*) [38]. En 2021, A. OUHIBI *et al.* obtiennent une LD de 0,1 μ g/L pour la détection surfacique de PSA, en utilisant des nanoparticules d'argent déposées sur des nanofils de silicium [39]. Depuis quelques années, le silicium poreux est utilisé comme substrat pour la détection de R6G, en utilisant des nanoparticules d'argent comme biorécepteurs par exemple. J. WANG *et al.*, M. SKRABIC *et al.* et D. GE *et al.* obtiennent respectivement une LD de 1 pM ($2,09 \cdot 10^{-12}$ μ g/mL) [40] en 2018, de 50 nM ($1,04 \cdot 10^{-7}$ μ g/mL) [41] en 2019 et de 10 pM ($2,09 \cdot 10^{-11}$ μ g/mL) [42] en 2020. Ces derniers résultats montrent bien l'augmentation des performances en terme de LD en utilisant un matériau poreux plutôt qu'un matériau massif. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.2.

Tableau 1.2 – État de l'art des performances des biocapteurs SERS.

Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	Année	Référence
Surfacique	IL-8	Au sur Si (massif)	$6,04 \cdot 10^{-6}$ μ g/mL 6,04 pg/mL	2019	[35]
Surfacique	IL-8	Au sur Si (massif)	$6,88 \cdot 10^{-6}$ μ g/mL 6,88 pg/mL	2019	[35]
Surfacique	EVs	Au sur Si (massif)	$2,44 \cdot 10^{-3}$ μ g/mL 2,44 pg/ μ L	2020	[36]
Surfacique	Nitrine	Ag sur Si (massif)	$6,0 \cdot 10^{-7}$ μ g/mL 0,6 pg/mL	2018	[37]
Surfacique	PSA	Ag sur Si (massif)	$2,3 \cdot 10^{-7}$ μ g/mL 0,23 pg/mL	2018	[38]
Surfacique	PSA	Ag sur Si (massif)	$1,0 \cdot 10^{-4}$ μ g/mL 0,1 μ g/L	2021	[39]
Surfacique	R6G	Ag sur Si (poreux)	$2,09 \cdot 10^{-12}$ μ g/mL 1 pM	2018	[40]
Surfacique	R6G	Ag sur Si (poreux)	$1,04 \cdot 10^{-7}$ μ g/mL 50 nM	2019	[41]
Surfacique	R6G	Ag sur Si (poreux)	$2,09 \cdot 10^{-11}$ μ g/mL 10 pM	2020	[42]

1.4.1.3 Les microsphères

Les microsphères (MS), dont une illustration est présentée en Figure 1.8, sont des billes principalement fabriquées en silice, soudées au bout d'une fibre optique et couplées dans la majeure partie des cas à une autre fibre optique qui propage la lumière. Une partie du signal optique confiné dans le guide d'onde est couplée à la surface de la bille de silice. Après un tour autour de la bille de silice, le signal optique est à nouveau couplé dans la fibre optique, ce qui entraîne l'apparition de pics de résonance à certaines longueurs d'onde. La présence de biomarqueurs provoque un décalage des longueurs d'onde de résonance, ce qui permet d'estimer la quantité de biomarqueurs dans le milieu de détection.

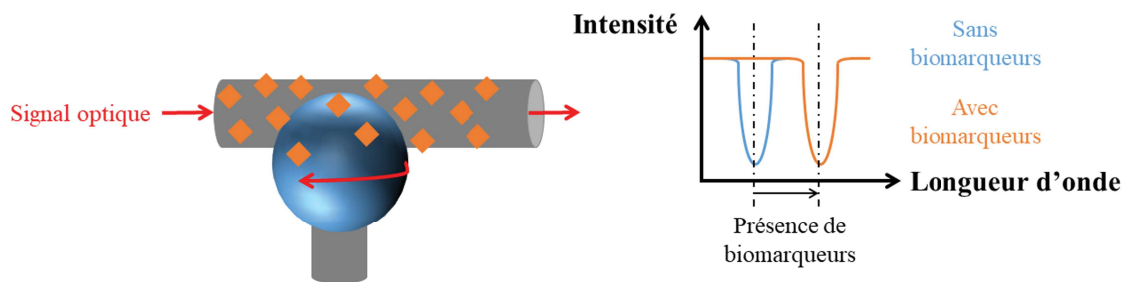


FIGURE 1.8 – Illustration d'une microsphère.

Les principaux inconvénients de cette technique de détection sont sa fabrication complexe et sa faible reproductibilité, rendant sa capacité d'intégration limitée [43]. Les applications récentes orientent la technologie vers la détection de gaz, comme la concentration d'ammoniac (de formule brute NH_3) dans l'air donnant une LD de 0,16 ppb ($1,59 \cdot 10^{-4} \mu\text{g/mL}$) en détection homogène à l'aide d'une MS de silice (de formule brute SiO_2) poreuse en 2018 [44]. En 2019, H. LI *et al.* obtiennent pour la détection homogène de dioxyde de carbone (de formule brute CO_2) une LD de 50 ppb ($4,9 \mu\text{g/mL}$) à l'aide d'une MS en polymère d'hexaméthylène Biguanide (PHMB) [45]. Les performances de ces capteurs sont présentées dans le Tableau 1.3.

Tableau 1.3 – État de l'art des performances des capteurs à base de MS.

Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	S	Année	Référence
Homogène	NH_3	SiO_2 (poreux)	$1,59 \cdot 10^{-4} \mu\text{g/mL}$ 0,16 ppb	$8,0 \cdot 10^4 \text{ nm}/(\mu\text{g/mL})$ 800 pm/ppm	2018	[44]
Homogène	CO_2	PHMB (massif)	$4,9 \mu\text{g/mL}$ 50 ppb	$46 \text{ nm}/(\mu\text{g/mL})$ 0,46 pm/ppm	2019	[45]

1.4.2 Les transducteurs optiques intégrés

La notion d'optique intégrée concerne la réalisation de plusieurs fonctions optiques à partir d'un seul substrat, pour réaliser plusieurs guides d'onde capable de guider la lumière. Un guide d'onde est constituée d'une couche guidante, appelée cœur, et d'une couche de confinement, appelée gaine. La plupart des substrats utilisés dans la réalisation de transducteurs optiques intégrés sont en silicium. Les principes physiques permettant la propagation de la lumière dans ce genre de structure sont décrits dans le Chapitre 2.

On observe l'interaction entre la lumière se propageant dans ces guides d'onde et les biomarqueurs. Cette interaction provoque notamment une variation de l'indice de réfraction du milieu de détection. Il est également possible d'observer une variation d'intensité de lumière transmise qui dépend du biomarqueur détecté. Cette variation engendre une modification des propriétés du transducteur optique, qui une fois analysées, permet de remonter à la quantité de biomarqueurs détectés. Ces transducteurs fonctionnent à des longueurs d'onde bien définies, ou sur un intervalle de longueurs d'onde, principalement dans le proche infrarouge. Les matériaux qui les composent sont dans la plupart des cas du silicium, du nitrure de silicium, des polymères et du silicium poreux.

Les sections suivantes traiteront des principaux biocapteurs optiques à base de transducteurs optiques intégrés, séparés en deux catégories : les interféromètres, dont font

partie ceux de Young et de Mach-Zehnder, et les structures résonantes, dont font partie les cristaux photoniques, les microdisques et les micro-résonateurs.

1.4.2.1 Les interféromètres de Young

Les interféromètres de Young (YI, pour *Young Interferometers*), dont une représentation du principe est schématisée en Figure 1.9, sont des jonctions en Y séparant équitablement la lumière vers un bras de référence et un bras de détection sensible à la présence des biomarqueurs. Le principe de détection repose sur l'observation du décalage et la mesure des franges d'interférences en sortie de la jonction en Y par le biais d'une transformée de Fourier rapide [46]. Ce décalage des franges d'interférences apparaît lorsqu'une modification de la phase de la lumière, induite par la modification de l'indice de réfraction du milieu de détection, qui est provoquée par la présence des biomarqueurs dans le bras de détection. Historiquement, il s'agit d'un des premiers biocapteurs à base de transducteurs optiques intégrés à atteindre une limite de détection aussi faible, 9.10^{-8} UIR en 2000 [47] pour la détection homogène de IgG.

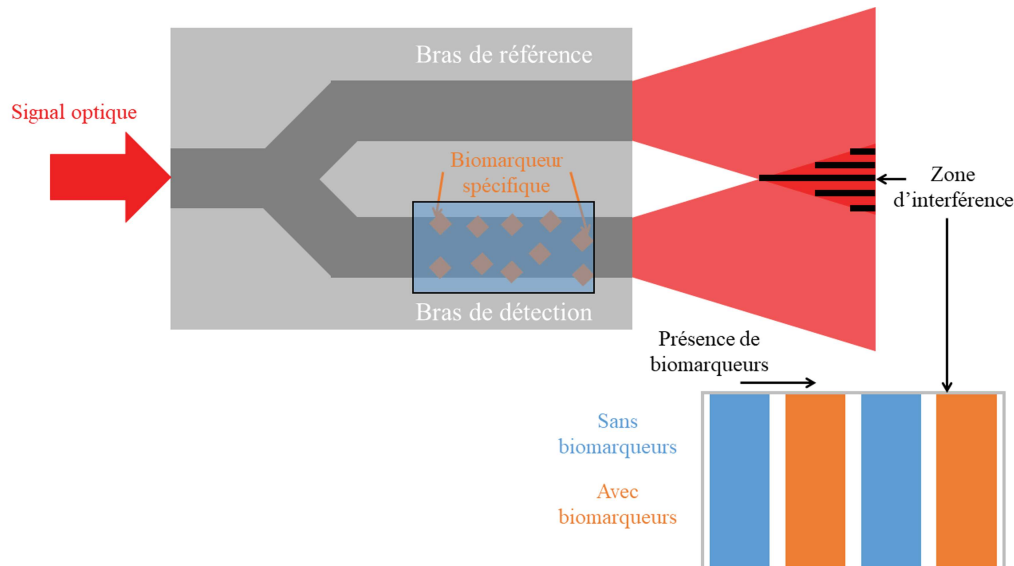


FIGURE 1.9 – Schéma du principe de l'interféromètre de Young.

En ce basant sur la même méthode que A. BRANDENBURG [47], K. SCHMITT améliora la LD de la technologie à 9.10^{-9} UIR en 2007, toujours pour la détection homogène de IgG [48], en utilisant de l'oxyde de tantale (de formule brute Ta_2O_5) à la place du SiO_2 comme matériau. En détection surfacique, ces mêmes auteurs obtiennent avec leurs configurations respectives des LD de 750 fg/mm^2 [47] et de 13 fg/mm^2 pour la détection de IgG. En 2012, M. WANG *et al.* obtiennent pour la détection homogène de glucose une LD de 10^{-5} UIR en utilisant un ormocer comme matériau [49]. De plus, avec le même système, ils obtiennent la même année une LD de $2,4 \text{ pg/mm}^2$ pour la détection surfacique de protéine C réactive (CRP) [49]. Les simulations de nouvelles configurations ne permettent d'atteindre que des LD théoriques de 10^{-6} UIR en augmentant le nombre de bras des YI [50]. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.4.

Tableau 1.4 – État de l'art des performances des biocapteurs YI.

Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	Année	Référence
Homogène	IgG	SiO ₂ (massif)	9.10^{-8} UIR	2000	[47]
Surfacique	IgG	Ta ₂ O ₅ (massif)	9.10^{-9} UIR	2007	[48]
Homogène	Glucose	Ormocer (massif)	10^{-5} UIR	2012	[49]
Homogène	...	Au (massif)	10^{-6} UIR	2019	[50]
Surfacique	IgG	SiO ₂ (massif)	$7,5.10^{-1}$ pg/mm ² 750 fg/mm ²	2000	[47]
Surfacique	IgG	Ta ₂ O ₅ (massif)	$1,3.10^{-2}$ pg/mm ² 13 fg/mm ²	2007	[48]
Surfacique	CRP	Ormocer (massif)	2,4 pg/mm ²	2012	[49]

1.4.2.2 Les interféromètres de Mach-Zehnder

Les interféromètres de Mach-Zehnder (MZI, pour *Mach-Zehnder Interferometers*), dont un schéma du principe est représenté en Figure 1.10, ont une structure semblable aux YI. La lumière injectée est également séparée équitablement par le biais d'une jonction en Y vers deux guides d'onde, l'un de référence et l'autre sensible à la présence de biomarqueurs. La lumière est ensuite recombinaée par une deuxième jonction en Y où les deux ondes vont interférer. La présence de biomarqueurs à la surface du bras sensible induit une variation de l'indice de réfraction du milieu de détection, ce qui va modifier la phase de l'onde propagée et donc l'interférence à la sortie du transducteur. Ainsi, la mesure de l'intensité lumineuse transmise en sortie du MZI permet de remonter à la différence de phase, provoquée par la variation d'indice de réfraction, et donc à la concentration de biomarqueurs détectés.

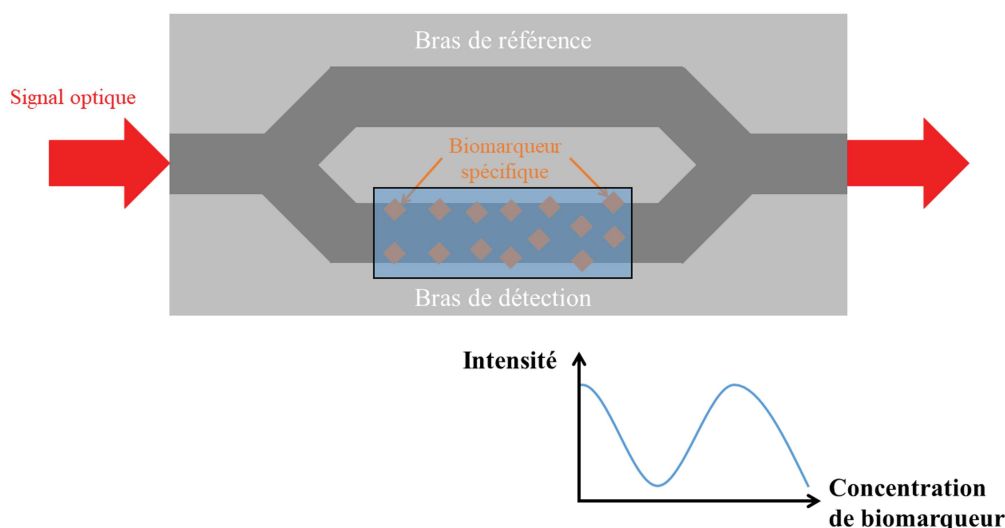


FIGURE 1.10 – Schéma du principe de l'interféromètre de Mach-Zehnder.

La présence de la jonction en Y en sortie du transducteur rend la structure plus com-

1.4. ÉTAT DE L'ART SUR LES BIOCAPTEURS À BASE DE TRANSDUCTEUR OPTIQUE DANS LE PROCHE INFRAROUGE

pacte que celle de l'YI. En 2018, ANA R. BASTOS *et al.* obtiennent une valeur de LD record pour la détection homogène de *E. coli.* à l'aide d'un MZI avec un faible contraste d'indice, à raison de 2.10^{-4} UIR [51]. En 2016, T. CHALYAN *et al.* obtiennent une LD de l'affatoxine M1 (AFM1) de 5.10^{-7} UIR en détection homogène en utilisant du nitrure de silicium (de formule brut Si_3N_4) comme matériau [52]. En 2017, Z. LI *et al.* obtiennent en détection homogène une LD d'albumine de sérum bovin (BSA, pour *Bovin Serum Albumin*) de $3,5.10^{-5}$ UIR en utilisant du SiO_2 comme substrat [53]. En 2018, M. MURIB *et al.*, en utilisant du Si_3N_4 comme matériau, obtiennent une LD pour la détection homogène d'ADN de 10^{-6} UIR [54]. En 2019, T. CHALYAN *et al.* obtiennent des LD de $6,0.10^{-7}$ UIR et de $5,88.10^{-7}$ UIR respectivement pour la détection de sel (NaCl) et de glucose en solution en utilisant du Si_3N_4 comme matériau [55]. En détection surfacique, T. CHALYAN *et al.* obtiennent en 2019 une LD pour la détection de AFM1 dans le lait de 48 pM ($1,68.10^{-7}$ $\mu\text{g}/\text{mL}$) en utilisant du Si_3N_4 comme matériau [55]. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.5.

Tableau 1.5 – État de l'art des performances des biocapteurs MZI.

Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	Année	Référence
Homogène	<i>E. coli.</i>	Di-ureasil massif	2.10^{-4} UIR	2018	[51]
Homogène	AFM1	Si_3N_4 massif	5.10^{-7} UIR	2016	[52]
Homogène	BSA	SiO_2 massif	$3,5.10^{-5}$ UIR	2017	[53]
Homogène	ADN	Si_3N_4 massif	10^{-6} UIR	2018	[54]
Homogène	NaCl	Si_3N_4 massif	$6,0.10^{-7}$ UIR	2019	[55]
Homogène	Glucose	Si_3N_4 massif	$5,88.10^{-7}$ UIR	2019	[55]
Surfacique	AFM1	Si_3N_4 massif	$1,68.10^{-7}$ $\mu\text{g}/\text{mL}$ 48 pM	2019	[55]

1.4.2.3 Les structures résonantes à base de cristaux photoniques

Les transducteurs optiques à base de cristaux photoniques (CP) sont composés d'une structure diélectrique périodique, dont les périodes sont une répétition de variation d'indices de réfraction dans une, deux ou trois dimensions et sont inférieures à la longueur d'onde de la lumière à guider. La Figure 1.11 est une représentation d'un capteur à base de CP à deux dimensions. Par analogie avec les semi-conducteurs, les longueurs d'onde ne peuvent pas se propager dans les CP à cause des bandes interdites [56]. La présence de défauts dans la structure diélectrique périodique entraîne la création d'un mode se propageant dans les CP et l'apparition de pics de résonance dans ces bandes interdites à certaines longueurs d'onde. Les positions spectrales de ces pics de résonance dépendent de l'environnement du défaut dans les CP. Leurs positions sont ensuite modifiées lors de l'ajout de biomarqueurs au niveau des défauts, l'analyse de ce décalage des longueurs d'onde de résonance permet d'estimer la quantité de biomarqueurs spécifiques dans le milieu de détection.

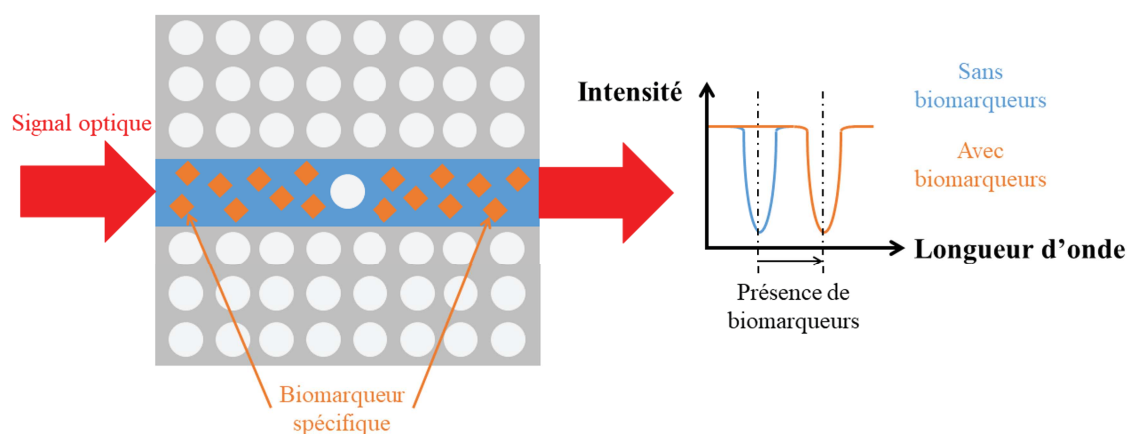


FIGURE 1.11 – Schéma d'un capteur à base de cristaux photoniques.

Ces transducteurs sont principalement fabriqués à partir de substrat de silicium sur silice (SOI, pour *Silicon On Insulator*) du fait de la bonne maîtrise des procédés de fabrication et de la possibilité de réaliser des CP suspendus en gravant la silice. En 2017, H. THENMOZHI *et al.* obtiennent une LD pour la détection homogène de glucose dans le sang de $6,27 \cdot 10^{-3}$ UIR [57]. En 2018, A. NATESAN *et al.* obtiennent une LD de $2,02 \cdot 10^{-2}$ UIR également pour la détection homogène de glucose dans le sang [58]. Malgré une valeur de LD plus élevée par rapport à H. THENMOZHI *et al.* [57], ces travaux ont permis d'augmenter la valeur de la sensibilité du capteur jusqu'à $2,3 \cdot 10^5$ nm/UIR contre celle de $1,9 \cdot 10^5$ nm/UIR obtenue par H. THENMOZHI *et al.*. En 2019, V. MINKOVICH *et al.* obtiennent, pour la détection surfacique de BSA, une LD de 6,92 UIR [59]. En 2020, G. MINKOVICH *et al.* obtiennent respectivement pour la détection homogène de *E. coli.* et de *P. aeruginosa* des LD de 0,87 ng/mL et de 1,22 ng/mL [60]. Néanmoins, la précision à atteindre pour la position et la taille des trous à l'intérieur du cristal devant être de l'ordre du nanomètre, la fabrication des structures à base de CP reste complexe et limite les performances des transducteurs. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.6.

Tableau 1.6 – État de l'art des performances des biocapteurs à base de CP.

Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	S	Année	Référence
Homogène	Glucose	SOI (massif)	$6,27 \cdot 10^{-3}$ UIR	$1,9 \cdot 10^5$ nm/UIR	2017	[57]
Homogène	Glucose	SOI (massif)	$2,02 \cdot 10^{-2}$ UIR	$2,3 \cdot 10^5$ nm/UIR	2018	[58]
Homogène	<i>E. coli.</i>	SOI (massif)	$8,7 \cdot 10^{-4}$ $\mu\text{g/mL}$ 0,87 ng/mL	...	2020	[60]
Homogène	<i>P. aeruginosa</i>	SOI (massif)	$1,22 \cdot 10^{-3}$ $\mu\text{g/mL}$ 1,22 ng/mL	...	2020	[60]
Surfacique	BSA	SOI (massif)	6,92 UIR	722,3 nm/UIR	2019	[59]

1.4.2.4 Les structures résonantes circulaires

Les transducteurs à base de structures résonantes circulaires sont constitués d'un guide d'onde couplé avec un cavité résonante séparée par un gap, pouvant prendre plu-

sieurs formes selon le type de modes propagés : les modes de galerie dont les principales structures sont les microdisques, et les modes guidés dont les principales structures sont les micro-résonateurs en anneau ou en hippodrome. La Figure 1.12 représente les modes de galerie, qui se propagent en surface de la cavité résonante (Figure 1.12.a)) et les modes guidés qui sont confinés et se propagent dans les structures résonantes (Figure 1.12.b)).

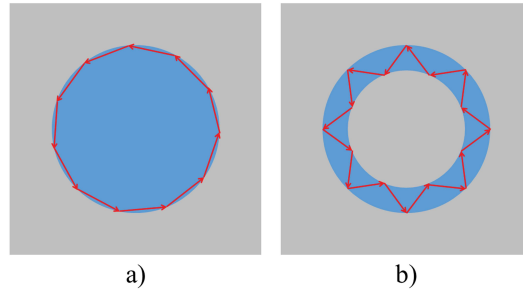


FIGURE 1.12 – Type de modes de propagation en fonction de la forme de la structure résonante : a) Modes de galerie dans un microdisque ; b) Modes guidés dans un micro-résonateur en anneau.

Le principe de base est schématisé à partir d'un micro-résonateur en hippodrome en Figure 1.13. Un signal optique composé de plusieurs longueurs d'onde est injecté dans le guide d'onde. Arrivée à la zone de couplage, au niveau du gap, une partie de la lumière continue son chemin tandis qu'une autre est couplée dans la cavité résonante. Après un tour, une partie de la lumière est recouplée dans le guide d'onde, mais de par son passage dans la cavité résonante, un déphasage s'est créé et la lumière recouplée va interférer avec la lumière directement transmise provoquant l'extinction de certaines longueurs d'onde dont on dit qu'elles résonnent. On parle alors de longueurs d'onde de résonance λ_{res} d'ordre p différents. En sortie, on obtient donc un spectre avec une transmission du signal maximum sauf aux longueurs d'onde de résonance.

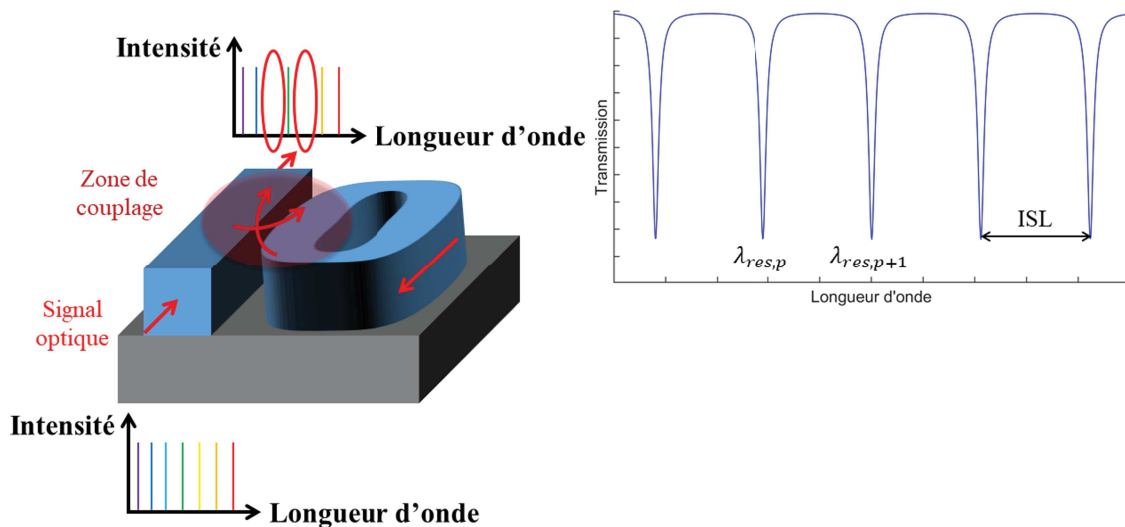


FIGURE 1.13 – Visualisation du principe des transducteurs à base de structures résonantes (micro-résonateur en hippodrome).

Le principe de détection de telles structures consiste généralement à visualiser le décalage d'un pic de résonance, en fonction de la présence de biomarqueurs, qui provoque une variation de l'indice de réfraction du milieu de détection et donc cette variation des longueurs d'onde de résonance. Cette méthode a l'avantage de pouvoir mesurer de grandes gammes de concentrations, qui correspondent à l'écart entre deux longueurs d'onde de résonance successives, ou intervalle spectral libre (ISL). Cependant, cette méthode devient très dépendante des autres caractéristiques d'intérêts des structures pour les faibles variations de longueur d'onde de résonance [61], [62]. Il est également possible d'observer la variation de l'intensité du pic de résonance pour une longueur d'onde fixe. Cette méthode à, quant à elle, l'avantage de permettre la détection de faibles variations de longueurs d'onde de résonance, mais limite la gamme de concentration détectable [61], [63]. Les sections suivantes présenteront les performances des transducteurs à base de structures résonantes à modes à galerie (microdisques) et à modes guidés (micro-résonateurs en anneau et en hippodrome).

1.4.2.4.1 Les microdisques

Les microdisques (MD), dont une illustration est présentée en Figure 1.14, consistent en un guide d'onde couplé à une structure résonante en forme de disque à plat ou monté sur un piédestal, le tout réalisé à partir d'un substrat, dans la plupart des cas, en silicium. Les MD sont souvent utilisés comme source laser afin d'augmenter l'intensité du signal dans la structure de part leur bon facteur de qualité [64].

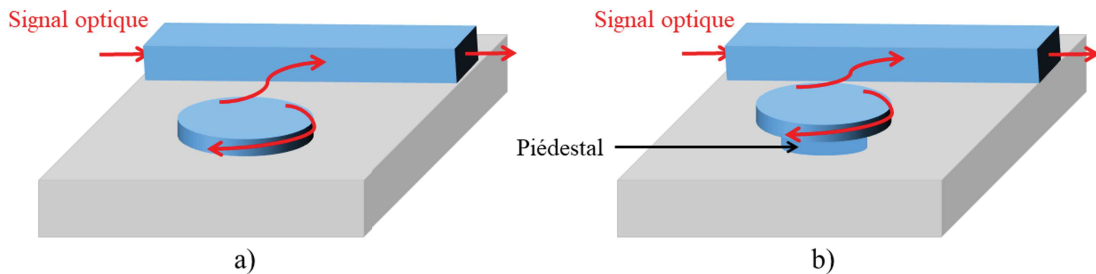


FIGURE 1.14 – Illustration d'un microdisque : a) Microdisque plat ; b) Microdisque monté sur un piédestal.

Les MD offrent aussi de bonnes performances en terme de détection. En 2019, M. DE GOEDE *et al.* obtiennent une LD de 3,6 ng/mL pour la détection surfacique de la protéine rhS100A4 en utilisant un MD plat en alumine dopé avec des ions ytterbium $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Yb}^{3+}$ sur silicium [65]. Pour ceux montés sur piédestal, Y. KIM *et al.* obtiennent la même année une LD de $3,55 \cdot 10^{-4}$ UIR pour la détection surfacique de la protéine streptavidine avec un MD en SiN [66]. Bien qu'elle permet de meilleures performances en terme de détection, la configuration sur piédestal demeure plus fragile en comparaison aux MD réalisés sur une surface plane [67]. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.7.

Tableau 1.7 – État de l'art des performances des biocapteurs à base de MD.

Configuration	Détection	Biomarqueur	Matériau	LD	S	Année	Référence
Plat	Surfacique	rhS100A4	Al ₂ O ₃ :Yb ³⁺ (massif)	3,6.10⁻³ µg/mL 3,6 ng/mL	...	2019	[65]
Piédestal	Surfacique	Streptavidine	SiN (massif)	3,55.10 ⁻⁴ UIR	226,67 nm/UIR	2019	[66]

1.4.2.4.2 Les micro-résonateurs

Les micro-résonateurs (MR), dont une illustration est présentée en Figure 1.15, sont constitués d'une cavité résonante, pouvant être un anneau ou un hippodrome couplé à un guide d'onde.

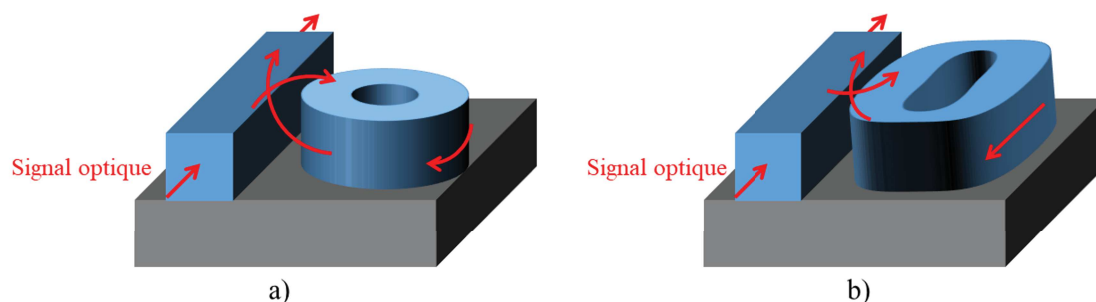


FIGURE 1.15 – Illustration d'un micro-résonateur : a) En anneau ; b) En hippodrome.

La simplicité de fabrication et la compacité du système rend la technologie très attrayante dans le domaine de la biodétection à base de transducteurs optiques intégrés. En 2017, P. GIRAULT *et al.* obtiennent à l'aide d'un MR en hippodrome fabriqué en silicium poreux une LD de 8.10^{-5} UIR pour la détection homogène de glucose dans l'eau désionisée [68]. Toujours en 2017, Y. LIU *et al.* obtiennent une LD pour la détection homogène de NaCl dans l'eau de $3,84.10^{-5}$ UIR avec un MR en anneau fabriqué en SOI [69]. D. CHAUVIN *et al.* obtiennent des LD de 14,8 ng/L et de 18,3 ng/L pour la détection surfacique d'ion cadmium (Cd²⁺), respectivement dans l'eau désionisée et l'eau du robinet en 2019, avec un MR en hippodrome fabriqué en SU8 [70]. Au cours de la même année, X. TU *et al.* obtiennent avec un MR en anneau fabriqué en SU8 une LD de 12,7 pg/mm² pour la détection surfacique de BSA [71]. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.8.

Tableau 1.8 – État de l'art des performances des biocapteurs MR.

Détection	Configuration	Biomarqueur	Matériau	LD	S	Année	Référence
Homogène	Hippodrome	Glucose	Si (poreux)	8.10^{-5} UIR	560 nm/UIR	2017	[68]
Homogène	Anneau	NaCl	SOI (massif)	$3,84.10^{-5}$ UIR	260 nm/UIR	2017	[69]
Surfacique	Hippodrome	Cd^{2+}	SU8 (massif)	1,48 $\mu\text{g/mL}$ 14,8 ng/L	11,2 nm/($\mu\text{g/mL}$) 11,2 nm/(ng/L)	2019	[70]
Surfacique	Hippodrome	Cd^{2+}	SU8 (massif)	18,3 $\mu\text{g/mL}$ 18,3 ng/L	9,07 nm/($\mu\text{g/mL}$) 9,07 nm/(ng/L)	2019	[70]
Surfacique	Anneau	BSA	SU8 (massif)	12,7 pg/mm^2	$2,0.10^{-4}$ nm/(pg/mm^2)	2019	[71]

1.4.3 La mise en cascade de plusieurs transducteurs optiques intégrés

Depuis de nombreuses années, la mise en cascade de plusieurs transducteurs intégrés a été réalisée afin d'améliorer les performances en terme de détection des capteurs optiques. L'utilisation de MZI et de MR, dont deux combinaisons possibles sont représentées en Figure 1.16, sont les plus répandues pour y parvenir.

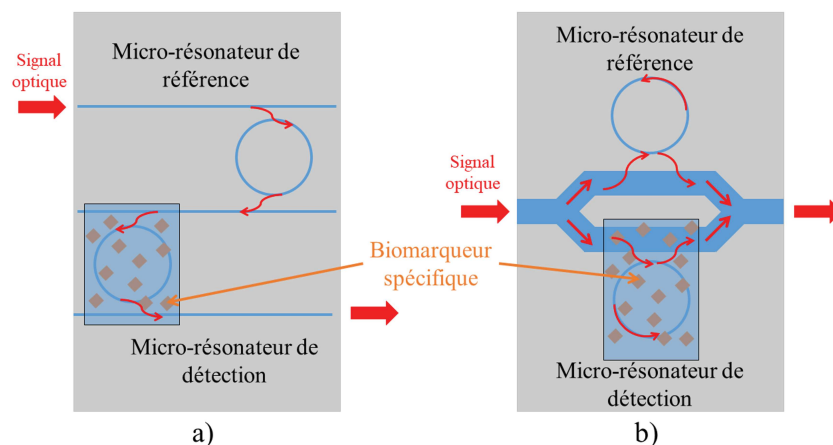


FIGURE 1.16 – Exemple de configurations de mise en cascade de plusieurs transducteurs intégrés : a) Micro-résonateurs cascades ; b) Micro-résonateurs dans un interféromètre de Mach-Zehnder.

Le principe de base d'une telle structure consiste à exploiter la mise en cascade d'un transducteur de référence avec un transducteur de détection sensible aux biomarqueurs. Cela provoque un effet de modulation en longueur d'onde qui amplifie le décalage spectral de l'enveloppe du transducteur. Cet effet, appelé effet Vernier, est représenté dans le cadre de MR cascades en Figure 1.17.

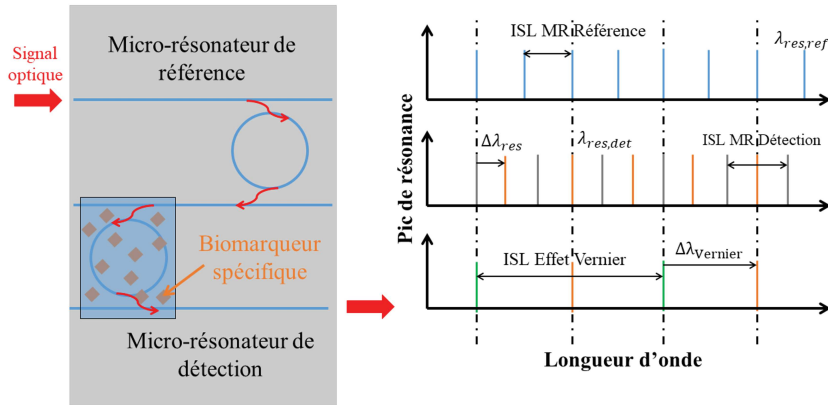


FIGURE 1.17 – Représentation de l'exploitation de l'effet Vernier dans le cadre de micro-résonateurs cascades.

Dans ce cas de figure, les deux MR possèdent des paramètres différents rendant leur réponse en transmission différente, le plus important étant l'ISL. La multiplication des figures de transmission permet d'augmenter l'ISL de l'ensemble de la structure. Ainsi, le décalage en longueur d'onde de résonance $\Delta\lambda_{res}$ provoqué par la présence de biomarqueurs va être extrapolé par l'effet Vernier, augmentant alors la gamme de détection du capteur, et donc ses performances.

En 2017, P. AZUELOS *et al.* obtiennent, avec une configuration combinant MZI et MR en SU8, une LD de $1,1 \cdot 10^{-6}$ UIR et une sensibilité de $1,7 \cdot 10^4$ nm/UIR pour la détection homogène de glucose dans de l'eau désionisée [72]. En utilisant des MR cascades en SOI, Y. LIU *et al.* obtiennent, pour la détection de NaCl dans l'eau, une LD de $1,3 \cdot 10^{-5}$ UIR et une sensibilité de 5 866 nm/UIR [69]. La même année, dans une configuration similaire, S. YOSHIDA *et al.* obtiennent pour la détection surfacique d'avidine une LD de 1 pM ($67 \mu\text{g/mL}$) et une sensibilité de 20 pM ($1\,340 \text{ nm}/(\mu\text{g/mL})$) [73]. En 2018, également à l'aide de MR cascades en SOI, C. ZHAO *et al.* obtiennent une LD de $2,49 \cdot 10^{-2}$ UIR et une sensibilité de 7 386 nm/UIR pour la détection homogène d'éthylène glycol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) dans l'eau [74]. Nous pouvons constater que les LD des biocapteurs exploitant l'effet Vernier sont du même ordre de grandeur que lors de l'utilisation d'un transducteur seul, mais que les sensibilités augmentent d'un facteur de l'ordre de 100 lorsque l'effet Vernier est exploité. Les performances de ces biocapteurs sont présentées dans le Tableau 1.9.

Tableau 1.9 – État de l'art des performances des biocapteurs à base de plusieurs transducteurs intégrés.

Détection	Configuration	Biomarqueur	Matériau	LD	S	Année	Référence
Homogène	MZI+MR	Glucose	SU8 (massif)	$1,1 \cdot 10^{-6}$ UIR	$1,7 \cdot 10^4$ nm/UIR	2017	[72]
Homogène	MR cascades	NaCl	SOI (massif)	$1,3 \cdot 10^{-5}$ UIR	5 866 nm/UIR	2017	[69]
Homogène	MR cascades	C ₂ H ₆ O ₂	SOI (massif)	$2,49 \cdot 10^{-2}$ UIR	7 386 nm/UIR	2018	[74]
Surfacique	MZI+MR	Avidine	SOI (massif)	67 μg/mL 1 pM	1 340 nm/(μg/mL) 20 pM	2017	[73]

1.4.4 Résumé de l'état de l'art

De nombreuses études font état de l'utilisation des capteurs optiques pour la détection de biomarqueurs et certains sont commercialisés, comme la SPR qui offre des performances en terme de LD de l'ordre de 10^{-7} UIR. Néanmoins, la principale contrainte de ce système reste son manque de possibilité d'intégration, rendant la technologie peu compacte. Quand à la SERS, elle peut offrir de LD de l'ordre du μ g/mL, et encore inférieures depuis l'utilisation de matériaux poreux. Les performances de cette méthode de détection sont cependant limitées par la taille de la molécule, qui doit être d'un ordre supérieur au nanomètre [75]. La complexité de fabrication des MS rend la technologie moins attrayante bien qu'elles possèdent des performances de l'ordre 10^4 nm/(μ g/mL) en terme de sensibilité et de l'ordre de 10^{-4} μ g/mL en terme de LD à l'aide de matériaux poreux.

Les études tendent de plus en plus vers l'exploitation de l'optique intégrée pour la réalisation des transducteurs. Cette méthode de fabrication similaire à celle pour la microélectronique permet d'obtenir des composants optiques de très faibles dimensions, de l'ordre du micromètre. Deux catégories sont principalement utilisées : les structures interférométriques et les structures résonantes. Si les premières structures présentent globalement de meilleures performances en LD, de l'ordre de 10^{-7} UIR, des structures résonantes comme les CP présentent de meilleurs résultats en terme de sensibilité, de l'ordre de 10^5 nm/UIR, en atteignant des LD de l'ordre de 10^{-3} UIR. Cependant, la complexité dans la réalisation de telles structures les rendent moins attrayantes que les structures résonantes circulaires, comme le sont les MD et les MR.

En ce qui concerne les MD, les configurations montées sur piédestal offrent les meilleures performances en terme de LD et de sensibilité notamment grâce à leurs facteurs de qualité élevés. L'étape de fabrication du piédestal fragilise par contre la structure et est une étape complexe qui limite sa reproductibilité, notamment pour la mise en cascade de plusieurs transducteurs. Les MR présentent au final plusieurs avantages, comme la compacité, la facilité de fabrication et la reproductibilité, comblant les inconvénients des autres transducteurs et en atteignant des LD de l'ordre de 10^{-5} UIR. La possibilité de mettre en cascade plusieurs MR permet d'obtenir des sensibilités en terme de biodétection de l'ordre de 10^5 nm/UIR, similaires aux CP.

1.4.5 Vers un capteur hybride à base de silicium poreux et de polymères

Toujours afin d'améliorer les performances des capteurs optiques en terme de détection, l'utilisation de plusieurs matériaux pour leur réalisation a pour but de profiter des avantages combinés des matériaux tout en comblant leurs inconvénients.

P. AZUELOS *et al.* [76] proposent l'utilisation conjointe du silicium poreux et de matériaux polymères, ceci afin de profiter de la grande surface spécifique qu'offre le silicium poreux tandis que le polymère assure une meilleure transmission de la lumière par rapport à une structure guidante en silicium poreux seule.

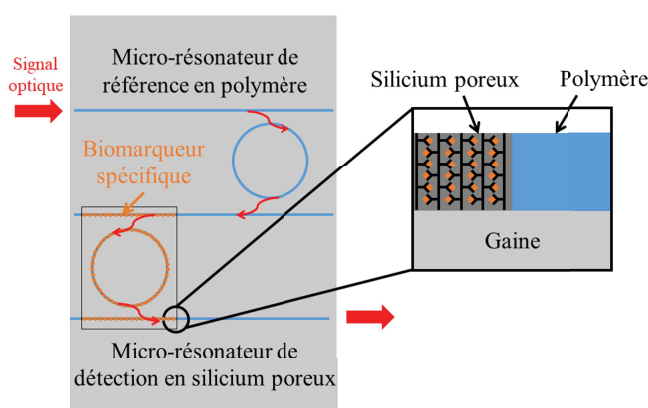


FIGURE 1.18 – Représentation d'un biocapteur hybride à base de silicium poreux et de polymères exploitant l'effet Vernier dans le cadre de micro-résonateurs cascades.

Pour exploiter l'effet Vernier, la mise en cascade de deux micro-résonateurs, l'un en polymère et servant de référence, l'autre en silicium poreux et servant pour la détection de biomarqueurs (Figure 1.18) entre dans la continuité d'exploiter les avantages combinés des matériaux tout en exploitant une configuration de structure très prometteuse dans le domaine de la biodétection. L'étude théorique présente des résultats de 19 fg/mm^2 en terme de limite de détection et de $12,5 \text{ nm}/(\text{pg/mm}^2)$ en terme de sensibilité pour la détection surfacique de BSA.

1.5 Conclusion et objectifs de la thèse

Les performances des capteurs doivent être toujours meilleures en présentant des sensibilités plus élevées et des limites de détection plus faibles. Dans le domaine des biocapteurs à base de transducteurs optiques intégrés, les micro-résonateurs offrent une simplicité de fabrication et une bonne compacité, ce qui rend la technologie attrayante et une volonté d'améliorer encore les performances de ces capteurs.

Les biocapteurs optiques exploitant l'effet Vernier permettent d'obtenir les meilleurs sensibilités, de l'ordre de 10^5 nm/UIR . La structure est composée de plusieurs transducteurs mis en cascade afin d'exalter la sensibilité du biocapteur en comparaison à l'utilisation d'un transducteur seul. De plus, l'utilisation de matériaux poreux ont également

permis d'améliorer les performances des transducteurs optiques en comparaison à ceux en matériaux massifs.

L'objectif de cette thèse est d'améliorer les performances des biocapteurs optique, ceci en réalisant un micro-résonateur hybride à base de silicium poreux et de polymères, afin de profiter des avantages respectifs de grande surface spécifique de détection et d'une meilleure transmission de la lumière. La lumière sera injectée dans le guide d'onde en polymères et sera couplé à un micro-résonateur en silicium poreux, lui-même couplé à un autre guide d'onde en polymères, amenant la lumière jusqu'au détecteur. Les principales contraintes dans la fabrication d'une telle structure sont que les indices de réfraction des matériaux doivent être identiques, pour empêcher de voir l'apparition de pertes dues à un changement de milieu, et l'alignement des guides d'onde pour les connecter bout-à-bout. Le polymère envisagé pour la couche guidante est la SU8, un matériau utilisé et maîtrisé au sein de l'institut FOTON dans la réalisation de transducteurs optiques intégrés.

Au cours de cette étude, nous serons amenés à fabriquer des couches de silicium poreux avec des indices de réfraction très précis pour faciliter la transmission de la lumière entre le cœur du guide en silicium poreux et celui en SU8. Afin de valider le modèle de fabrication des multicouches poreuses par une étude systématique, nous fabriquerons et caractériserons des micro-résonateurs en silicium poreux constitués de quatre couches successives, dont deux servant de couches barrières. La validation du modèle théorique, préalablement conçu par simulation, par la caractérisation des micro-résonateurs permettra en effet de valider le bon contrôle de la fabrication des couches successives de silicium poreux avec des indices de réfraction bien définis.

Pour estimer les performances de la structure hybride pour des applications capteurs, nous réaliserons la détection homogène de différentes concentrations de glucose, ainsi que la détection surfacique de BSA dont le greffage par fonctionnalisation est maîtrisé au sein du laboratoire. Ceci permettra de démontrer expérimentalement les performances en sensibilité et en limite de détection du biocapteur et de les comparer avec un biocapteur en silicium poreux seul. Enfin, l'idée est d'implémenter la structure hybride dans un système exploitant l'effet Vernier comme présenté en Figure 1.18 où un micro-résonateur en SU8 sert de référence et ladite structure hybride servant pour la détection de BSA. Les performances d'une telle structure ont été estimées à 19 fg/mm^2 en terme de limite de détection et de $12,5 \text{ nm/(pg/mm}^2)$ en terme de sensibilité pour la détection surfacique de BSA.

CHAPITRE 2

PRINCIPES PHYSIQUES DE PROPAGATION GUIDÉE ET APPLICATION AUX MICRO-RÉSONATEURS

Sommaire

2.1	Propagation de la lumière	30
2.1.1	Résolution des équations de propagation	30
2.1.2	La propagation dans des guides d'onde	32
2.1.3	Généralisation des équations de propagation	36
2.1.4	Le confinement de la lumière dans des guides d'onde bidimensionnels	38
2.2	Couplage entre deux guides d'onde	42
2.2.1	Couplage bout à bout	42
2.2.2	Couplage par <i>tapers</i>	44
2.2.3	Couplage par ondes évanescentes	46
2.3	Pertes optiques dans les guides d'onde	52
2.3.1	Les pertes de diffusion	53
2.3.2	Les pertes d'absorption	54
2.3.3	Les pertes par courbure	55
2.4	Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur	56
2.4.1	Fonction de transfert d'un micro-résonateur	56
2.4.2	Caractéristiques d'intérêt d'un micro-résonateur	59
2.5	Principe de détection d'un biocapteur à base de micro-résonateur	61
2.5.1	Analyse du décalage de la longueur d'onde de résonance d'un micro-résonateur	61
2.5.2	Différents types de détection	62
2.5.3	Optimisation des performances des biocapteurs à base de micro-résonateurs	64
2.6	Conclusion	65

Ce chapitre porte dans un premier temps sur le rappel de la théorie des principes physiques de propagation de la lumière. Le confinement de la lumière dans un guide d'onde est présenté dans un deuxième temps, ce qui permet ensuite de présenter des structures plus complexes comme les micro-résonateurs. Dès lors, l'application en tant que biocapteur optique est présentée en observant la transmission en sortie de la structure résonante en fonction des différentes perturbations, comme la présence de biomarqueurs à proximité du guide d'onde, ce qui permet d'en extraire les notions de sensibilité et de limite de détection. Dans un dernier temps, l'optimisation des différents paramètres pour une propagation monomodale et l'obtention du couplage critique entre le guide d'onde et la cavité résonante sont déterminés afin de faciliter la biodétection et la conception de la structure du transducteur.

2.1 Propagation de la lumière

La lumière est une onde qui n'a pas forcément besoin de support matériel pour se propager dans un milieu. On la définit comme une onde électromagnétique, car elle peut être séparée en deux composantes vectorielles, appelées champs, qui sont les champs électrique et magnétique.

Dans le vide, elle se propage à une vitesse constante d'environ 300 000 km/s, appelée célérité et notée c . Cette vitesse varie en fonction du milieu de propagation dans laquelle elle se propage, définie par la relation suivante :

$$v = \frac{c}{n}, \quad (2.1)$$

où v correspond à la vitesse de la lumière dans le milieu d'indice de réfraction n . Dans l'air, $n \simeq 1$, ce qui signifie que la vitesse de propagation de la lumière dans l'air est considérée comme la même que dans le vide.

2.1.1 Résolution des équations de propagation

Dans cette section, nous nous intéresserons à la propagation de la lumière dans un matériau avec l'approche de la théorie de l'électromagnétisme.

2.1.1.1 Les équations de Maxwell

Dans un matériau, la propagation de la lumière peut être décrite par les équations de Maxwell, représentant les lois fondamentales de la physique. Elles sont données par [77] :

$$\begin{cases} \nabla \cdot \vec{B} = 0 & (2.2a) \\ \nabla \cdot \vec{D} = \rho & (2.2b) \\ \nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} & (2.2c) \\ \nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}, & (2.2d) \end{cases}$$

où les vecteurs \vec{E} et \vec{H} représentent respectivement les champs électrique et magnétique. L'opérateur Nabla, ∇ , correspond à l'opérateur vectoriel tridimensionnel. Le vecteur \vec{J}

représente la densité de courant tandis que ρ représente la densité de charge. Les vecteurs \vec{D} et \vec{B} représentent respectivement les densités de flux électrique et magnétique, et sont proportionnellement reliés à \vec{E} et \vec{H} par les relations :

$$\begin{cases} \vec{D} = \epsilon \vec{E} \\ \vec{B} = \mu \vec{H}, \end{cases} \quad (2.3a)$$

$$(2.3b)$$

où ϵ et μ représente respectivement la permittivité diélectrique et la perméabilité magnétique du milieu.

2.1.1.2 L'équation d'onde

Les guides d'onde étudiés aux cours de cette thèse sont réalisés à base de matériaux diélectriques, non-magnétiques, et avec des densités de courant et de charge nulles. En combinant ainsi les nouvelles Équations (2.2c) et (2.2d), nous obtenons les équations d'ondes pour les champs électrique et magnétique respectivement :

$$\begin{cases} \nabla^2 E_i(\vec{r}, t) - \mu\epsilon \frac{\partial^2 E_i(\vec{r}, t)}{\partial t^2} = 0 \\ \nabla^2 H_i(\vec{r}, t) - \mu\epsilon \frac{\partial^2 H_i(\vec{r}, t)}{\partial t^2} = 0. \end{cases} \quad (2.4a)$$

$$(2.4b)$$

En admettant que les coordonnées d'espace et de temps sont indépendantes entre elles, l'utilisation de la méthode de séparation des variables (SV) nous permet d'obtenir les solutions homogènes des Équations (2.4a) et (2.4b), qui sont de la forme :

$$\begin{cases} E_i(\vec{r}, t) \stackrel{\text{SV}}{=} E_i(\vec{r}) E_i(t) = E_0 e^{j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \\ H_i(\vec{r}, t) \stackrel{\text{SV}}{=} H_i(\vec{r}) H_i(t) = H_0 e^{j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})}, \end{cases} \quad (2.5a)$$

$$(2.5b)$$

où E_0 et H_0 représentent respectivement les amplitudes des composantes $E_i(\vec{r}, t)$ et $H_i(\vec{r}, t)$ dans un système de coordonnées cartésiennes ($i = \{x; y; z\}$). Le vecteur \vec{r} correspond à la coordonnée cartésienne d'étude tandis que ω correspond à la pulsation angulaire de l'onde. Le vecteur \vec{k} représente le vecteur d'onde définissant la direction de propagation de la lumière ainsi que son sens de propagation en fonction de son signe, et de norme :

$$\|\vec{k}\| = \omega_0 \sqrt{\mu\epsilon} = \frac{\omega_0}{v} = k_0 n, \quad (2.6)$$

avec $k_0 = \frac{\omega_0}{c}$, le vecteur d'onde dans le vide, dépendant également de la longueur d'onde dans le vide λ_0 , définie comme la distance séparant deux maxima consécutifs des amplitudes des composantes, donnant ainsi la relation :

$$k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0}. \quad (2.7)$$

2.1.2 La propagation dans des guides d'onde

Dans le but de maîtriser sa propagation, on utilise des guides d'onde afin de confiner la lumière pour la transporter jusqu'à la destination souhaitée. Ceux-ci exploitent le phénomène de réflexion totale interne qui se produit lorsque la lumière est complètement réfléchi à la surface d'un milieu. Dans cette section, nous nous intéresserons aux différentes configurations des guides d'onde ainsi que de la propagation de la lumière dans de telles structures avec l'approche de l'optique géométrique.

2.1.2.1 Les configurations des guides d'onde

Un guide d'onde est majoritairement constitué d'une couche guidante entourée d'une ou plusieurs couches d'indice de réfraction plus faible et permettant, si toutes les conditions sont respectées, le confinement de la lumière dans cette couche. La Figure 2.1 présente un exemple de guide d'onde unidimensionnel, appelé guide plan, et un exemple de guide d'onde bidimensionnel, appelé guide ridge. Dans la plupart des cas, ils sont constitués de trois couches de matériaux :

- Une couche de confinement optique supérieure, également appelée superstrat et d'indice de réfraction n_{sp} .
- Une couche guidante, ou de cœur et d'indice de réfraction n_c .
- Une couche de confinement optique inférieure, également appelée gaine et d'indice de réfraction n_{cf} .

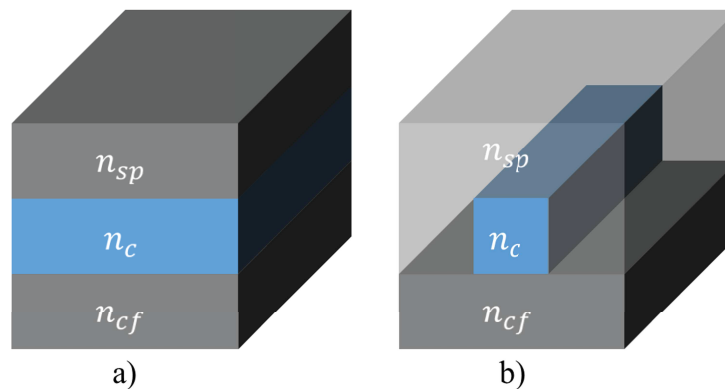


FIGURE 2.1 – Différentes configurations de guides d'onde : a) Guide unidimensionnel (plan) ; b) Guide bidimensionnel (ridge). Les indices n_{sp} , n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de superstrat, de cœur et de gaine.

Pour obtenir une propagation dans le cœur du guide d'onde, il est nécessaire que son indice de réfraction soit supérieur aux indices de réfraction des couches de superstrat et de confinement. Pour rappel, les indices de réfraction sont déterminés en faisant le rapport de la vitesse de la lumière dans ce matériau par la célérité (Équation (2.1)).

2.1.2.2 Le phénomène de réflexion totale interne

À présent, pour confiner et guider la lumière dans le cœur d'un guide d'onde afin de la transporter d'un point à un autre, ce dernier doit exploiter le phénomène de réflexion totale

interne. Nous nous intéressons dans un premier temps aux phénomènes de réfraction et de réflexion à l'interface de deux matériaux d'indices de réfraction n_1 et n_2 avec $n_1 > n_2$. La Figure 2.2 schématise les différents phénomènes du point de vue de l'optique géométrique en fonction de l'angle d'incidence du faisceau lumineux θ_i à l'interface entre un milieu d'indice de réfraction n_1 et un milieu d'indice de réfraction n_2 . La relation liant l'angle d'incidence du faisceau lumineux θ_i et son angle de réfraction θ_r à l'interface des deux matériaux est donnée par la loi de Snell-Descartes [78] :

$$n_1 \sin(\theta_i) = n_2 \sin(\theta_r). \quad (2.8)$$

En observant l'Équation (2.8), on remarque qu'il existe un angle d'incidence θ_i pour lequel l'angle de réfraction θ_r est maximal, valant par conséquent $\frac{\pi}{2}$. Cet angle est appelé angle critique θ_{cr} et vaut :

$$\theta_{cr} = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right). \quad (2.9)$$

Lorsque $\theta_i > \theta_{cr}$, la lumière n'est plus réfractée, mais réfléchié totalement par l'interface des deux matériaux.

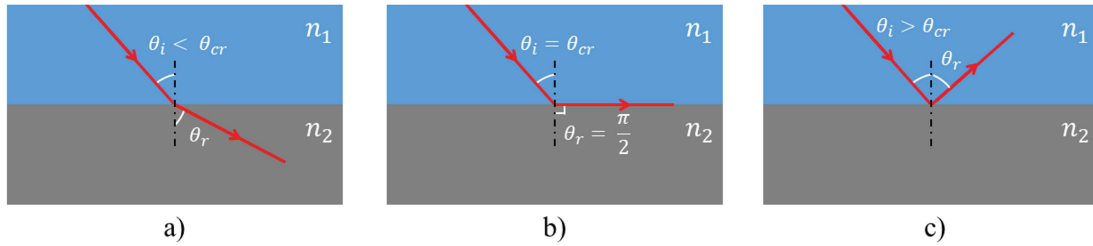


FIGURE 2.2 – Observation des différents phénomènes de réfraction et de réflexion à l'interface de deux matériaux, d'indices de réfraction n_1 et n_2 avec $n_1 > n_2$, en fonction de l'angle d'incidence du faisceau lumineux θ_i : a) $\theta_i < \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfracté avec un angle $\theta_r < \frac{\pi}{2}$; b) $\theta_i = \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfracté avec un angle $\theta_r = \frac{\pi}{2}$; c) $\theta_i > \theta_{cr}$, le faisceau lumineux est réfléchi par l'interface des matériaux.

Dans le cas d'un guide plan, le cœur de hauteur h et d'indice de réfraction n_c est confinée entre deux couches de confinement, le superstrat, d'indice de réfraction n_{sp} et la gaine, d'indice de réfraction n_{cf} , avec $n_c > n_{sp}$ et $n_c > n_{cf}$. En reprenant l'Équation (2.8) pour les deux interfaces, il est possible d'isoler les angles critiques associés aux interfaces du superstrat et de la gaine, ainsi :

$$\left\{ \begin{array}{l} \theta_{cr_{sp}} = \arcsin\left(\frac{n_{sp}}{n_c}\right) \end{array} \right. \quad (2.10a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \theta_{cr_{cf}} = \arcsin\left(\frac{n_{cf}}{n_c}\right). \end{array} \right. \quad (2.10b)$$

On comprend alors en reprenant les exemples de la Figure 2.2 que les angles d'incidence du faisceau lumineux θ_{i_j} ($j = \{sp; cf\}$) doivent être supérieurs aux angles critiques associés aux interfaces du superstrat et de la couche de confinement.

En effet, comme le présente la Figure 2.3 :

- Si $\theta_{i_{cf}} < \theta_{cr_{cf}}$, le faisceau lumineux est réfracté dans la gaine (Figure 2.2.a)).
- Si $\theta_{i_{cf}} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{i_{sp}} < \theta_{cr_{sp}}$, le faisceau lumineux est réfléchi par la gaine, mais est réfracté dans le superstrat (Figure 2.2.b)).
- Si $\theta_{i_{cf}} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{i_{sp}} > \theta_{cr_{sp}}$, le faisceau lumineux est réfléchi par la gaine puis est réfléchi par le superstrat (Figure 2.2.c)).

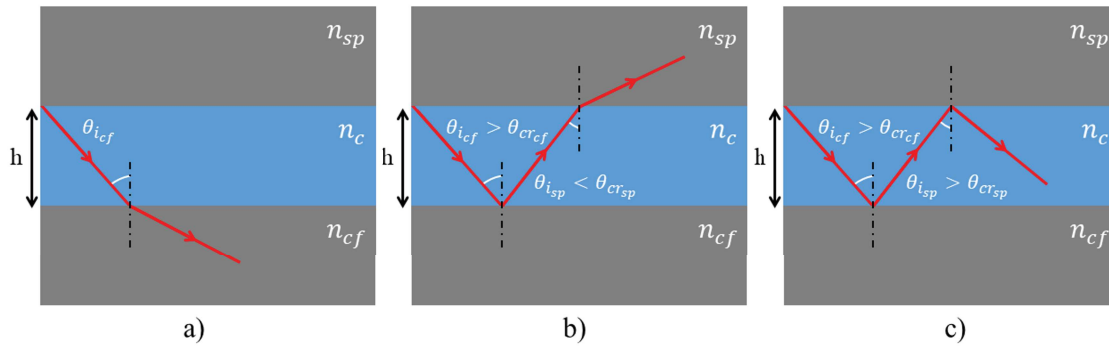


FIGURE 2.3 – Observation des différents phénomènes de réfraction et de réflexion dans le cas d’un guide plan constitué d’un superstrat, d’indice de réfraction n_{sp} , d’un cœur, de hauteur h et d’indice de réfraction n_c , et d’une gaine, d’indice de réfraction n_{cf} , avec $n_c > n_{sp}$ et $n_c > n_{cf}$, en fonction de l’angle d’incidence du faisceau lumineux : a) $\theta_{i_{cf}} < \theta_{cr_{cf}}$; b) $\theta_{i_{cf}} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{i_{sp}} < \theta_{cr_{sp}}$; c) $\theta_{i_{cf}} > \theta_{cr_{cf}}$ et $\theta_{i_{sp}} > \theta_{cr_{sp}}$.

Ces conditions respectées assurent la propagation de la lumière à l’intérieur du cœur du guide d’onde jusqu’à sa sortie, il s’agit du phénomène de réflexion totale interne.

2.1.2.3 La notion d’indice effectif

Lorsque nous représentons la lumière sous la forme d’un faisceau lumineux, nous négligeons son caractère d’onde et donc sa phase. La Figure 2.4 permet de visualiser le phénomène d’interférences constructives et destructives après deux réflexions aux interfaces.

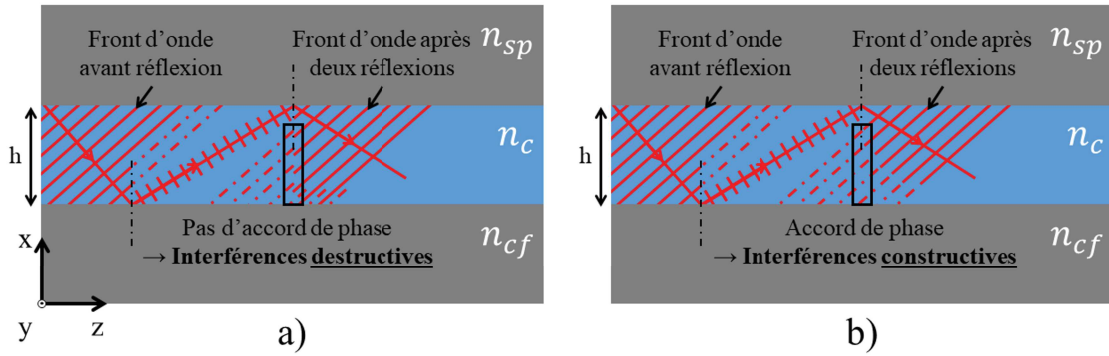


FIGURE 2.4 – Condition sur la phase permettant la propagation de la lumière dans un guide plan constitué d'un superstrat, d'indice de réfraction n_{sp} , d'un cœur, de hauteur h et d'indice de réfraction n_c , et d'une gaine, d'indice de réfraction n_{cf} , avec $n_c > n_{sp}$ et $n_c > n_{cf}$: a) Interférences destructives ; b) Interférences constructives.

En effet, le front d'onde caractéristique des ondes planes dont fait partie la lumière doit se répéter après deux réflexions aux interfaces pour ne pas obtenir un désaccord de phase et donc des interférences destructives (Figure 2.4.a).

Pour obtenir une interférence constructive (Figure 2.4.b)), le déphasage, c'est-à-dire la différence de phase, entre l'onde incidente et l'onde réfléchi deux fois doit être un multiple de 2π [79], donnant la condition suivante :

$$2k_0 n_c h \cos(\theta_i) - \Phi_{cf} - \Phi_{sp} = 2\pi m \quad m \in \mathbb{N}, \quad (2.11)$$

avec k_0 , la norme du vecteur d'onde dans le vide définie par l'Équation (2.7). Φ_{cf} et Φ_{sp} représentent respectivement le déphasage induit par la réflexion aux surfaces des couches de confinement et de superstrat respectivement. L'angle incident θ_i correspond à l'angle respectant la condition géométrique de réflexion totale interne.

On comprend par conséquent que seuls certains de ces angles incidents θ_i permettent d'obtenir une interférence constructive assurant le guidage de l'onde, que l'on notera θ_m . Ces ondes sont appelées modes guidés m , et lorsque $m = 0$, on parle du mode dit fondamental.

Le vecteur d'onde de chaque mode guidé m peut être projeté selon l'axe transversal et longitudinal de la direction de propagation, ce qui le décompose de la manière suivante :

$$\vec{k} = k_x \cdot \vec{x} + \beta_m \cdot \vec{z}, \quad (2.12)$$

avec β_m la norme du vecteur longitudinal projeté du vecteur d'onde \vec{k} appelée constante de propagation. Cette constante est reliée à l'angle incident θ_m permettant la propagation du mode guidé m par la loi trigonométrique suivante :

$$\beta_m = k_0 n_c \sin(\theta_m). \quad (2.13)$$

En reprenant la condition géométrique de réflexion totale interne, nous pouvons borner les valeurs de $\sin(\theta_m)$, donnant ainsi les inégalités suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{n_{sp}}{n_c} < \sin(\theta_m) < 1 \\ \frac{n_{cf}}{n_c} < \sin(\theta_m) < 1, \end{array} \right. \quad (2.14a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{n_{sp}}{n_c} < \sin(\theta_m) < 1 \\ \frac{n_{cf}}{n_c} < \sin(\theta_m) < 1, \end{array} \right. \quad (2.14b)$$

puis en faisant apparaître la constante de propagation β_m , les inégalités deviennent :

$$\left\{ \begin{array}{l} n_{sp} < \frac{\beta_m}{k_0} < n_c \\ n_{cf} < \frac{\beta_m}{k_0} < n_c. \end{array} \right. \quad (2.15a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} n_{sp} < \frac{\beta_m}{k_0} < n_c \\ n_{cf} < \frac{\beta_m}{k_0} < n_c. \end{array} \right. \quad (2.15b)$$

Il existe ainsi également une condition sur l'indice de réfraction du mode guidé m . On parle dans ce cas de l'indice de réfraction perçu par le mode guidé m , ou indice effectif du mode m défini par :

$$n_{effm} = \frac{\beta_m}{k_0}, \quad (2.16)$$

isolant ainsi la condition de propagation suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} n_{sp} < n_{effm} < n_c \\ n_{cf} < n_{effm} < n_c. \end{array} \right. \quad (2.17a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} n_{sp} < n_{effm} < n_c \\ n_{cf} < n_{effm} < n_c. \end{array} \right. \quad (2.17b)$$

Tout mode guidé ne respectant pas cette condition est appelé un mode à fuites, car ils « fuient » le cœur par le superstrat ou la gaine.

2.1.3 Généralisation des équations de propagation

Du point de vue de l'électromagnétisme, le champ électrique peut être orienté de deux manières par rapport aux plans des interfaces. On parle alors d'une onde transverse électrique (TE), ou mode TE, lorsque le champ électrique est perpendiculaire au plan d'incidence, ou d'une onde transverse magnétique (TM), ou mode TM, lorsque le champ électrique est parallèle au plan d'incidence. Ces deux modes, dits de polarisation, sont représentés en Figure 2.5 et nous pouvons remarquer une simplification des équations d'ondes pour les champs électrique et magnétique, respectivement Équations (2.4a) et (2.4b), pour le cas d'une propagation suivant l'axe z :

- Les composantes E_x , E_z et H_y sont nulles dans le cas des modes TE.
- Les composantes H_x , H_z et E_y sont nulles dans le cas des modes TM.

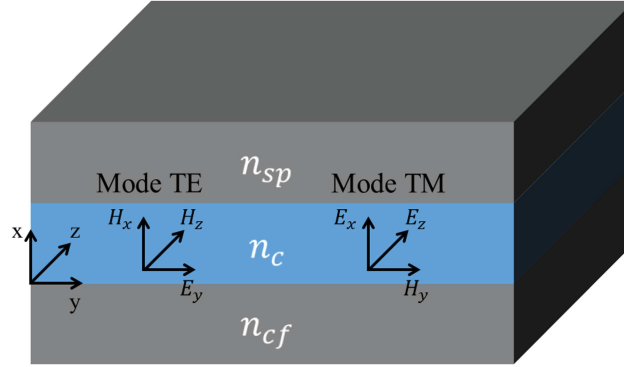


FIGURE 2.5 – Modes de polarisation TE et TM confinés dans un guide unidimensionnel.

De plus, le guide d'onde unidimensionnel de hauteur de cœur h présentant une symétrie suivant l'axe z , et le profil d'indice restant constant dans la direction y , nous pouvons réécrire ces mêmes équations d'ondes respectant les conditions présentées en Sections 2.1.2.2 et 2.1.2.3 :

$$\begin{cases} \nabla^2 E_y(x) + k_0^2(n^2(x) - n_{effm}^2)E_y(x) = 0 & (2.18a) \\ \nabla^2 H_y(x) + k_0^2(n^2(x) - n_{effm}^2)H_y(x) = 0, & (2.18b) \end{cases}$$

avec $n(x)$ l'indice de réfraction suivant la région, soit :

$$n(x) = \begin{cases} n_{cf} & \text{pour } x < 0 \\ n_c & \text{pour } 0 \leq x \leq h \\ n_{sp} & \text{pour } x > h. \end{cases} \quad (2.19)$$

Les solutions des équations dépendent du signe de $n^2(x) - n_{effm}^2$ et donc de la région d'étude. En effet, grâce aux Équations (2.17a) et (2.17b) nous pouvons affirmer que :

$$(n^2(x) - n_{effm}^2) \begin{cases} < 0 & \text{pour } x < 0 \\ > 0 & \text{pour } 0 \leq x \leq h \\ < 0 & \text{pour } x > h. \end{cases} \quad (2.20)$$

Dans le cas où $n(x)^2 - n_{effm}^2$ est positif, la solution des Équations (2.18a) et (2.18b) est sinusoïdale, alors que dans le cas où $n(x)^2 - n_{effm}^2$ est négatif, la solution des Équations (2.18a) et (2.18b) est exponentielle. Dans ce second cas, on choisit la forme exponentielle décroissante pour que la solution soit physique. Il nous est ainsi possible de résoudre les Équations (2.18a) et (2.18b) en fonction de la région.

Pour les modes TE :

$$E_y(x) = \begin{cases} E_0 e^{-\gamma_{cf}(x+h)} & \text{pour } x < 0 \\ \begin{cases} E_0 \cos(\kappa_c x) & \text{pour } 0 \leq x \leq h \text{ et } m \text{ pair} \\ E_0 \sin(\kappa_c x) & \text{pour } 0 \leq x \leq h \text{ et } m \text{ impair} \end{cases} \\ E_0 e^{-\gamma_{sp}(x)} & \text{pour } x > h. \end{cases} \quad (2.21)$$

Pour les modes TM :

$$H_y(x) = \begin{cases} H_0 e^{-\gamma_{cf}(x+h)} & \text{pour } x < 0 \\ \begin{cases} H_0 \cos(\kappa_c x) & \text{pour } 0 \leq x \leq h \text{ et } m \text{ pair} \\ H_0 \sin(\kappa_c x) & \text{pour } 0 \leq x \leq h \text{ et } m \text{ impair} \end{cases} \\ H_0 e^{-\gamma_{sp}(x)} & \text{pour } x > h, \end{cases} \quad (2.22)$$

avec κ_c la composante transverse du vecteur d'onde \vec{k} dans le cœur. γ_{sp} et γ_{cf} représente respectivement les coefficients d'atténuation dans les couches de superstrat et de confinement. Tous trois ont pour équation :

$$\begin{cases} \kappa_c = k_0 \sqrt{n_c^2 - n_{effm}^2} & (2.23a) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \gamma_{sp} = k_0 \sqrt{n_{effm}^2 - n_{sp}^2} & (2.23b) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \gamma_{cf} = k_0 \sqrt{n_{effm}^2 - n_{cf}^2}. & (2.23c) \end{cases}$$

2.1.4 Le confinement de la lumière dans des guides d'onde bidimensionnels

Les guides d'onde conçus dans cette thèse sont bidimensionnels, c'est-à-dire que l'on vient également confiner latéralement le cœur. Il existe différentes configurations, dont trois d'entre elles sont présentées en Figure 2.6 : les guides ridges (Figure 2.6.a)), les guides enterrés (Figure 2.6.b)) et les guides rib (Figure 2.6.c)). Dans cette thèse, nous réalisons des guides d'onde en configuration ridge.

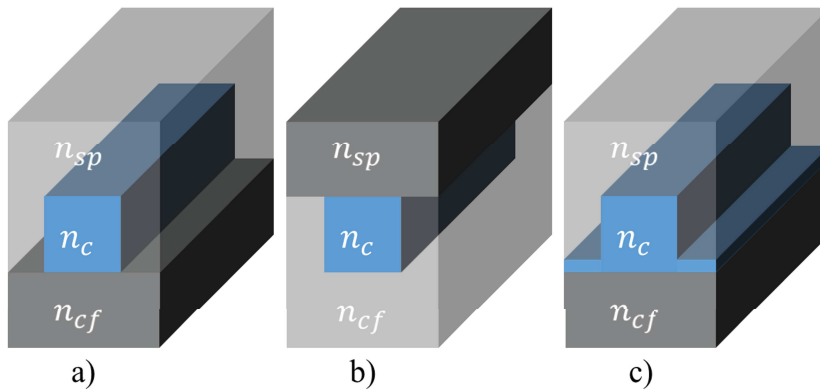


FIGURE 2.6 – Différentes configurations de guides d'onde bidimensionnels : a) Guide ridge ; b) Guide enterré ; c) Guide rib. Les indices n_{sp} , n_c et n_{cf} correspondent respectivement aux indices de superstrat, de cœur et de confinement.

Cependant, le confinement latéral dans le cœur ne rend plus le champ électromagnétique invariant dans la direction y . Cela rend la résolution des équations d'ondes (Équations (2.4a) et (2.4b)) plus complexe au point qu'elles ne sont plus résolubles analytiquement.

Pour connaître quels modes peuvent être guidés par de telles structures, des modèles analytiques permettent d'approcher les solutions exactes des équations d'ondes, comme nous le verrons avec la méthode de l'indice effectif. Des modèles numériques ont également été implémentés, par exemple sous le langage MATLAB [80], et ont permis de développer des logiciels comme FIMMWAVE ou COMSOL.

2.1.4.1 La méthode de l'indice effectif

Dans cette section, nous présentons la méthode analytique dite de l'indice effectif permettant d'analyser la propagation de la lumière dans un guide d'onde bidimensionnel ridge, ceci en divisant la structure en deux guides d'onde unidimensionnels dont la résolution a été présentée en Section 2.1.2. En reprenant les Équations (2.18a) et (2.18b) pour la propagation d'une onde suivant l'axe z , mais tenant compte que l'hypothèse sur l'invariance dans la direction y n'est plus vraie, nous obtenons les nouvelles équations d'onde suivante :

$$\begin{cases} \nabla^2 E_y(x,y) + k_0^2(n^2(x,y) - n_{eff_m}^2)E_y(x,y) = 0 & (2.24a) \\ \nabla^2 H_y(x,y) + k_0^2(n^2(x,y) - n_{eff_m}^2)H_y(x,y) = 0, & (2.24b) \end{cases}$$

avec n_{eff_m} l'indice effectif de la structure à déterminer. Comme énoncé précédemment, la méthode de l'indice effectif vise à diviser la structure bidimensionnelle en deux structures unidimensionnelles comme le montre la Figure 2.7.

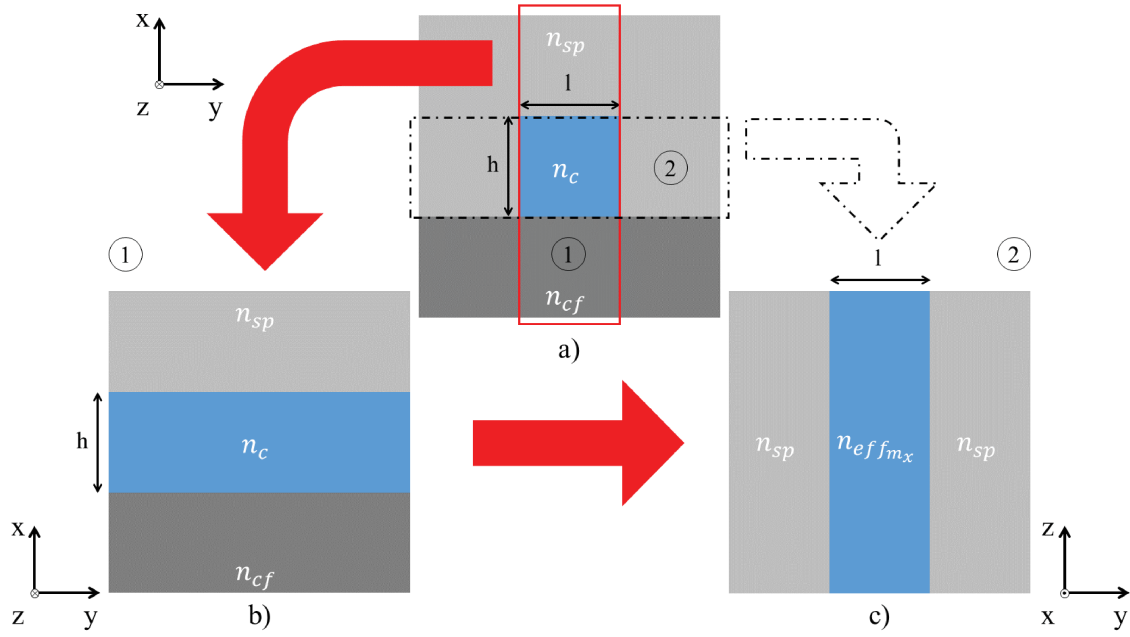


FIGURE 2.7 – Schématisation des étapes de la méthode de l'indice effectif pour un guide ridge de hauteur h et de largeur l : a) Guide ridge divisé en deux structures unidimensionnelles exploitables ; b) Étape 1 : Détermination de l'indice effectif n_{effm_x} du guide d'onde unidimensionnel 1 ; c) Étape 2 : Détermination de l'indice effectif n_{effm} du guide d'onde unidimensionnel 2, où la largeur l devient la hauteur du cœur et n_{effm_x} son indice de réfraction.

Cette division du guide d'onde bidimensionnel permet d'isoler l'indice effectif n_{effm_x} comme l'indice effectif du guide d'onde unidimensionnel 1. Son profil d'indice restant constant dans la direction y , cette variable qui ne dépend donc que de x peut être injectée dans les Équations (2.24a) et (2.24b) puis, après avoir utilisé la méthode de séparation des variables, on isole deux par deux les équations d'onde pour obtenir des équations indépendantes entre elles.

Pour les modes TE :

$$\begin{cases} \nabla^2 E_y(x) + k_0^2(n^2(x,y) - n_{effm_x}^2(y))E_y(x) = 0 & (2.25a) \\ \nabla^2 E_y(y) + k_0^2(n_{effm_x}^2(y) - n_{effm}^2)E_y(y) = 0. & (2.25b) \end{cases}$$

Pour les modes TM :

$$\begin{cases} \nabla^2 H_y(x) + k_0^2(n^2(x,y) - n_{effm_x}^2(y))H_y(x) = 0 & (2.26a) \\ \nabla^2 H_y(y) + k_0^2(n_{effm_x}^2(y) - n_{effm}^2)H_y(y) = 0. & (2.26b) \end{cases}$$

Cette méthode permet donc de déterminer l'indice effectif de la structure, ainsi que le nombre de modes guidés. Ce nombre de modes est toujours déterminé en contrôlant les indices de réfraction et la hauteur du cœur comme dans le cas des guides d'onde unidimensionnels, mais vient s'ajouter également sa largeur comme paramètre de contrôle dans le cas des guides d'onde bidimensionnels.

2.1.4.2 Détermination des zones monomodes à l'aide de modèles numériques

Comme nous l'avons vu dans la section précédente, le nombre de modes guidés à l'intérieur d'un guide d'onde bidimensionnel dépend des indices de réfraction des différentes couches, fixés par l'utilisateur au moment du choix des matériaux et peu variables, mais également des dimensions du cœur du guide d'onde ainsi que de la longueur d'onde de travail. La plupart des modèles numériques développés permettent à l'utilisateur de connaître le nombre de modes guidés à l'intérieur d'un guide d'onde en fonction des dimensions de son cœur après avoir fixé les indices de réfraction. Un mode de propagation est identifié par le nombre de nœuds horizontaux i ou verticaux j qu'il possède respectivement (Figure 2.8.a)). Un mode fondamental ne possède aucun nœud, il s'agit donc du mode 00. Le mode 01 possède un nœud vertical tandis que le mode 10 en possède un horizontal.

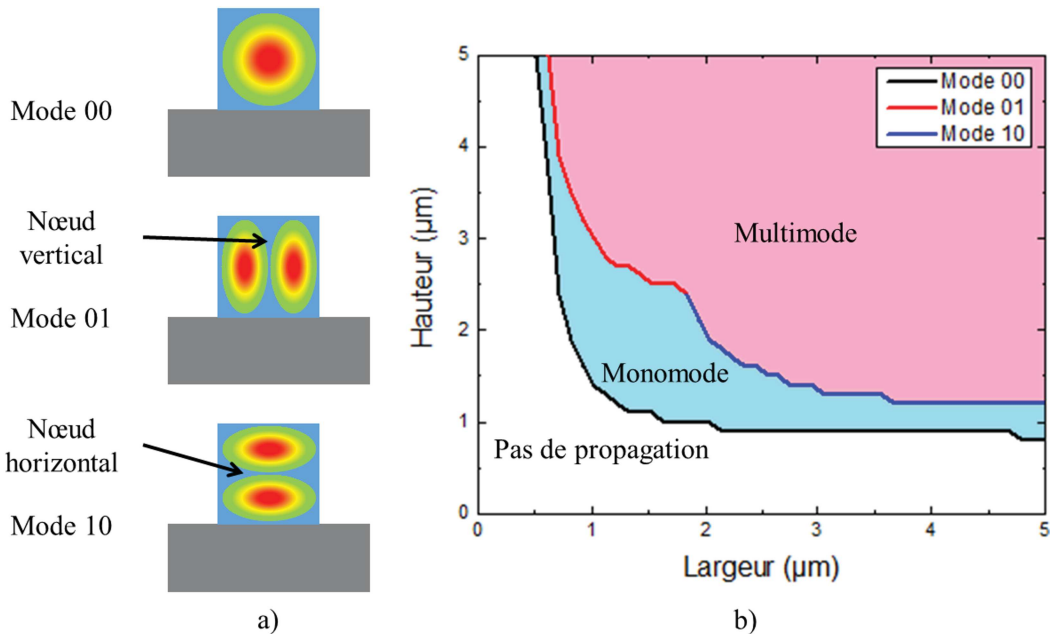


FIGURE 2.8 – a) Représentation schématiques des profils des modes TE 00, 01 et 10 ; b) Illustration des zones de propagation modale à $1,55 \mu\text{m}$ de longueur d'onde de travail après le calcul numérique de l'indice effectif d'un guide d'onde bidimensionnel. Dans cet exemple, pour les modes de propagation TE 00, 01 et 10, $n_{sp} = 1$, $n_c = 1,57$ et $n_{cf} = 1,41$. Le couple $\{h ; l\}$ du cœur varie quant à lui de 0 à $5 \mu\text{m}$. La zone bleue représente l'ensemble des dimensions du cœur qui permet la propagation du mode fondamental seul. La zone rouge représente l'ensemble des dimensions du cœur où des modes supplémentaires peuvent également se propager.

De plus, en balayant un ensemble de couples hauteur ; largeur $\{h ; l\}$, il est possible de déterminer des zones où aucun mode ne peut être guidé, un seul mode peut être guidé, on parle dans ce cas de propagation monomodale et le guide d'onde est dit monomode, ou plusieurs modes peuvent être guidés, on parle dans ce cas de propagation multimodale et le guide d'onde est dit multimode. La Figure 2.8.b) présente un exemple de visualisation des différentes zones de propagation modale en faisant varier la hauteur h et la largeur l du cœur du guide d'onde bidimensionnel.

2.2 Couplage entre deux guides d'onde

Lorsque deux guides d'onde sont suffisamment proches l'un de l'autre, un échange d'énergie se fait entre eux, provoquant alors la propagation d'une partie de la lumière dans le guide de réception, si l'ensemble des conditions présentées en Section 2.1.2.2 et 2.1.2.3 sont respectées. On parle alors de couplage entre les guides d'onde. Nous présentons dans cette section deux types de couplage entre deux guides d'onde : le couplage entre deux guides d'onde bout à bout et le couplage entre deux guides d'onde par ondes évanescentes.

2.2.1 Couplage bout à bout

Dans certaines applications, comme par exemple la télécommunication optique, nous sommes amenés à raccorder des guides d'onde entre eux. Nous souhaitons bien sûr que ce raccordement se fasse avec un minimum de pertes. Lorsque les indices de cœur des guides d'onde ne sont pas identiques, il apparaît une interface causant systématiquement une perte liée au coefficient de transmission de Fresnel T de relation [81] :

$$T = \frac{4n_1n_2}{(n_1 + n_2)^2}. \quad (2.27)$$

Dans le cas idéal présenté en Figure 2.9.a), les cœurs des guides d'onde sont de taille identique et leur centre est rigoureusement aligné. De plus, les deux extrémités des guides d'onde sont parfaitement au contact. Les configurations décrites par les Figures 2.9.b), 2.9.c) et 2.9.d) n'étant pas de caractère idéal, des pertes provenant d'un mauvais couplage apparaissent.

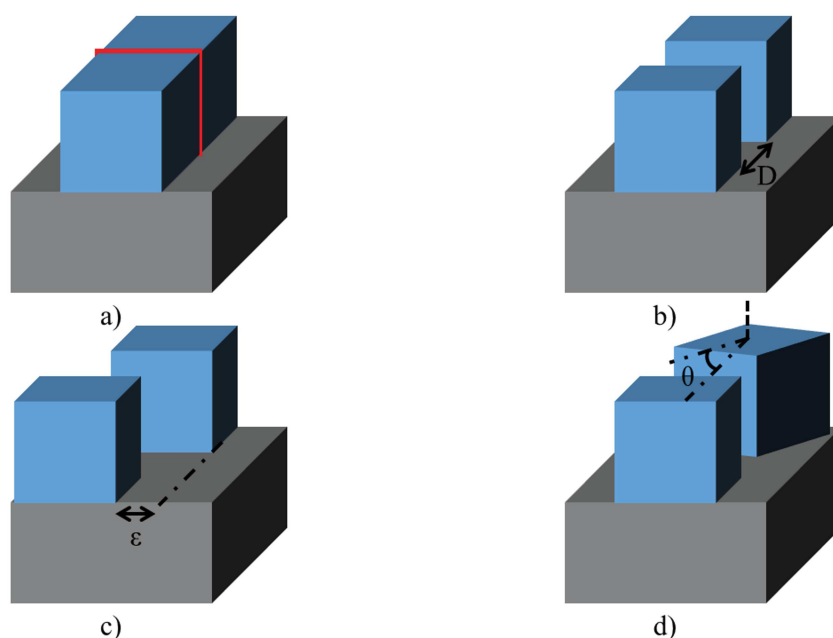


FIGURE 2.9 – Différents types de désalignement : a) Cas idéal ; b) Désalignement longitudinal ; c) Désalignement latéral ; d) Désalignement angulaire.

Afin d'évaluer les pertes occasionnées par les différents désalignements, nous utilisons l'approximation gaussienne du faisceau. Cette approximation consiste à approcher la dis-

tribution en amplitude du mode fondamental sous la forme d'une gaussienne. La forme approchée du faisceau gaussien est donnée par :

$$\Psi(r) = E_0 e^{-\frac{r^2}{w(z)^2}}, \quad (2.28)$$

avec E_0 une constante, $w(z)$ la taille du faisceau gaussien en fonction de la direction de propagation et de relation :

$$w(z) = w_0 \sqrt{1 + \left(\frac{\lambda z}{\pi w_0^2} \right)^2}, \quad (2.29)$$

avec w_0 le waist du faisceau gaussien.

Le couplage entre deux faisceaux gaussiens est illustré en Figure 2.10. Les faisceaux gaussiens ont un waist respectif de w_0 et w_1 . Ils sont défocalisés car espacés longitudinalement d'une distance ζ . Une distance ϵ provoque un décalage latéral. Le désalignement angulaire entre les waists est d'un angle θ .

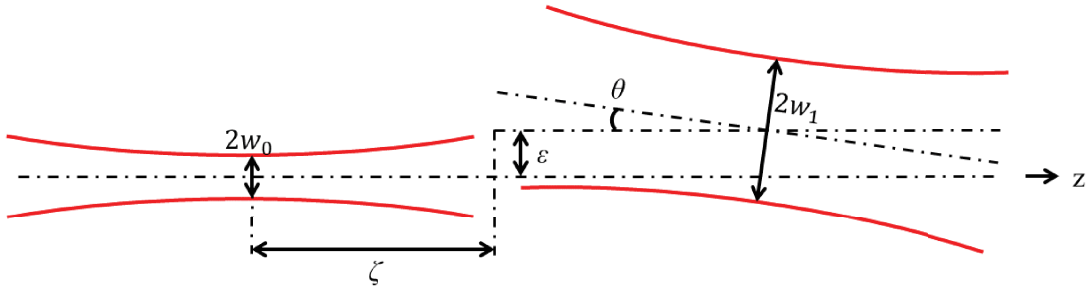


FIGURE 2.10 – Couplage entre deux faisceaux gaussiens, de waist respectif w_0 et w_1 , défocalisés car espacés d'une distance longitudinale ζ . Le désalignement latéral est d'une distance ϵ . L'axe du second faisceau gaussien est incliné par rapport au premier d'un angle θ .

L'efficacité de couplage η a été estimée par M. SARUWATARI [82], en prenant en considération les différents désalignements présentés en Figure 2.9, ceci en résolvant l'intégrale de recouvrement définie par H. KOGELNIK [83], on obtient alors :

$$\eta = \kappa \exp \left(-\kappa \left(\frac{\epsilon^2}{2} \left(\frac{1}{w_0^2(\zeta)} + \frac{1}{w_1^2} \right) + \pi^2 \theta^2 \frac{w_0^2(\zeta) + w_1^2}{2\lambda^2} - \frac{\epsilon\theta\zeta}{w_0^2} \right) \right), \quad (2.30)$$

avec κ le coefficient de couplage entre les faisceaux gaussiens et $w_0(\zeta)$ la taille du faisceau gaussien en fonction du désalignement longitudinal. Tous deux ont pour équation :

$$\left\{ \begin{array}{l} \kappa = \frac{4w_0^2 w_1^2}{(w_0^2 + w_1^2)^2 + \frac{\lambda^2 \zeta^2}{\pi^2}} \end{array} \right. \quad (2.31a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} w_0^2(\zeta) = w_0^2 \left(1 + \left(\frac{\lambda \zeta}{\pi w_0^2} \right)^2 \right) \end{array} \right. \quad (2.31b)$$

Il est ainsi possible sous cette forme d'isoler les différents effets des désalignements, ceci en décomposant l'efficacité de couplage η :

$$\eta = \kappa \times \eta_{\epsilon,\zeta} \times \eta_{\theta,\zeta} \times \eta_{\epsilon,\theta,\zeta}, \quad (2.32)$$

avec $\eta_{\epsilon,\zeta}$ l'effet du désalignement latéral lorsque les faisceaux sont défocalisés, $\eta_{\theta,\zeta}$ l'effet du désalignement angulaire lorsque les faisceaux sont défocalisés et $\eta_{\epsilon,\theta,\zeta}$ l'effet combiné du désalignement latéral et angulaire lorsque les faisceaux sont défocalisés. On obtient alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_{\epsilon,\zeta} = \exp \left(-\kappa \frac{\epsilon^2}{2} \left(\frac{1}{w_1^2} + \frac{1}{w_0^2(\zeta)} \right) \right) \\ \eta_{\theta,\zeta} = \exp \left(-\kappa \pi^2 \theta^2 \frac{w_0^2 + w_1^2(\zeta)}{2\lambda^2} \right) \\ \eta_{\epsilon,\theta,\zeta} = \exp \left(\kappa \frac{\epsilon\theta\zeta}{w_0^2} \right). \end{array} \right. \quad (2.33a)$$

$$\quad (2.33b)$$

$$\quad (2.33c)$$

Dans le cas où les faisceaux seraient focalisés, c'est-à-dire que $\zeta = 0$, l'équation générale de l'efficacité de couplage devient :

$$\eta_0 = \kappa_0 \times \eta_{\epsilon,0} \times \eta_{\theta,0} = \kappa_0 \exp \left(- \left(\frac{2\epsilon^2}{w_0^2 + w_1^2} + \frac{2\pi^2\theta^2 w_0^2 w_1^2}{\lambda^2(w_0^2 + w_1^2)} \right) \right), \quad (2.34)$$

avec :

$$\kappa_0 = \frac{4w_0^2 w_1^2}{(w_0^2 + w_1^2)^2}. \quad (2.35)$$

2.2.2 Couplage par *tapers*

Pour réduire les pertes de propagation occasionnées par une jonction entre deux guides d'onde, nous pouvons nous servir de *tapers*. Il s'agit d'une structure proposée par R. K. WINN et J. H. WINN en 1975 [84] permettant d'élargir la taille du mode fondamental pour optimiser l'échange d'énergie qui se fait entre les guides d'onde mis bout à bout. La structure présentée en Figure 2.11 est constituée d'un guide droit monomode de largeur w_0 . La zone de transition élargie progressivement le guide d'onde en suivant un angle de déviation θ pour aboutir à un guide droit de largeur w_1 .

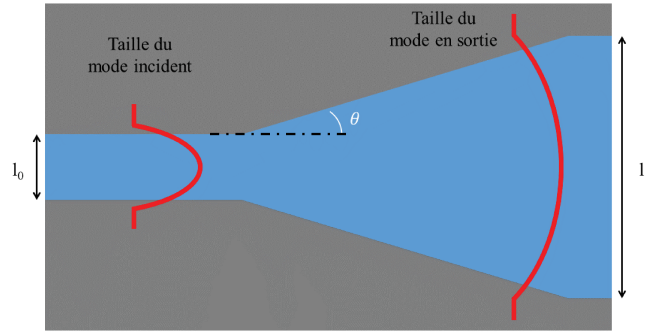


FIGURE 2.11 – Schéma d'un taper linéaire avec un angle de déviation θ .

La taille du guide droit en sortie du *taper* rend généralement la structure multimode, mais il est possible de limiter le couplage entre le mode fondamental et les modes d'ordres supérieurs. R. K. WINN et J. H. WINN démontre que pour une transition linéaire s'élargissant avec un angle de déviation d'environ $0,7^\circ$, plus de 90 % de la puissance initiale est conservée dans le mode fondamental.

Une méthode d'analyse employée passe par la méthode de l'indice effectif présentée en Section 2.1.4.1, ceci en considérant la structure schématisée en Figure 2.12.

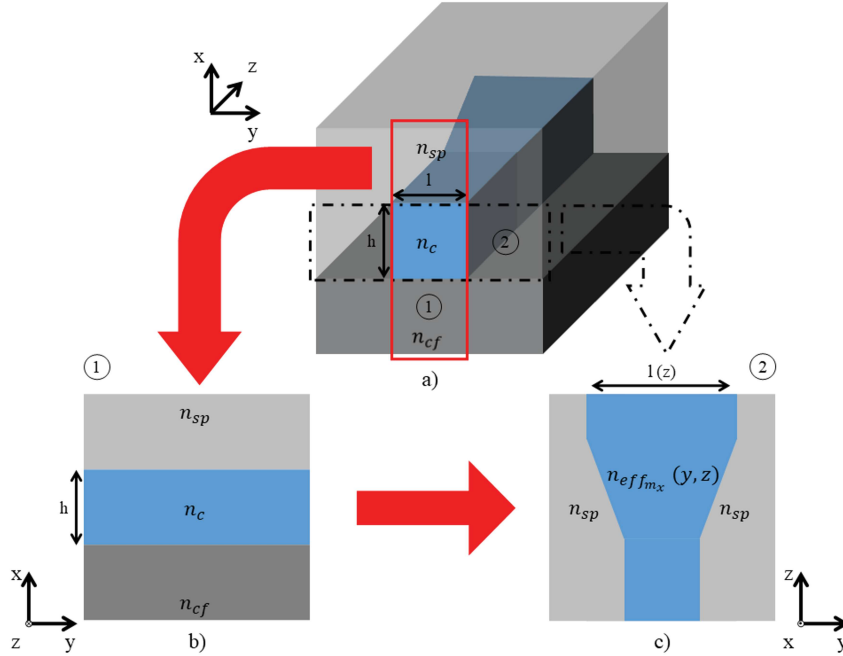


FIGURE 2.12 – Schématisation des étapes de la méthode de l'indice effectif pour un taper linéaire avec un angle de déviation θ , de hauteur h et de largeur l : a) Guide ridge divisé en deux structures unidimensionnelles exploitables ; b) Étape 1 : Détermination de l'indice effectif $n_{eff_{m_x}}$ du guide d'onde unidimensionnel 1 ; c) Étape 2 : Détermination de l'indice effectif n_{eff_m} du guide d'onde unidimensionnel 2, où la largeur $l(z)$ devient la hauteur du cœur et $n_{eff_{m_x}}(y,z)$ son indice de réfraction.

Cette division du guide d'onde bidimensionnel permet d'isoler l'indice effectif $n_{eff_{m_x}}$ comme l'indice effectif du guide d'onde unidimensionnel 1. Cependant, ce paramètre est cette fois-ci dépendant à la fois de y et de z dans le cas du guide d'onde unidimensionnel 2 de par l'élargissement du cœur du guide d'onde. Cela signifie que la méthode « classique » présentée en Section 2.1.4.1 n'applique plus ici.

Il existe essentiellement deux méthodes numériques pour faire l'étude d'une telle structure :

- La théorie du couplage de modes ou théorie des modes locaux [85], [86].
- La méthode du faisceau propagé [87].

2.2.3 Couplage par ondes évanescentes

On parle de couplage par ondes évanescentes lorsque le couplage entre deux guides d'onde se fait aux interfaces des guides d'onde au lieu de leur extrémité. Un schéma du principe est représenté en Figure 2.13.

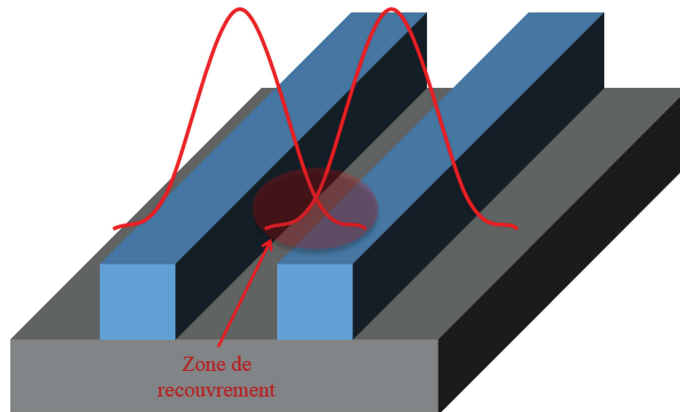


FIGURE 2.13 – Visualisation de l'échange d'énergie entre deux guides d'onde lors d'un couplage par ondes évanescentes.

Dans cette thèse, nous réalisons des micro-résonateurs (MR), constitués d'un guide d'onde ridge rectiligne couplé à une cavité résonante de diverses formes, comme sont les hippodromes, séparés entre eux par un gap. Une telle configuration permet le couplage entre le guide d'onde et la cavité résonante avec un taux de couplage pouvant être déterminé par la méthode de Marcatili [88], pour chacun des modes TE et TM.

2.2.3.1 Les ondes évanescentes

Lorsqu'un faisceau gaussien se propage dans un guide d'onde, une partie de sa densité d'énergie décroît exponentiellement dans les couches supérieures et inférieures de son confinement, dont on dit qu'elle « s'évanouit ». Une représentation du phénomène est schématisée en Figure 2.14.

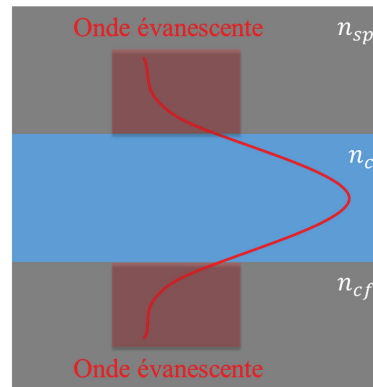


FIGURE 2.14 – Mise en évidence d’ondes évanescentes lors de la propagation d’un faisceau gaussien.

2.2.3.2 La méthode de Marcatili

Dans les sections suivantes, nous décrivons la méthode appliquée à un guide d’onde monomode pour le mode fondamental TE seulement, qui se propage dans le cœur du guide d’onde. Dans un second temps, nous nous intéressons à la méthode de détermination du taux de couplage entre deux guides d’onde lors du recouvrement des ondes évanescentes, provoquant l’échange d’énergie présentée en Section 2.2.3.

2.2.3.2.1 Description pour un guide monomode

Le guide d’onde représenté en Figure 2.15 est composé d’un cœur de hauteur h et de largeur l , et d’indice de réfraction n_1 . Ce guide d’onde respecte toutes les conditions permettant la propagation du mode fondamental TE. Ainsi, nous savons qu’il existe des ondes évanescentes dans les couches autour du cœur d’indice de réfraction n_i ($i = \{2; 3; 4; 5\}$). Dans ce modèle, nous négligeons la propagation d’ondes évanescentes au niveau des coins du guide.

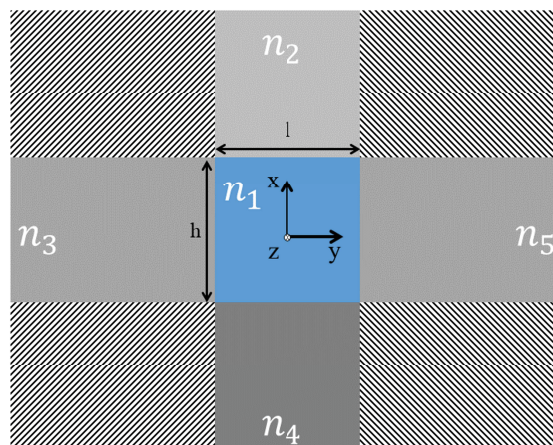


FIGURE 2.15 – Modèle utilisé pour appliquer la méthode de Marcatili.

La méthode de Marcatili n'est applicable que si les indices de réfraction des couches autour du cœur sont légèrement plus faibles que l'indice de réfraction du cœur n_1 , soit :

$$n_i = n_1(1 - \Delta) \text{ avec } \Delta \ll 1 \quad (2.36)$$

On considère que les constantes de propagation transverses dans les directions x et y sont égales, soit :

$$\begin{cases} k_{x_1} = k_{x_2} = k_{x_3} = k_x & (2.37a) \\ k_{y_1} = k_{y_4} = k_{y_5} = k_y. & (2.37b) \end{cases}$$

La constante de propagation axiale s'écrit donc :

$$k_z = \sqrt{k_1^2 - k_x^2 - k_y^2}, \quad (2.38)$$

avec k_1 , la constante de propagation d'une onde plane se propageant dans le cœur du guide (milieu 1) :

$$k_1 = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_1, \quad (2.39)$$

Les constantes de propagations transverses sont solutions des équations :

$$\begin{cases} k_x h = p\pi - \arctan(\eta_2 k_x) - \arctan(\eta_4 k_x) & (2.40a) \\ k_y l = q\pi - \arctan\left(\left(\frac{n_3}{n_1}\right)^2 \xi_3 k_y\right) - \arctan\left(\left(\frac{n_5}{n_1}\right)^2 \xi_5 k_y\right), & (2.40b) \end{cases}$$

avec η_i et ξ_i les profondeurs de pénétration de l'onde dans les couches d'indice de réfraction n_i . Les amplitudes des ondes évanescentes diminuent exponentiellement sur ces distances respectivement dans les directions x et y , et sont données par les relations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_i = \frac{1}{|k_{x_i}|} = \frac{1}{\sqrt{\left(\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_x^2\right)}} \quad i = \{2 ; 4\} \\ \xi_i = \frac{1}{|k_{y_i}|} = \frac{1}{\sqrt{\left(\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_y^2\right)}} \quad i = \{3 ; 5\}, \end{array} \right. \quad (2.41a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_i = \frac{1}{|k_{x_i}|} = \frac{1}{\sqrt{\left(\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_x^2\right)}} \quad i = \{2 ; 4\} \\ \xi_i = \frac{1}{|k_{y_i}|} = \frac{1}{\sqrt{\left(\left(\frac{\pi}{A_i}\right)^2 - k_y^2\right)}} \quad i = \{3 ; 5\}, \end{array} \right. \quad (2.41b)$$

où :

$$A_i = \frac{\lambda_0}{2\sqrt{(n_1^2 - n_i^2)}} \quad i = \{2 ; 3 ; 4 ; 5\}. \quad (2.42)$$

En émettant l'hypothèse que la lumière est bien confinée dans le cœur, on a :

$$\left\{ \left(\frac{k_x A_i}{\pi}\right)^2 \ll 1 \quad i = \{2 ; 4\} \right. \quad (2.43a)$$

$$\left\{ \left(\frac{k_y A_i}{\pi}\right)^2 \ll 1 \quad i = \{3 ; 5\}, \right. \quad (2.43b)$$

Ce qui permet d'effectuer le développement limité à l'ordre 0 des Équations (2.41a) et (2.41b) :

$$\begin{cases} \eta_i \simeq \frac{A_i}{\pi} & i = \{2 ; 4\} \end{cases} \quad (2.44a)$$

$$\begin{cases} \xi_i \simeq \frac{A_i}{\pi} & i = \{3 ; 5\}. \end{cases} \quad (2.44b)$$

En injectant les relations des Équations (2.44a) et (2.44b) dans les Équations (2.40a) et (2.40b), on obtient alors :

$$\begin{cases} k_x h = p\pi - \arctan\left(\frac{A_2 k_x}{\pi}\right) - \arctan\left(\frac{A_4 k_x}{\pi}\right) \end{cases} \quad (2.45a)$$

$$\begin{cases} k_y l = q\pi - \arctan\left(\left(\frac{n_3}{n_1}\right)^2 \frac{A_3 k_y}{\pi}\right) - \arctan\left(\left(\frac{n_5}{n_1}\right)^2 \frac{A_5 k_y}{\pi}\right). \end{cases} \quad (2.45b)$$

Les hypothèses présentées par les Équations (2.43a) et (2.43b) étant toujours valables, elles permettent d'effectuer le développement limité à l'ordre 1 des Équations (2.45a) et (2.45b) :

$$\begin{cases} k_x \simeq \frac{p\pi}{h} \frac{1}{1 + \frac{A_2 + A_4}{\pi h}} \end{cases} \quad (2.46a)$$

$$\begin{cases} k_y \simeq \frac{q\pi}{l} \frac{1}{1 + \frac{n_3^2 A_3 + n_5^2 A_5}{n_1^2 \pi l}}. \end{cases} \quad (2.46b)$$

Ainsi, la constante de propagation axiale qui était donnée par l'Équation (2.38) devient :

$$k_z = \sqrt{k_1^2 - \left(\frac{p\pi}{h}\right)^2 \left(\frac{1}{1 + \frac{A_2 + A_4}{\pi h}}\right)^2 - \left(\frac{q\pi}{l}\right)^2 \left(\frac{1}{1 + \frac{n_3^2 A_3 + n_5^2 A_5}{n_1^2 \pi l}}\right)^2}. \quad (2.47)$$

2.2.3.2 Détermination du taux de couplage entre deux guides d'onde

Comme le montre la Figure 2.16, lorsque deux guides d'onde sont suffisamment proches l'un de l'autre, les ondes évanescentes vont se recouvrir dans la zone qui les sépare, appelée gap, ce qui provoque le transfert d'énergie d'un guide à l'autre.

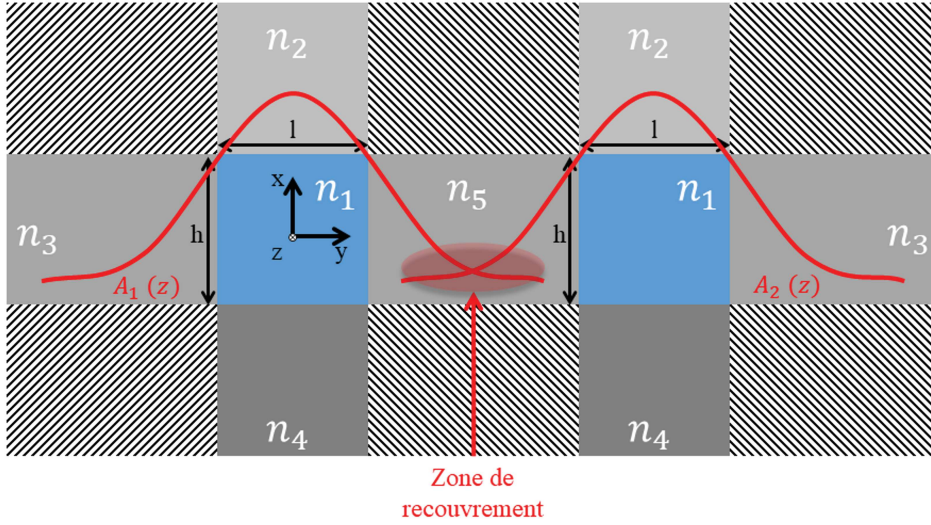


FIGURE 2.16 – Représentation du couplage entre deux guides d'onde par recouvrement d'ondes évanescentes.

$A_1(z)$ et $A_2(z)$ représente les amplitudes des modes confinés respectivement dans les guides 1 et 2. Elles sont liées entre elles par le formalisme du couplage de mode [89], que l'on représente par les équations couplées suivantes :

$$\begin{cases} \frac{dA_1}{dz} + jA_2(z)\kappa_{21}e^{-j(\beta_2-\beta_1)z} = 0 & (2.48a) \\ \frac{dA_2}{dz} + jA_1(z)\kappa_{12}e^{j(\beta_2-\beta_1)z} = 0, & (2.48b) \end{cases}$$

avec κ_{pq} ($pq = \{\{1; 2\} \text{ OU } \{2; 1\}\}$) le coefficient de couplage entre le guide p et le guide q . β_i ($i = \{1; 2\}$) représente la constante de propagation de l'onde i .

En introduisant la différence des constantes de propagation, $\Delta = \beta_2 - \beta_1$, que nous considérons non-nul dans le cas de deux guides d'onde différents, il nous est possible de simplifier les Équations (2.48a) et (2.48b), ce qui nous permet d'obtenir :

$$\begin{cases} \frac{dA_1}{dz} + jA_2(z)\kappa_{21}e^{-j\Delta z} = 0 & (2.49a) \\ \frac{dA_2}{dz} + jA_1(z)\kappa_{12}e^{j\Delta z} = 0, & (2.49b) \end{cases}$$

Les solutions de ces équations couplées sont donc de la forme :

$$\begin{pmatrix} A_1(z) \\ A_2(z) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \tau(z) & -j\kappa(z) \\ -j\kappa(z) & \tau(z) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_1(0) \\ A_2(0) \end{pmatrix}, \quad (2.50)$$

avec $A_1(0)$ et $A_2(0)$ les amplitudes d'entrée des guides 1 et 2 respectivement, $\kappa(z)$ et $\tau(z)$ respectivement les coefficients de couplage et de transmission sur la distance z dépendant de κ_{pq} et Δ . En considérant un couplage symétrique, on a $\kappa_{12} = \kappa_{21} = K$, on a donc :

$$\begin{cases} \kappa(z) = \frac{K}{\delta} \sin(\delta z) e^{-j\frac{\Delta}{2}z} \end{cases} \quad (2.51a)$$

$$\begin{cases} \tau(z) = (\cos(\delta z) + j\frac{\Delta}{2\delta} \sin(\delta z)) e^{-j\frac{\Delta}{2}z}, \end{cases} \quad (2.51b)$$

avec $\delta = \sqrt{K^2 + \left(\frac{\Delta}{2}\right)^2}$. En considérant que l'ensemble de la lumière est injectée dans le guide 1, soit $A_1(0) = 1$ et $A_2(0) = 0$, les Équations deviennent :

$$\begin{cases} A_1(z) = \left(\cos(\delta z) + j\frac{\Delta}{2\delta} \sin(\delta z) \right) e^{-j\frac{\Delta}{2}z} \end{cases} \quad (2.52a)$$

$$\begin{cases} A_2(z) = -j\frac{K}{\delta} \sin(\delta z) e^{-j\frac{\Delta}{2}z}. \end{cases} \quad (2.52b)$$

Ce qui nous donne en terme de puissance :

$$\begin{cases} P_{A_1}(z) = |A_1(z)|^2 = 1 - E \sin^2(\delta z) \end{cases} \quad (2.53a)$$

$$\begin{cases} P_{A_2}(z) = |A_2(z)|^2 = E \sin^2(\delta z), \end{cases} \quad (2.53b)$$

avec $E = \frac{1}{1 + \left(\frac{\Delta}{2K}\right)^2}$ l'efficacité de couplage.

Dans le cas de deux guides d'onde identiques, les constantes de propagations deviennent égales, soit $\beta_1 = \beta_2$, donc $\Delta = 0$. L'efficacité de couplage devient alors maximum, soit $E = 1$, et les Équations (2.53a) et (2.53b) deviennent :

$$\begin{cases} P_{A_1}(z) = 1 - \sin^2(Kz) \end{cases} \quad (2.54a)$$

$$\begin{cases} P_{A_2}(z) = \sin^2(Kz). \end{cases} \quad (2.54b)$$

De plus, les Équations (2.51a) et (2.51b) se simplifient :

$$\begin{cases} \kappa(z) = \sin(Kz) \end{cases} \quad (2.55a)$$

$$\begin{cases} \tau(z) = \cos(Kz), \end{cases} \quad (2.55b)$$

ce qui nous permet d'isoler la relation entre κ et τ suivante :

$$|\kappa|^2 + |\tau|^2 = 1. \quad (2.56)$$

Il s'agit de la loi de conservation d'énergie [90] dans l'hypothèse où le couplage est symétrique et sans pertes. L'énergie est alors transférée périodiquement d'un guide à l'autre avec une période spatiale :

$$L_\pi = \frac{\pi}{2K}. \quad (2.57)$$

De plus, toujours en considérant que l'ensemble de la lumière est injectée dans le guide 1, soit $A_1(0) = 1$ et $A_2(0) = 0$, les Équations (2.53a) et (2.53b) se simplifient à nouveau et deviennent :

$$\begin{cases} P_{A_1}(z) = \tau^2(z) & (2.58a) \\ P_{A_2}(z) = \kappa^2(z). & (2.58b) \end{cases}$$

Dans le cas où l'espacement entre les guides d'onde varierait en fonction de la direction de propagation de la lumière, comme le montre la Figure 2.17 lorsque l'un des guides d'onde présente une courbure de rayon R comme c'est le cas pour les MR, le coefficient de couplage κ et le coefficient de transmission τ vont tous deux dépendre de z .

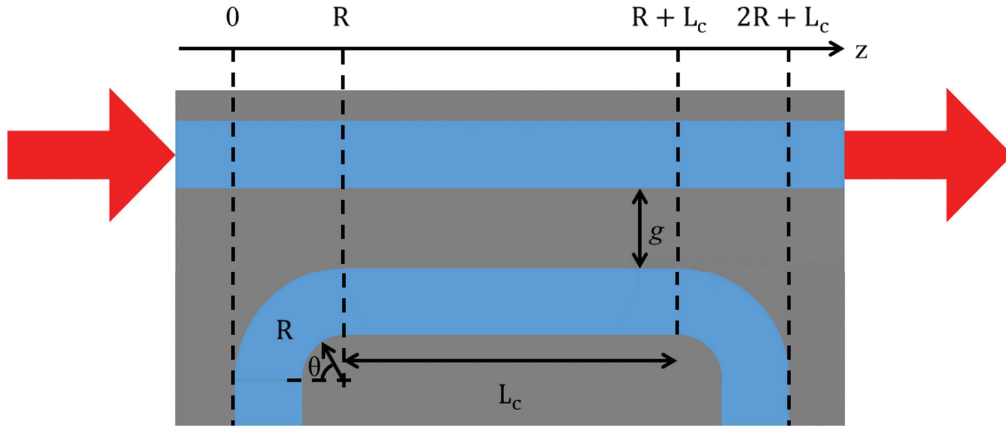


FIGURE 2.17 – Représentation du couplage entre deux guides d'onde lorsque l'un des guides d'onde présente une courbure.

La séparation entre les guides d'onde $e(z)$ s'exprime alors :

$$e(z) = g + R(1 - \cos(\theta)), \quad (2.59)$$

avec g la séparation minimale et constante suivant la direction de propagation ou gap, R le rayon de courbure du guide d'onde considéré comme identique de part et d'autre du guide d'onde rectiligne, θ variant de 0 à $\frac{\pi}{2}$ et définit par la relation :

$$\theta = \arcsin\left(\frac{z}{R}\right) \quad z \in [0 ; R]. \quad (2.60)$$

Les Équations (2.55a) et (2.55b) se retrouvent alors modifiées en intégrant K sur les rayons de courbure R et deviennent :

$$\begin{cases} \kappa(z) = \sin\left(2 \int_0^R K(e(z))dz + L_c K(e(z) = g)\right) & (2.61a) \\ \tau(z) = \cos\left(2 \int_0^R K(e(z))dz + L_c K(e(z) = g)\right). & (2.61b) \end{cases}$$

2.3 Pertes optiques dans les guides d'onde

La notion de pertes optiques permet de définir l'atténuation que les modes guidés subissent lors de leur propagation dans des guides d'onde. Elles réduisent la puissance

lumineuse transmise par les guides d'onde, ce qui limitent leur longueur, et diminuent leur performance en tant que capteur. Les pertes optiques linéaires sont données en cm^{-1} ou en dB/cm , suivant la loi de conversion :

$$\alpha[\text{cm}^{-1}] = \frac{\ln(10)}{10} \alpha[\text{dB/cm}]. \quad (2.62)$$

Il nous est possible de déterminer la puissance de sortie P_s par rapport à la puissance d'entrée P_e en fonction de la longueur du guide d'onde L et les pertes optiques linéaires α grâce à la relation :

$$\begin{cases} P_s = P_e \times e^{-\alpha[\text{cm}^{-1}]L} & (2.63a) \\ P_s = P_e \times 10^{\frac{-\alpha[\text{dB/cm}]L}{10}}. & (2.63b) \end{cases}$$

Il est possible de classier les différents types de pertes optiques selon leurs origines :

- Les pertes de diffusion, qui selon leur type, sont dues à la présence d'imperfections dans les guides d'onde ou à la rugosité de surface.
- Les pertes d'absorption, qui sont dues aux transitions électroniques des électrons du matériau.
- Les pertes par courbure, qui sont présentes lorsque les guides d'onde possèdent des courbures et provoquent le non-respect du phénomène de réflexion totale interne vu en Section 2.1.2.2.

En sommant ces trois différents types de pertes optiques, on obtient ainsi les pertes optiques totales α_{pertes} soit :

$$\alpha_{\text{pertes}} = \alpha_d + \alpha_a + \alpha_c, \quad (2.64)$$

avec α_d représentant les pertes de diffusion, α_a représentant les pertes d'absorption, α_c représentant les pertes par courbure.

Les sections suivantes présentent plus en détail ces pertes ainsi que les équations les définissant.

2.3.1 Les pertes de diffusion

Nous avons vu qu'il existe deux types de pertes de diffusion trouvant chacune une origine différente : les pertes de diffusion en volume et les pertes de diffusion surfacique. Ces différents types de pertes sont schématisés en Figure 2.18.

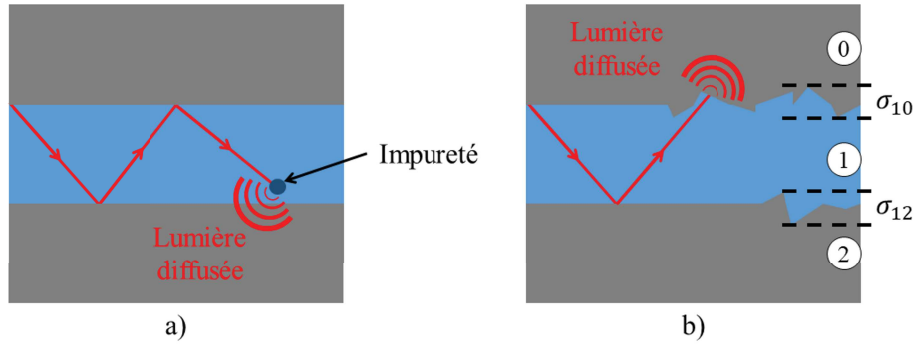


FIGURE 2.18 – Observation des différentes pertes de diffusion : a) Pertes de diffusion en volume ; b) Pertes de diffusion surfacique.

Pour les pertes de diffusion en volume, leurs origines proviennent de la présence d'impuretés, de défauts ou de trous dans le cœur du guide d'onde. Elles sont négligeables dans le cas des matériaux massifs [91] mais ne peuvent plus être considérées comme telles lors de l'utilisation de matériaux poreux [92].

Pour les pertes de diffusion surfacique, elles apparaissent lorsque la surface des guides d'onde présente une rugosité, pouvant être liée au matériau lui-même [93] ou apparaître après différentes étapes de traitement, comme la photolithographie ou de gravure [94]. Dans ces travaux, P. TIEN [95] estime ces pertes en suivant l'approche de l'optique géométrique et sont données par la relation :

$$\alpha_d = \Sigma^2 \frac{1}{2} \frac{\cos^3(\theta_i)}{\sin(\theta_i)} \frac{1}{h + \frac{1}{p_{10}} + \frac{1}{p_{12}}}, \quad (2.65)$$

avec θ_i l'angle d'incidence du faisceau lumineux, h correspond à la hauteur du cœur du guide d'onde, $p_{10} = \sqrt{\beta_m^2 - k_0^2 n_{sp}^2}$, $p_{12} = \sqrt{\beta_m^2 - k_0^2 n_{cf}^2}$, Σ est facteur suivant la relation :

$$\Sigma = \frac{4\pi}{\lambda} \sqrt{\sigma_{10}^2 + \sigma_{12}^2}, \quad (2.66)$$

avec σ_{pq} ($pq = \{\{1; 0\} \text{ OU } \{1; 2\}\}$) la variance de rugosité de surface des interfaces p vers q .

2.3.2 Les pertes d'absorption

Dépendant grandement du matériau utilisé, les pertes d'absorption sont dues aux transitions électroniques et à l'excitation vibrationnelle des molécules du matériau. Au niveau des photons, l'absorption représente le phénomène par lequel l'énergie d'un photon est absorbée par une autre particule, par exemple un électron. La Figure 2.19 représente une modélisation des énergies que peuvent prendre les électrons d'un solide, dans le cas d'un isolant ou d'un semi-conducteur ici. Dans le cas d'un conducteur, on a $E_g = 0$.

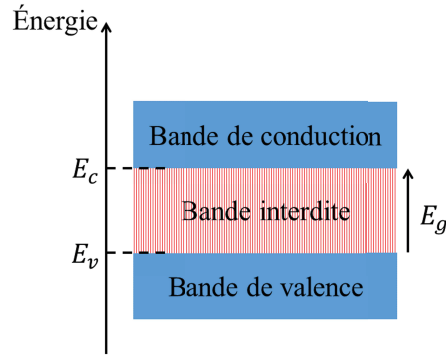


FIGURE 2.19 – Théorie des bandes : modélisation des niveaux d'énergie d'une particule, comme un électron, représentés sous la forme de bandes.

De façon générale, les électrons ne peuvent prendre que des valeurs d'énergies comprises dans la bande de valence d'énergie E_v , remplie d'électrons, et la bande de conduction d'énergie E_c , vide ou partiellement remplie d'électrons selon si le matériau est isolant, semi-conducteur ou conducteur. Ces bandes sont séparées par une bande interdite d'énergie E_g ou gap, où un électron ne peut se trouver, et est caractéristique du matériau. Nous pouvons ainsi isoler l'égalité :

$$E_g = E_c - E_v. \quad (2.67)$$

Par conséquent, pour qu'un électron passe en état excité, c'est-à-dire pour qu'il subisse une transition électronique de la bande de valence vers la bande de conduction du matériau, l'énergie du photon, suivant la loi de Planck-Einstein [96], doit être supérieure ou égale à l'énergie E_g , soit en terme de longueur d'onde :

$$\lambda_c \geq \frac{2\pi\hbar c}{E_g}, \quad (2.68)$$

avec \hbar la constante de Planck, de valeur approchée : $\hbar = 6,63 \cdot 10^{-34}$ J.s.

Dans notre cas, l'énergie lumineuse est alors transformée en énergie électronique, ce qui provoque l'atténuation de la lumière dans le guide d'onde.

2.3.3 Les pertes par courbure

Nous avons défini en Section 2.1.2.2 que la lumière pouvait se propager lorsque l'angle incident θ_i respecté la condition du phénomène de réflexion totale interne. On considérait dans ce cas le guide d'onde comme rectiligne, mais lorsque ce dernier présente une courbure, la condition du phénomène de réflexion totale interne n'est plus respectée comme le montre la Figure 2.20. Une partie de la lumière est donc réfractée aux interfaces, ce qui provoque l'atténuation de la lumière dans le guide d'onde, on parle alors de pertes par courbure.

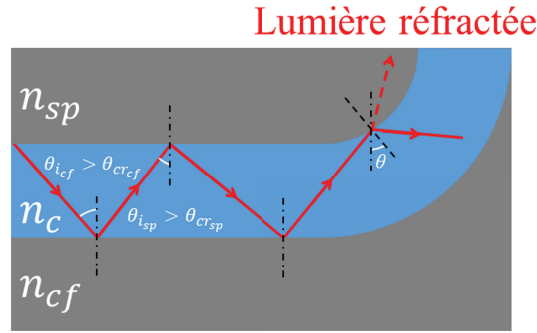


FIGURE 2.20 – Observation des pertes par courbure lors de la courbure d'un guide d'onde.

Dans ces travaux, E. MARCATILI [88] estime ces pertes par courbure comme exponentiellement proportionnelles au rayon de courbure R du guide d'onde, soit :

$$\alpha_c = C_1 e^{(-C_2 R)}, \quad (2.69)$$

avec C_1 et C_2 des constantes qui dépendent des indices de réfraction des matériaux constituant le guide d'onde.

2.4 Principe de fonctionnement d'un micro-résonateur

Un MR est un transducteur optique composé d'un guide d'onde rectiligne couplé à une cavité résonante en forme d'anneau ou en hippodrome. Les MR sont utilisés comme transducteurs optiques pour la biodétection car ils permettent d'atteindre une faible limite de détection et offrent une possibilité abordable de multiplexage pour de la multidétection. Les principes physiques théoriques permettant d'obtenir la fonction de transfert d'un MR et l'extrapolation de ses caractéristiques sont tout d'abord présentés. Nous considérons que les guides d'onde sont monomodes, d'indice effectif n_{eff} . En second temps, nous présenterons le principe de biodétection optique et les méthodes d'analyse avec une telle structure.

2.4.1 Fonction de transfert d'un micro-résonateur

Un MR, dont une représentation est schématisée en Figure 2.21 est constitué d'une cavité résonante couplée à un guide d'onde, également appelé guide d'accès, tous deux séparés d'une distance g , ou gap. La cavité résonante peut prendre la forme d'un anneau de rayon R et, dans le cas d'une forme en hippodrome, une longueur L_c , appelée longueur de couplage, est ajoutée à la cavité résonante.

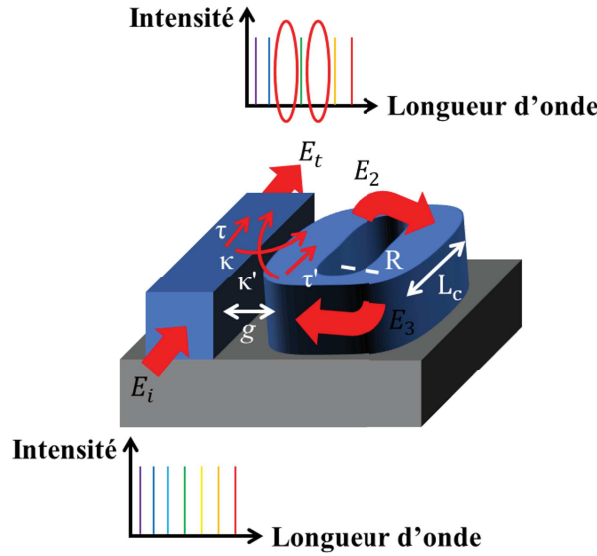


FIGURE 2.21 – Schématisation du fonctionnement d'un MR.

On injecte un signal optique E_i composé de plusieurs longueurs d'onde dans le guide d'accès. Arrivée à la zone de couplage, au niveau du gap, une partie de la lumière E_t est directement transmise en sortie, avec un coefficient de transmission τ tandis qu'une autre, notée E_2 est couplée dans la cavité résonante, avec un coefficient de couplage κ .

Après s'être propagé un tour dans la cavité résonante, le champ E_2 subit des pertes optiques α_{pertes} , avec un coefficient d'atténuation a , ainsi qu'un déphasage φ . Une partie de ce champ, noté E_3 est recouplée dans le guide d'accès, avec un coefficient de couplage κ' , tandis qu'une autre, est retransmise dans la cavité résonante, avec un coefficient de transmission τ' .

De part son passage dans la cavité résonante, la lumière recouplée va interférer avec la lumière directement transmise, selon si les longueurs d'onde qui les composent respectivement sont en phase ou non. Lorsqu'elles sont en phase, les longueurs d'onde vont interférer constructivement, mais celles qui sont déphasées vont interférer destructivement, provoquant donc l'extinction de certaines longueurs d'onde, dont on dit qu'elles résonnent.

En passant par le formalisme matricielle [97], déjà exploité en Section 2.2.3, il est possible de relier le champ optique transmis E_t au champ optique incident E_i en fonction des différents paramètres présentés précédemment. On obtient alors la matrice de transfert suivante :

$$\begin{pmatrix} E_t \\ E_2 \end{pmatrix} = \alpha \begin{pmatrix} \tau & -j\kappa' \\ -j\kappa & \tau' \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_i \\ E_3 \end{pmatrix}, \quad (2.70)$$

avec α les pertes de couplage, τ et τ' respectivement les coefficients de transmission guide-guide et cavité-cavité, κ et κ' respectivement les coefficients de couplage guide-cavité et cavité-guide, E_i le champ optique incident, E_t le champ optique transmis, E_2 la partie du champ incident E_i couplée dans la cavité résonante, E_3 le champ optique correspondant au champ optique E_2 ayant parcouru un tour dans la cavité résonante, de relation :

$$E_3 = aE_2e^{j\varphi}, \quad (2.71)$$

avec a le coefficient d'atténuation et φ le déphasage entre les champs optiques E_2 et E_3 , tous deux définis par leur relation respective :

$$\begin{cases} a = e^{-\frac{\ln(10)}{10} \frac{\alpha_{\text{pertes}} L}{2}} & (2.72a) \\ \varphi = \frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}, & (2.72b) \end{cases}$$

avec α_{pertes} les pertes optiques totales défini par l'Équation (2.64), n_{eff} l'indice effectif du mode guidé et L la circonférence de la cavité résonante, de relation :

$$L = 2\pi R + 2L_c, \quad (2.73)$$

avec R le rayon de courbure de l'hippodrome et L_c sa longueur de couplage.

Le développement de l'Équation matricielle (2.70) permet d'obtenir les équations suivantes :

$$\begin{cases} E_t = \alpha(\tau E_i + j\kappa' E_3) & (2.74a) \\ E_2 = \alpha(j\kappa E_i + \tau' E_3). & (2.74b) \end{cases}$$

Il nous est ainsi possible de déterminer la transmission complexe t en fonction de la longueur d'onde λ , ceci en effectuant le rapport entre champ optique transmis E_t et le champ optique incident E_i , et en résolvant les Équations (2.71), (2.74a) et (2.74b). On obtient alors :

$$t(\lambda) = \frac{E_t}{E_i} = \frac{\alpha\tau - \alpha^2(\kappa\kappa' + \tau\tau')ae^{j\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}}}{1 - \alpha\tau'ae^{j\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}}}. \quad (2.75)$$

Dans l'hypothèse où nous considérons la zone de couplage comme symétrique, soit $\kappa' = \kappa$ et $\tau' = \tau$, et sans pertes de couplage, soit $\alpha = 1$, nous retrouvons la loi de conservation d'énergie défini par l'Équation (2.56) :

$$|\kappa|^2 + |\tau|^2 = 1. \quad (2.76)$$

L'Équation (2.75) se simplifie afin d'obtenir :

$$t(\lambda) = \frac{\tau - ae^{j\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}}}{1 - \tau ae^{j\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}}}. \quad (2.77)$$

La fonction de transfert du MR T correspond alors au module de la transmission complexe, soit le rapport en intensité entre le champ optique transmis E_t et le champ optique incident E_i , soit $I_t = |E_t|^2$ et $I_i = |E_i|^2$ respectivement. On obtient alors :

$$T(\lambda) = |t(\lambda)|^2 = \left| \frac{E_t}{E_i} \right|^2 = \frac{I_t}{I_i} = \frac{\tau^2 + a^2 - 2\tau a \cos\left(\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}\right)}{1 + \tau^2 a^2 - 2\tau a \cos\left(\frac{2\pi n_{\text{eff}} L}{\lambda}\right)}. \quad (2.78)$$

On constate qu'il existe des longueurs d'onde non transmises, les longueurs d'onde de résonance, qui s'obtiennent lorsque le déphasage $\varphi = \frac{2\pi n_{eff}L}{\lambda}$ entre les champs E_2 et E_3 est un multiple de 2π , soit :

$$\frac{2\pi n_{eff}L}{\lambda_{res,p}} = 2\pi p \quad p \in \mathbb{Z}. \quad (2.79)$$

Il nous est ainsi possible d'isoler la longueur d'onde de résonance d'ordre p :

$$\lambda_{res,p} = \frac{n_{eff}L}{p} \quad p \in \mathbb{Z}. \quad (2.80)$$

2.4.2 Caractéristiques d'intérêt d'un micro-résonateur

En observant la Figure 2.22 qui représente la fonction de transfert d'un MR avec des paramètres quelconques, il nous est possible d'isoler certaines des caractéristiques d'un MR, à savoir l'intervalle spectral libre ISL, la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ et le contraste C .

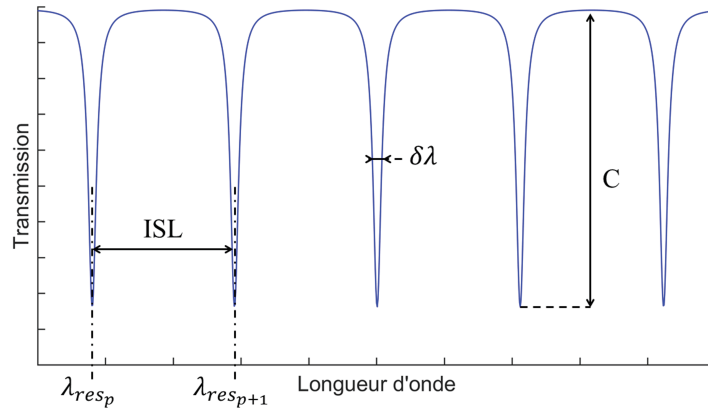


FIGURE 2.22 – Transmission d'un MR avec des paramètres quelconques afin d'isoler les caractéristiques d'intérêt d'un MR.

Ces caractéristiques sont décrites dans les sections suivantes, ainsi que d'autres caractéristiques découlant de ces dernières, comme le facteur de qualité Q et la finesse F , résumant ainsi les caractéristiques d'intérêt d'un MR.

2.4.2.1 L'intervalle spectral libre

L'intervalle spectral libre ISL correspond à l'écart entre deux longueurs d'onde de résonance consécutives, soit :

$$ISL = \lambda_{res,p+1} - \lambda_{res,p} = \frac{\lambda_{res,p}^2}{n_g L}, \quad (2.81)$$

avec n_g l'indice de groupe déterminé à partir de la vitesse de groupe d'un paquet d'onde, dépendant de l'indice effectif et de la longueur d'onde, soit :

$$n_g(\lambda) = n_{eff}(\lambda) - \lambda \frac{dn_{eff}(\lambda)}{d\lambda}. \quad (2.82)$$

2.4.2.2 La largeur à mi-hauteur

La largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ correspond à la largeur du pic de résonance calculé à sa moitié. Elle est donnée par la relation [98] :

$$\delta\lambda = \frac{\lambda_{res,p}^2(1 - a\tau)}{\pi n_g L \sqrt{a\tau}}. \quad (2.83)$$

2.4.2.3 Le facteur de qualité

Le facteur de qualité Q correspond au rapport entre une longueur d'onde d'ordre p et la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ associé à la longueur d'onde $\lambda_{res,p}$. Il est donné par la relation :

$$Q = \frac{\lambda_{res,p}}{\delta\lambda}, \quad (2.84)$$

soit en développant :

$$Q = \frac{\pi n_g L \sqrt{a\tau}}{\lambda_{res,p}(1 - a\tau)}. \quad (2.85)$$

On définit également le facteur de qualité comme le rapport entre l'énergie contenue dans la cavité résonante E et la quantité d'énergie dissipée ΔE après chaque tour, soit sur une période de 2π [99]. Il est donc également donné par la relation :

$$Q = 2\pi \frac{E}{\Delta E}. \quad (2.86)$$

2.4.2.4 La finesse

La finesse F correspond au rapport entre l'intervalle spectral libre ISL et la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$. Elle est donc donnée par la relation :

$$F = \frac{ISL}{\delta\lambda}, \quad (2.87)$$

soit en développant :

$$F = \frac{\sqrt{\pi a\tau}}{1 - a\tau}. \quad (2.88)$$

2.4.2.5 Le contraste

Le contraste C correspond à l'écart entre les extremums de la transmission. Il dépend par conséquent de la transmission maximum T_{\max} et de la transmission minimum T_{\min} de la fonction de transfert donnée par l'Équation (2.78). On obtient alors :

$$C = T_{\max} - T_{\min}, \quad (2.89)$$

avec :

$$\begin{cases} T_{\max} = \left(\frac{\tau + a}{1 + \tau a} \right)^2 & \text{pour } \cos\left(\frac{2\pi n_{eff} L}{\lambda}\right) = -1 \\ T_{\min} = \left(\frac{\tau - a}{1 - \tau a} \right)^2 & \text{pour } \cos\left(\frac{2\pi n_{eff} L}{\lambda}\right) = 1. \end{cases} \quad (2.90a)$$

$$(2.90b)$$

Nous pouvons constater que chacune des caractéristiques d'intérêt dépend des différents paramètres précédemment énoncés, comme l'atténuation a dépendant des pertes optiques, le coefficient de transmission τ lié au coefficient de couplage κ par la relation $\kappa^2 = 1 - \tau^2$ (Équation (2.76)) ou des dimensions de la cavité résonante du MR.

Lors de l'utilisation de MR comme transducteur pour les biocapteurs optiques, les critères de performances énoncés en Section 1.3 peuvent être contrôlés afin de les améliorer, ceci en optimisant chacun de ces paramètres, et donc ces caractéristiques d'intérêt.

2.5 Principe de détection d'un biocapteur à base de micro-résonateur

Nous avons introduit dans le Chapitre 1 une définition des biocapteurs optiques. Pour rappel, un capteur est un dispositif servant à mesurer un paramètre d'intérêt par la mesure d'un autre paramètre exploitable, en se servant d'un transducteur pour convertir le paramètre d'intérêt en paramètre exploitable. On parle de biocapteurs optiques lorsque le paramètre d'intérêt à mesurer sert pour de la bio-détection et qu'il est mesuré par un paramètre exploitable optique.

Dans cette thèse, nous avons décidé de nous servir d'un MR comme transducteur, pour leur compacité et leur meilleure capacité d'intégration par rapport à d'autres transducteurs optiques. Nous avons présenté le principe de fonctionnement de cette structure en Section 2.4. Lorsque toutes les conditions sont respectées, des longueurs d'onde de résonance apparaissent, en observant la transmission de la lumière en sortie du MR, sous la forme de pics de résonance.

Nous nous intéresserons plus précisément dans cette section au décalage de la longueur d'onde de résonance induite par la présence de biomarqueurs spécifiques dans le milieu de détection ainsi qu'aux techniques de détection avec un MR. Une modélisation d'un MR pour déterminer la taille des guides d'onde afin d'obtenir une propagation monomodale, ainsi que l'optimisation de ses paramètres pour optimiser ses performances en terme de biocapteur optique sont ensuite présentées.

2.5.1 Analyse du décalage de la longueur d'onde de résonance d'un micro-résonateur

La présence de biomarqueurs spécifiques dans le milieu de détection va provoquer une variation de l'indice effectif du mode de propagation, qui entraîne par conséquent un décalage des longueurs d'onde de résonance du MR. L'analyse du décalage d'une longueur d'onde de résonance d'un MR peut passer par deux méthodes de mesure qui sont présentées en Figure 2.23.

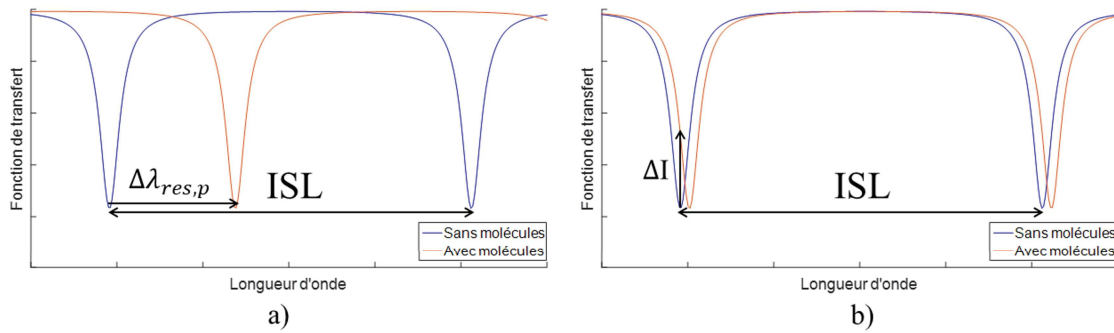


FIGURE 2.23 – Analyse du décalage d'une longueur d'onde de résonance d'un MR : a) Étude de la variation d'une longueur d'onde de résonance d'ordre p $\Delta\lambda_{res,p}$; b) Étude de la variation en intensité ΔI à une longueur d'onde fixe.

Il est possible d'étudier directement la variation de la longueur d'onde de résonance d'ordre p (Figure 2.23.a)) [100], ce qui permet d'obtenir une grande plage de mesure tant que le décalage de la longueur d'onde de résonance d'ordre p ne dépasse pas l'ISL du MR. Cependant, une faible variation de la longueur d'onde de résonance sera difficilement détectable si le facteur de qualité n'est pas assez élevé, et donc si la largeur à mi-hauteur du pic de résonance n'est pas assez faible.

Une autre méthode consiste à observer la variation en intensité à une longueur d'onde fixe (Figure 2.23.b)) pour différentes concentrations de biomarqueurs [101]. La transmission d'un MR possédant de fortes pentes aux alentours des longueurs d'onde de résonance, un faible décalage d'une longueur d'onde de résonance d'ordre p sera mesurable par un photo-détecteur en sortie du MR. Ainsi, cette méthode possède un fort intérêt pour détecter de faibles concentrations de biomarqueurs, mais est sensible aux fluctuations en intensité du système de mesure optique.

Ces deux méthodes d'analyse sont également sensibles aux variations de températures de par la dépendance de l'indice effectif du milieu à ce paramètre qui, comme énoncé précédemment, est le principal facteur qui provoque un décalage des longueurs d'onde de résonance d'un MR. Un système de stabilisation en température, comme un module Peltier est donc nécessaire pour éviter les biais de mesure que provoque une variation en température.

2.5.2 Différents types de détection

Comme déjà évoqué précédemment, dans le domaine de la biodétection optique, deux types de détection peuvent être envisagés pour détecter des biomarqueurs spécifiques : la détection homogène où les biomarqueurs spécifiques sont en solution (Figure 2.24.a)) et la détection surfacique où les biomarqueurs spécifiques sont captés par des biorécepteurs greffés sur ou dans le cœur du guide d'onde par fonctionnalisation (Figure 2.24.b)).

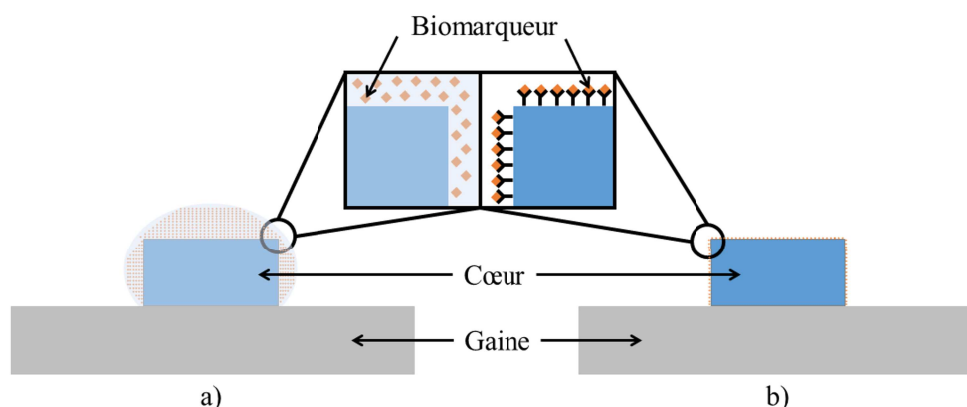


FIGURE 2.24 – Différents types de détection dans le domaine de la biodétection optique à l'aide de guides d'onde : a) La détection homogène ; b) La détection surfacique.

La détection homogène consiste à détecter des biomarqueurs spécifiques en solution, considérés comme le superstrat du transducteur optique. Ainsi, comme nous l'avons vu en Section 2.5.1, la présence des biomarqueurs spécifiques va provoquer une variation de l'indice du superstrat, engendrant une modification de l'indice effectif du milieu de détection, ce qui décale les longueurs d'onde de résonance dans le cas des MR. Néanmoins, la présence d'autres molécules va participer au phénomène de décalage des longueurs d'onde de résonance, rendant ce type de détection non-sélectif.

On préférera dans ce cas l'utilisation de la détection surfacique qui vise à capter les biomarqueurs spécifiques par des biorécepteurs greffés sur le cœur du guide d'onde par fonctionnalisation. Ces biorécepteurs vont immobiliser les biomarqueurs spécifiques et une étape de rinçage permet de chasser les autres molécules responsables du biais de détection qu'elles provoquent lors d'une détection homogène.

L'utilisation de matériaux poreux, comme l'illustre la Figure 2.25, permet une interaction lumière-matière directement dans le volume, puisque le champ optique qui se propage dans le cœur du guide d'onde va interagir avec les biomarqueurs qui y sont contenus ou greffés.

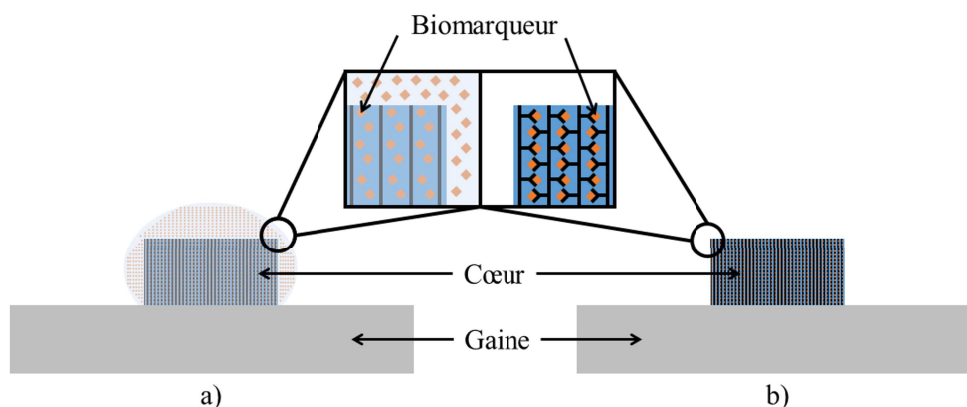


FIGURE 2.25 – Utilisation d'un matériau poreux pour les mêmes types de détection, toujours à l'aide de guides d'onde : a) La détection homogène ; b) La détection surfacique.

L'influence de la présence des biomarqueurs impactera donc cette fois l'indice du superstrat, mais également l'indice du cœur, ce qui influencera davantage la modification de l'indice effectif du milieu de détection, et donc le décalage des longueurs d'onde de résonance, toujours dans le cas des MR.

2.5.3 Optimisation des performances des biocapteurs à base de micro-résonateurs

Nous avons vu dans le Chapitre 1 que les performances d'un capteur pouvait être jugées selon certains critères, comme la plage de mesure, la limite de détection ou la sensibilité. En ce qui concerne les biocapteurs optiques à base de MR, ces critères de performance peuvent être améliorés en optimisant les caractéristiques d'intérêt présentées en Section 2.4.2. Nous avons également vu précédemment diverses méthodes de détection, comme la détection homogène et la détection surfacique, et d'analyse, comme l'analyse du décalage des longueurs d'onde de résonance et la variation en intensité. Dans cette thèse, nous nous intéresserons à la détection surfacique basée sur la variation de la longueur d'onde de résonance d'ordre p .

2.5.3.1 La plage de mesure

La plage de mesure est définie par l'intervalle de mesures possibles du capteur, de la plus faible valeur détectable, correspondant à la limite de détection, à la plus élevée. L'analyse du décalage d'une longueur d'onde de résonance d'ordre p étant limité par l'ISL du MR, comme nous l'avons vu en Section 2.5.1, on comprend que la plage de mesure du biocapteur optique basé sur ce type de transducteur est lié à son intervalle spectral libre ISL, soit :

$$\text{Plage de mesure} = \text{ISL} \geq \Delta\lambda_{res,p}. \quad (2.91)$$

2.5.3.2 La sensibilité

On définit la sensibilité d'un capteur comme le rapport, dans une zone linéaire d'une courbe de calibration (Figure 1.4), entre la variation de la valeur mesurée et la variation de mesurande :

$$S = \frac{\partial(\text{Grandeur physique})}{\partial(\text{Mesurande})}. \quad (2.92)$$

Dans cette thèse, la mesurande à détecter correspond à la quantité de biomarqueurs greffés par unité de surface du transducteur, directement lié à la variation de l'indice effectif du milieu qu'elle provoque. Pour la détecter, nous passerons par l'analyse du décalage des longueurs d'onde de résonance d'un MR, l'Équation (2.92) se réécrit pour devenir :

$$S = \frac{\partial\Delta\lambda_{res}}{\partial M_{\text{biomarqueurs}}}. \quad (2.93)$$

2.5.3.3 La limite de détection

La limite de détection correspond à la plus petite valeur détectable par un capteur. Pour une application biocapteur, il est souhaité d'avoir la plus faible limite de détection possible. Dans notre cas, il s'agit du plus faible décalage des longueurs d'onde de résonance détectable, directement lié à la variation de l'indice effectif du milieu de détection engendré par la présence des biomarqueurs. La limite de détection LD peut-être estimée à l'aide de l'écart-type du bruit du capteur σ et de sa sensibilité S :

$$LD = \frac{3\sigma}{S}. \quad (2.94)$$

La mesure du décalage des longueurs d'onde de résonance est influencée par les pertes optiques et par le bruit de détection, provoquant ainsi une incertitude sur la mesure. Pour en augmenter la précision, le pic de résonance doit être le plus fin possible, imposant une largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ la plus faible possible et donc un facteur de qualité élevé. Ainsi, le plus faible décalage des longueurs d'onde de résonance $\Delta\lambda_{res,min}$ peut être estimé comme un dixième de la largeur à mi-hauteur du pic de résonance [102]. La limite de détection LD peut alors être redéfinie comme le rapport suivant [103] :

$$LD = \frac{\max(\text{Bruit}; \frac{\delta\lambda}{10})}{S}. \quad (2.95)$$

La plus grande valeur de concentration détectable de biomarqueurs C_{max} est lié à la plage de mesure, et donc à l'intervalle spectral libre ISL, à la sensibilité S et à la limite de détection LD :

$$C_{max} = \frac{ISL}{S} - LD. \quad (2.96)$$

Ainsi, nous obtenons la gamme de détection du capteur, qui correspond à l'intervalle entre ces valeurs.

2.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons introduit les principes physiques permettant la propagation de la lumière, ceci en résolvant les équations propagation provenant des équations de Maxwell. Nous avons par la suite extrait les conditions à respecter pour permettre la propagation de la lumière dans un guide d'onde plan ainsi que son confinement pour une propagation dans un guide d'onde bidimensionnel. Ces conditions sont de valider le phénomène de réflexion totale, mais il faut de plus que l'indice de réfraction perçu par la lumière soit compris à la fois entre celui de la couche de confinement optique supérieure et celui de la couche guidante, et également entre celui de la couche de confinement optique inférieur et celui de la couche guidante.

Nous avons ensuite présenté le phénomène d'échange d'énergie, appelé couplage, lorsque deux guides d'onde se trouvent suffisamment proches l'un de l'autre. Nous avons commencé par le couplage avec deux guides d'onde mis bout à bout, ceci en passant par la résolution de l'intégrale de recouvrement des champs, pour finir par le couplage par ondes évanescentes, une partie de l'onde qui « s'évanouit » dans les interfaces lors du phénomène de réflexion totale, à l'aide de la méthode de Marcatili.

Lors de sa propagation dans un guide d'onde, la lumière subit une atténuation provenant de plusieurs sources. Également appelées pertes optiques de propagation, elles trouvent différentes origines, comme la présence d'imperfections dans la fabrication du guide d'onde, c'est le cas pour les pertes de diffusion. L'excitation vibrationnelle des molécules du ou des matériaux qui compose le guide d'onde va provoquer l'absorption de photon, on parle alors de pertes d'absorption. Dès lors que le guide d'onde présente une courbure, la condition pour obtenir le phénomène de réflexion totale n'est plus respectée, ce qui provoque la réfraction d'une partie de la lumière aux interfaces supérieure et inférieure de la couche guidante, prenant la forme de pertes dites de courbure.

Nous avons appliqué les principes physiques précédemment énoncés à un MR. Il est composé d'une cavité résonante prenant la forme, dans notre étude, d'un hippodrome couplé avec un guide d'onde rectiligne. Tous deux sont séparés d'une distance suffisamment faible pour permettre un couplage par ondes évanescentes. L'interaction entre la lumière directement transmise et celle se propageant dans la cavité résonante va provoquer, selon certaines conditions, l'extinction de certaines longueurs d'onde composant la lumière injectée dans le MR, dont on dit qu'elles résonnent. L'analyse de la transmission, c'est-à-dire le rapport en intensité entre le champ de sortie et d'entrée du MR a permis d'extraire des caractéristiques d'intérêt, comme l'ISL (écart entre deux longueurs d'onde de résonance consécutives), la largeur à mi-hauteur (largeur du pic de résonance calculé à sa moitié), le facteur de qualité (rapport entre une longueur d'onde de résonance et sa largeur à mi-hauteur), la finesse (rapport entre l'ISL et la largeur à mi-hauteur), et le contraste (écart entre la transmission maximale et la transmission minimale).

L'utilisation des MR intégrés comme transducteurs suscite un bon intérêt dans le domaine de la biodétection optique. Nous nous sommes concentrés sur le principe de détection visant à analyser le décalage des longueurs d'onde de résonance lors de la présence de biomarqueurs spécifiques dans le milieu de détection. Nous avons pu isoler deux types de détection, une où les biomarqueurs spécifiques sont en solution, que l'on appelle détection homogène, et l'autre où les biomarqueurs spécifiques sont captés par des biorécepteurs greffés sur la surface du MR par fonctionnalisation. L'optimisation de la plage de mesure, de la limite de détection et de la sensibilité des capteurs à base de MR passe par l'optimisation des différentes caractéristiques d'intérêt ainsi que par le contrôle des incertitudes de mesures, comme les bruits thermiques et d'intensité.

CHAPITRE 3

ÉLABORATION DE MULTICOUCHES DE SILICIUM POREUX POUR LA FABRICATION DE MICRO-RÉSONATEURS

Sommaire

3.1	Présentation du silicium poreux	68
3.1.1	Anodisation électrochimique	68
3.1.2	Réaction chimique de fabrication du silicium poreux	69
3.1.3	Passivation et oxydation du silicium poreux	70
3.1.4	Contrôle de l'indice de réfraction du silicium poreux	71
3.2	Réalisation et caractérisation de couches poreuses	72
3.2.1	Conditions d'anodisation	72
3.2.2	Traitement de passivation	73
3.2.3	Caractérisations de couches poreuses	74
3.3	Procédé de fabrication de micro-résonateurs en quadricouche poreuse	80
3.3.1	Choix des indices de réfraction des couches poreuses	80
3.3.2	Choix des dimensions du guide d'onde pour une propagation monomodale	82
3.3.3	Réalisation technologique en salle blanche	86
3.4	Caractérisation de guides d'onde ridges en quadricouches poreuses	91
3.4.1	Caractérisation physique par microscopie électronique à balayage	92
3.4.2	Caractérisation optique de guides d'onde ridges rectilignes en quadricouches poreuses	93
3.4.3	Caractérisation optique de micro-résonateurs en quadricouches poreuses	98
3.5	Conclusion	104

Dans ce chapitre, nous présentons le matériau utilisé pour la fabrication de micro-résonateurs intégrés : le silicium poreux. Ce matériau a été développé par A. UHLIR [104] et D. R. TURNER [105] au cours de leurs travaux sur l'électropolissage à la fin des années 50. En 1990, L. T. CANHAM [106] met en évidence la photoluminescence du silicium poreux à température ambiante. De nombreuses études ont été réalisées dans la continuité sur les diverses propriétés de ce matériau, notamment les propriétés structurales, électroniques et optiques [107]. Dans le domaine de l'optique, le silicium poreux a permis de réaliser des dispositifs capables d'émettre de la lumière [108] ou de la guider [109]. Dans les applications de biocapteurs optiques, sa surface spécifique élevée, son indice de réfraction modulable et sa bio-compatibilité rendent ce matériau très prometteur [110].

L'utilisation du silicium poreux comme matériau dans les applications de capteurs permet la détection des biomarqueurs spécifiques directement dans le volume du guide d'onde. Ce mode de détection a déjà permis d'améliorer la sensibilité de ce type de capteur d'un facteur 5 par rapport à l'utilisation de matériaux massifs comme les polymères qui exploitent la détection par ondes évanescentes [111].

Dans cette thèse, nous utilisons le silicium poreux comme matériau pour la fabrication de micro-résonateurs dans l'objectif d'une application biocapteur, ceci en exploitant la détection surfacique de biomarqueurs spécifiques captés par des biorécepteurs greffés par fonctionnalisation dans le guide d'onde poreux.

Ce chapitre porte sur la présentation du silicium poreux ainsi que sur le procédé de fabrication par anodisation électrochimique de monocouches puis de multicouches poreuses, ceci en prenant en compte l'influence sur la porosité des précédentes couches afin de contrôler les différents indices de réfraction des couches composant les micro-résonateurs qui seront fabriqués par la suite. La validation de la calibration du procédé de fabrication de micro-résonateurs en multicouches poreuses passe par la caractérisation optique de ces structures qui sera alors présentée.

3.1 Présentation du silicium poreux

Le silicium poreux (SiP) est un matériau obtenu grâce à un procédé d'anodisation électrochimique que nous présenterons par la suite. Grâce à ce procédé, il est possible de contrôler la porosité et l'épaisseur des couches poreuses, ce qui permet de fabriquer des composants pour de nombreuses applications, en particulier dans le domaine des biocapteurs.

3.1.1 Anodisation électrochimique

L'obtention du SiP est effectuée par anodisation électrochimique d'un substrat de silicium monocristallin. Le substrat est placé dans un électrolyte composé d'une solution aqueuse à base d'acide fluorhydrique (de formule brute HF) [112]. Un courant électrique est ensuite appliqué entre le substrat de silicium, jouant le rôle de l'anode via le contact électrique de sa face arrière, et une électrode constituée de platine, jouant le rôle de la cathode. Le platine est choisi en raison de son inaltérabilité vis-à-vis du HF. La Figure 3.1 présente des images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) d'une couche de SiP obtenue au terme de l'anodisation électrochimique (Figure 3.1.a)). On notera l'apparition de trous d'air entre les cristallites de silicium, également appelés pores (Figure 3.1.b)), dont leur taille et leur forme dépendent à la fois du type et du taux de

dopage du substrat utilisé, de la concentration de HF dans l'électrolyte, et de la densité de courant appliquée.

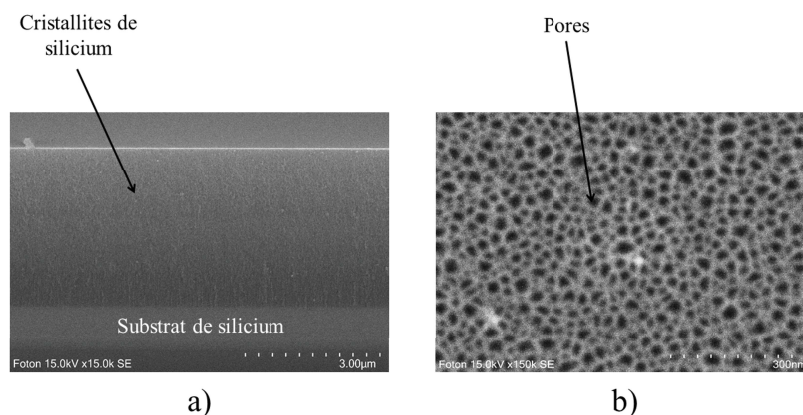


FIGURE 3.1 – Observation MEB d’une couche de SiP réalisée à partir d’un substrat de silicium dopé P+ et d’orientation cristalline (100) : a) Vue en tranche d’une couche de SiP présentant des pores colonnaires ; b) Vue en surface d’une couche de SiP.

Durant notre étude, les couches de SiP sont fabriquées à partir d’un substrat de silicium d’orientation cristalline (100) fortement dopé (P+) avec des atomes de Bore. Notre choix s’est porté sur ce type de substrat car il permet d’obtenir des couches de SiP avec des pores de forme et de taille adaptées à notre application de biodétection, notamment par la formation de pores colonnaires [113] suffisamment ouverts pour faciliter l’infiltration des biomarqueurs spécifiques tout en minimisant la rugosité à l’interface entre la couche poreuse et le substrat [114].

3.1.2 Réaction chimique de fabrication du silicium poreux

Les différentes étapes de formation du SiP par réaction chimique d’un substrat de silicium dans une solution de HF sont présentées en Figure 3.2.

Les ions fluorures (de formule brute F^-) contenues dans l’électrolyte remplacent les atomes d’hydrogène (de formule brute H) en attaquant les liaisons Si-H en surface du substrat (Figure 3.2.a)). Cette attaque est accompagnée par l’émission de dihydrogène (de formule brute H_2) jusqu’au remplacement de toutes les liaisons Si-H (Figure 3.2.b)). Les ions F^- vont ensuite attaquer les liaisons Si-Si au niveau des défauts du substrat, ce qui s’accompagne par la formation d’ion hexafluorosilicate (de formule brute SiF_6^{2-}) (Figure 3.2.c)).

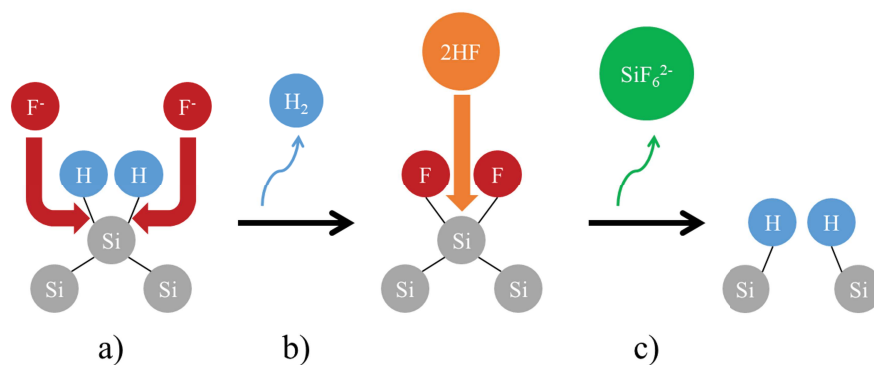


FIGURE 3.2 – Étapes de réaction chimique lors de la formation de SiP : a) Remplacement des atomes d’hydrogène par les ions fluorures ; b) Émission de dihydrogène lors de l’attaque des liaisons Si-H en surface du substrat ; c) Formation d’ion hexafluorosilicate lors de l’attaque des liaisons Si-Si du substrat de silicium.

Le dégagement de H₂ entraîne l’apparition de bulles de gaz qui stoppe la réaction chimique. Le détachement de ces bulles de gaz peut être effectué à l’aide d’un surfactant, comme l’éthanol, qui est ajouté à l’électrolyte [115].

Comme déjà présentée, l’apparition de pores nécessite certaines conditions dépendant notamment du type et du taux de dopage du substrat de silicium utilisé. De plus, la densité de courant appliquée lors de l’anodisation électrochimique permet de contrôler la porosité de la couche de SiP ainsi formée. Cependant, au-delà d’une certaine valeur de densité de courant, le substrat de silicium est gravé en surface sans former de pores, on parle alors d’électropolissage.

3.1.3 Passivation et oxydation du silicium poreux

De par son caractère poreux, la surface interne du SiP est relativement grande, mais cela rend la structure instable à température ambiante. Un traitement thermique est donc nécessaire pour stabiliser le SiP [116]. Cette stabilisation de la structure s’effectue par une passivation à 300 °C sous air ambiant dans un four de thermo-oxydation qui permet de recouvrir la surface interne du SiP d’une fine couche de silice, qui elle est thermiquement stable [117].

Une augmentation de la température provoque l’oxydation de la structure par la pénétration de l’oxygène dans les pores et la désorption de l’hydrogène à la surface du SiP. Cependant, cette désorption peut provoquer la diffusion d’atomes de silicium, entraînant ainsi l’effondrement de la structure sur elle-même pour une température comprise entre 350 °C et 450 °C [118]. L’oxydation du SiP est par conséquent effectuée à des températures plus élevées que 450 °C. À partir de 850 °C pendant une heure, le SiP est totalement oxydé [111].

L’oxydation du SiP provoque une expansion volumique du silicium de 27 % suite à l’insertion de l’oxygène dans ses pores [119]. Les travaux de E. V. ASTROVA *et al.* [120] ont permis de mettre en évidence que l’oxydation de couches poreuses ayant une porosité inférieure à 56 % entraîne l’obstruction totale des pores. Pour une porosité plus élevée, il reste par conséquent une porosité résiduelle après traitement thermique.

3.1.4 Contrôle de l'indice de réfraction du silicium poreux

Il est possible de mesurer l'indice de réfraction d'une couche poreuse par spectroscopie ou par ellipsométrie [121]. Après sa fabrication, le SiP est constitué à la fois de silicium et d'air, l'indice de réfraction d'une couche de SiP varie donc en fonction des fractions volumiques de chacun des matériaux et permet de couvrir un large intervalle d'indice de réfraction. À l'aide du modèle de Bruggeman [122], il est possible de calculer l'indice de réfraction d'un matériau désordonné. La validation de ce modèle pour le calcul de l'indice de réfraction d'une couche de SiP a été démontrée en comparant le calcul à la mesure par réflectométrie [123].

L'équation générale provenant du modèle de Bruggeman permet de relier l'indice de réfraction du matériau n comprenant N éléments de fraction volumique f_i et d'indice de réfraction n_i . On obtient ainsi la relation :

$$\sum_{i=1}^N f_i \left(\frac{n_i^2 - n^2}{n_i^2 + 2n^2} \right) = 0, \quad (3.1)$$

avec $\sum_{i=1}^N f_i = 1$.

Dans le cas du SiP non-oxydé, le développement de l'Équation (3.1) donne la relation suivante :

$$f_{\text{air}_{init}} \frac{n_{\text{air}}^2 - n^2}{n_{\text{air}}^2 + 2n^2} + f_{\text{Si}_{init}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} = 0, \quad (3.2)$$

avec $f_{\text{air}_{init}}$ et $f_{\text{Si}_{init}}$ respectivement les fractions volumiques d'air et de silicium, n_{air} et n_{Si} respectivement les indices de réfraction de l'air ($n_{\text{air}} = 1$) et du silicium ($n_{\text{Si}} = 3,5$).

Après passivation et éventuellement oxydation du SiP, le développement de l'Équation (3.1) donne la relation suivante :

$$f_{\text{air}_{ox}} \frac{n_{\text{air}}^2 - n^2}{n_{\text{air}}^2 + 2n^2} + f_{\text{Si}_{ox}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} + f_{\text{SiO}_2} \frac{n_{\text{SiO}_2}^2 - n^2}{n_{\text{SiO}_2}^2 + 2n^2} = 0, \quad (3.3)$$

avec $f_{\text{air}_{ox}}$ et $f_{\text{Si}_{ox}}$ respectivement les fractions volumiques d'air et de silicium après passivation et éventuellement oxydation, f_{SiO_2} la fraction volumique de silice apparue lors de l'oxydation du SiP, n_{air} , n_{Si} et n_{SiO_2} respectivement les indices de réfraction de l'air ($n_{\text{air}} = 1$), du silicium ($n_{\text{SiP}} = 3,5$) et de la silice ($n_{\text{SiO}_2} = 1,44$).

En prenant en compte l'expansion volumique du silicium de 27 % lors de son éventuelle oxydation, il est possible de lier les fractions volumiques entre elles grâce aux relations suivantes :

$$\begin{cases} f_{\text{Si}_{ox}} = f_{\text{Si}_{init}} - t_{ox} f_{\text{Si}_{init}} & (3.4a) \\ f_{\text{air}_{ox}} = f_{\text{air}_{init}} - 1,27 t_{ox} f_{\text{Si}_{init}} & (3.4b) \\ f_{\text{SiO}_2} = 2,27 t_{ox} f_{\text{Si}_{init}}, & (3.4c) \end{cases}$$

avec $t_{ox} = 1 - \frac{f_{\text{Si}_{ox}}}{f_{\text{Si}_{init}}}$, le coefficient d'oxydation du SiP.

3.2 Réalisation et caractérisation de couches poreuses

Au cours de cette thèse, les couches de SiP sont réalisées en appliquant des densités de courant J pendant des durées bien définies sur un substrat de silicium, et à une température maintenue à 18 °C. Le substrat possède une épaisseur de 250 μm et une résistivité égale à 5 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$.

Dans cette section, nous présentons la cellule électrolytique utilisée pour l'anodisation électrochimique pour la réalisation de monocouches et de multicouches poreuses. Ces couches seront ensuite caractérisées pour valider le couple de densité de courant J à appliquer afin d'obtenir un couple d'indice de cœur n_c et de gaine n_{cf} préalablement choisi pour la fabrication de guides d'onde.

3.2.1 Conditions d'anodisation

La cellule électrolytique servant à la réalisation du SiP est schématisée en Figure 3.3. Elle est constituée de téflon, un matériau résistant à l'attaque corrosive de HF lors de la réalisation de couches poreuses à partir du substrat de silicium, servant d'anode. La cathode, quant à elle, est en platine et est positionnée au dessus, à environ 1 cm du substrat de silicium, et parallèlement à sa surface.

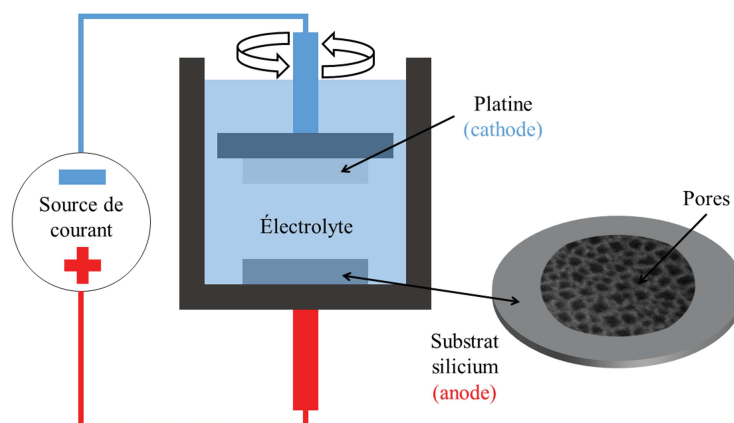


FIGURE 3.3 – Schématisation de la cellule électrolytique.

L'électrolyte est composé d'une solution de HF (50 %) diluée dans de l'eau désionisée (18 $\text{M}\Omega$) et de l'éthanol dans les proportions volumiques présentées dans le Tableau 3.1 :

Tableau 3.1 – Proportions volumiques de l'électrolyte.

Électrolyte	HF (50 %)	Eau (18 $\text{M}\Omega$)	Éthanol
Proportions volumiques	2	1	2

Un agitateur est placé au bout de la cathode pour renouveler l'électrolyte, qui est en contact avec le substrat de silicium à travers un masque ayant une ouverture de surface de 3,54 cm^2 .

Un courant électrique d'intensité I est appliqué sur cette surface S pendant un temps donné pour réaliser une couche poreuse, ou une succession de couches en faisant varier ces paramètres au cours de l'anodisation électrochimique. La densité de courant appliquée J correspond alors au rapport entre l'intensité du courant et la surface de contact entre le substrat de silicium et l'électrolyte, soit :

$$J = \frac{I}{S}. \quad (3.5)$$

Nous appliquons dans cette thèse des densités de courant allant de 1 mA/cm^2 à 115 mA/cm^2 , soit un courant électrique allant de $3,54 \text{ mA}$ à $407,1 \text{ mA}$. Dans cette configuration, le profil d'épaisseur est homogène au centre de la couche poreuse, sur environ 5 mm , ce qui correspond à environ 25% de la surface totale comme le montre la Figure 3.4.

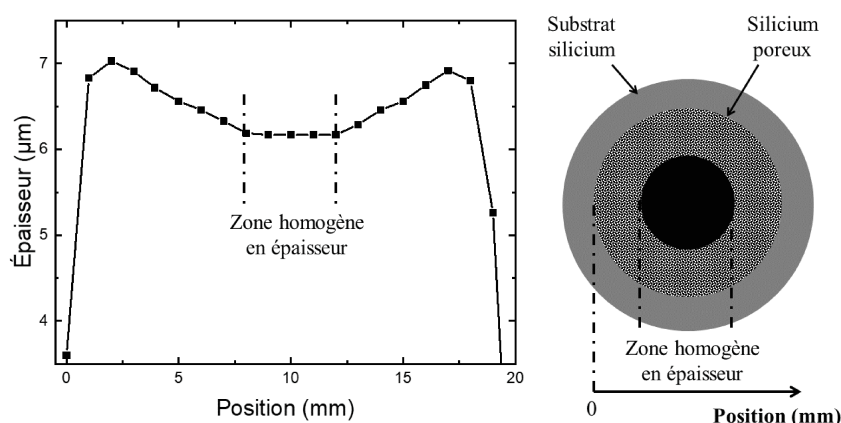


FIGURE 3.4 – Profil d'épaisseur d'une couche de SiP pour une ouverture de surface de $3,54 \text{ cm}^2$, avec une cathode en platine positionnée au dessus, à 1 cm du substrat de silicium. Les épaisseurs sont obtenues par observation MEB de la tranche d'une couche de SiP

3.2.2 Traitement de passivation

Comme évoqué précédemment, les couches de SiP fraîchement élaborées ont besoin d'une passivation pour stabiliser la structure poreuse du matériau. Le traitement thermique est effectué dans un four Nabertherm, qui est constitué de trois zones chauffantes contrôlées chacune par un thermocouple piloté par un programme. Les couches de SiP à traiter sont placées dans un tube en quartz incrusté dans le four. La passivation est effectuée sous air ambiant par l'application d'une température de 300 °C pendant 45 min avant de redescendre à température ambiante (Figure 3.5).

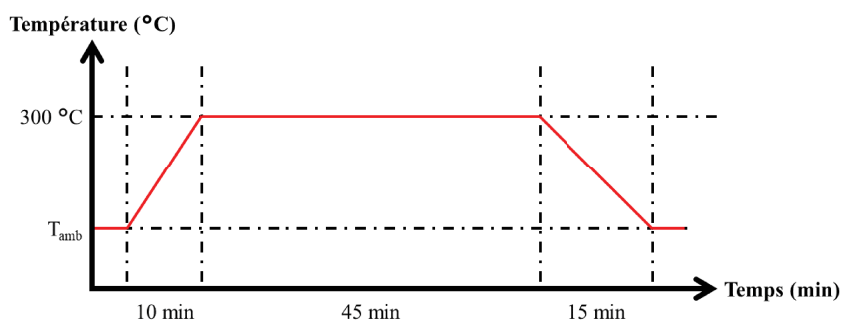


FIGURE 3.5 – Cycle thermique pour la passivation du SiP.

3.2.3 Caractérisations de couches poreuses

Pour la réalisation de guides d'onde optiques, il est important de connaître les indices de réfraction des couches qui les composent. Dans le cas du SiP, il est notamment important de relier les conditions de réalisation à l'indice de réfraction de la couche poreuse. Dans cette section, des monocouches ainsi que des multicouches de SiP sont réalisées avec les paramètres d'anodisation électrochimique présentées en Section 3.2.1. Ces couches sont ensuite caractérisées physiquement par MEB, afin de déterminer leurs épaisseurs, et optiquement par réflectométrie, afin de déterminer leurs porosités, et donc leurs indices de réfraction à l'aide du modèle de Bruggeman.

3.2.3.1 Détermination de l'indice de réfraction d'une couche poreuse par réflectométrie

Le schéma du principe de la spectrométrie en incidence normale est présenté en Figure 3.6 [124].

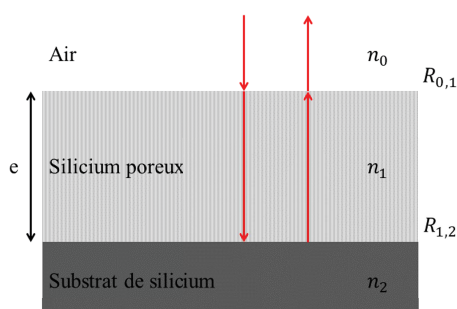


FIGURE 3.6 – Principe de la spectrométrie en incidence normale sur une couche de SiP.

Les spectres de réflectance sont acquis au moyen d'un appareillage à fibre optique permettant d'exciter en incidence normale l'échantillon et de collecter la lumière réfléchie, et d'un spectromètre à haute vitesse de balayage : Ocean optics HR 400. Le système est équipé d'une lampe halogène et d'un monochromateur afin de travailler dans une gamme spectrale qui s'étend de 900 à 2100 nm. La variation de la longueur d'onde de la lumière

incidente permet d'obtenir un spectre de réflectance constitué de franges d'interférences causées par les réflexions aux interfaces air-SiP et SiP-substrat. Nous effectuons nos mesures réflectométriques au centre de la couche poreuse, soit sa zone homogène en épaisseur et en porosité (Figure 3.4).

La méthode de détermination de l'indice de réfraction d'une couche poreuse est basée sur la modélisation de son spectre de réflectance en utilisant le modèle de Bruggeman [125]. Ce modèle, déjà évoqué en Section 3.1.4, permet de déduire l'indice de réfraction d'un milieu effectif composé de plusieurs milieux différents. Ce spectre théorique calculé est alors ajusté au spectre expérimental en paramétrant l'épaisseur et l'indice de réfraction de la couche poreuse.

Pour une couche poreuse d'indice de réfraction n_1 et d'épaisseur e séparant l'air, d'indice $n_0 = 1$, et le substrat de silicium, d'indice n_2 , le coefficient de réflectance R est donné par la relation suivante :

$$R = \left| \frac{R_{0,1} + R_{1,2}e^{i\phi}}{1 + R_{0,1}R_{1,2}e^{i\phi}} \right|^2, \quad (3.6)$$

avec $R_{0,1}$ et $R_{1,2}$ respectivement les coefficients de réflexion de Fresnel à l'interface air-SiP et SiP-substrat, ϕ le déphasage entre deux rayons successifs, tous trois donnés par les relations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} R_{0,1} = \frac{1 - n_1}{1 + n_1} \\ R_{1,2} = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \\ \phi = \frac{4\pi}{\lambda} n_1 e. \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (3.7a) \\ (3.7b) \\ (3.7c) \end{array}$$

Il est donc possible de déterminer le coefficient de réflectance à partir de l'épaisseur de la couche poreuse ainsi que de l'indice de réfraction des différentes couches. L'épaisseur de la couche de SiP est mesurée en clivant l'échantillon et en observant la tranche par MEB. On note P , la porosité de la couche poreuse correspondant à la fraction volumique d'air f_{air} , on obtient donc :

$$P = f_{\text{air}} = 1 - f_{\text{Si}}. \quad (3.8)$$

Ainsi, l'indice de réfraction de la couche poreuse n est déterminé à partir de sa porosité P grâce à la relation de Bruggeman, ce qui permet d'ajuster le spectre de réflexion expérimental avec le spectre théorique calculé, en paramétrant l'épaisseur de la couche et son indice de réfraction. Nous pouvons par conséquent connaître l'indice de réfraction d'une monocouche de SiP à la longueur d'onde de $1,55 \mu\text{m}$ notamment grâce à cette méthode.

La Figure 3.7 présente un exemple de détermination de la porosité d'une monocouche de SiP de $4,75 \mu\text{m}$ d'épaisseur par l'ajustement de ses spectres de réflectance théorique et expérimental. Cet ajustement permet de déterminer la porosité à $70,7 \pm 1,0 \%$ pour cette monocouche. L'incertitude est associée à l'incertitude sur la mesure de l'épaisseur de la monocouche.

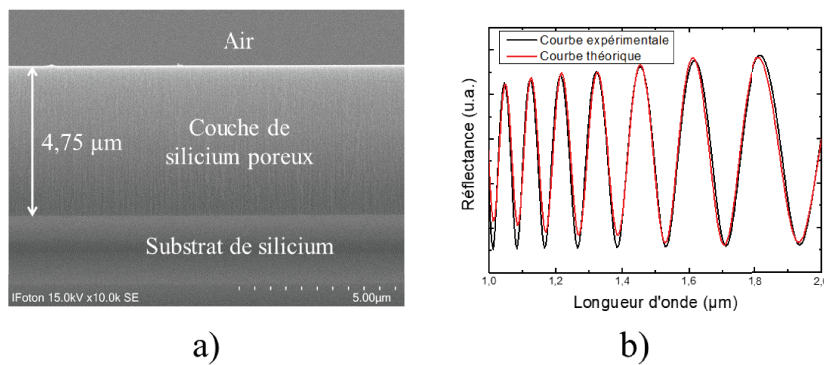


FIGURE 3.7 – Exemple de détermination de la porosité d’une monocouche de SiP : a) Image MEB d’une couche de SiP de 4,75 µm ; b) Ajustement du spectre de réflectance théorique sur l’expérimental sur la gamme spectrale s’étendant de 1,0 µm à 2,0 µm.

Un grand nombre de franges d’interférences est nécessaire pour obtenir une meilleure précision sur l’ajustement des spectres de réflectance théorique et expérimental, et donc sur la porosité de la couche poreuse. Ce nombre augmente avec l’épaisseur de la monocouche de SiP.

La détermination de cette porosité permet, comme le présente la Figure 3.8, de déterminer l’indice de réfraction de la couche poreuse à la longueur d’onde souhaitée.

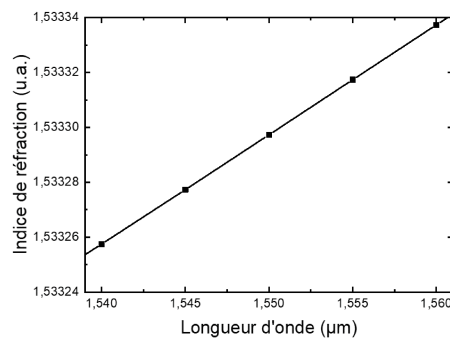


FIGURE 3.8 – Courbe de dispersion d’indice de réfraction de la monocouche précédente sur la gamme spectrale s’étendant de 1,54 µm à 1,56 µm.

3.2.3.2 Influence de la passivation sur une couche de silicium poreux

Nous caractérisons cette fois-ci les couches poreuses après passivation de la même manière que précédemment afin de déterminer le coefficient d’oxydation t_{ox} du SiP, ceci pour déterminer la nouvelle porosité de la couche.

On constate sur la Figure 3.9 que de par la superposition des spectres de réflectance entre avant et après passivation, ce traitement thermique provoque une diminution négligeable de la porosité de la structure.

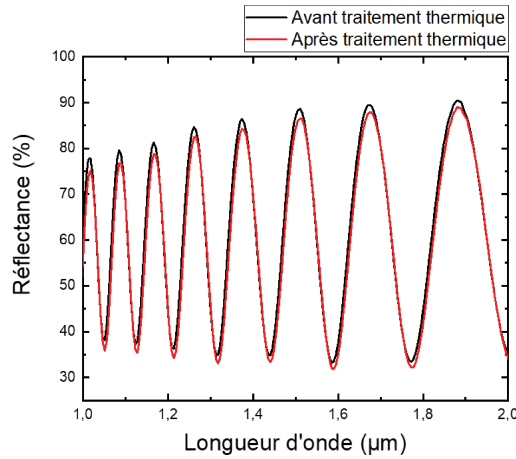


FIGURE 3.9 – Comparaison entre les spectres de réflectance sur une gamme spectrale s'étendant de $1,0 \mu\text{m}$ à $2,0 \mu\text{m}$ d'une monocouche de SiP avant et après passivation. La superposition des spectres indique que les porosités de ses couches sont quasiment similaires.

Aussi, nous admettrons que le coefficient d'oxydation t_{ox} est nul lors de la passivation d'une couche de SiP. Nous verrons dans le Chapitre 4 que ce traitement thermique de passivation est suffisant pour la biofonctionnalisation des couches de SiP.

3.2.3.3 Influence des couches poreuses déjà formées sur la formation de nouvelles couches de silicium poreux

Les guides d'onde sont réalisés en réalisant deux couches successives de SiP, ceci en appliquant deux densités de courant successives, une pour le cœur et une pour la gaine afin d'obtenir deux couches poreuses d'épaisseur et de porosité différentes, et donc d'indice de réfraction différents.

Cependant, comme nous le verrons dans la Section 3.3, deux fines couches (appelées couches barrières) de faible porosité sont nécessaires pour le procédé de fabrication des guides d'onde en SiP. Quatre couches successives vont donc être réalisées en appliquant quatre densités de courant successives pendant des temps donnés. Néanmoins, dans une structure multicouche en SiP, il est rapporté que l'indice de réfraction d'une couche la constituant est différent par rapport à une monocouche de SiP seul, et ce pour une même densité de courant appliquée et un temps d'anodisation égal [126].

Considérant ces résultats, nous avons étudié l'influence de la présence des couches barrières sur les caractéristiques de la couche de SiP d'intérêt dans la structure multicouche, ceci pour des densités de courant supérieures à 50 mA/cm^2 et jusqu'à électropolissage d'une monocouche poreuse. La Figure 3.10 compare la vitesse d'anodisation (Figure 3.10.a)) et la porosité (Figure 3.10.b)) en fonction de la densité de courant J appliquée pour trois différentes structures multicouches en SiP.

- Dans le cas A, nous étudions des structures monocouches réalisées en appliquant une densité de courant J comprise entre 50 et 110 mA/cm^2 .
- Dans le cas B, nous étudions des structures bicouches réalisées en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une

densité de courant J_2 comprise entre 50 et 110 mA/cm². La couche barrière est ensuite gravée.

- Dans le cas C, nous étudions des structures quadricouches, constituées d'une couche barrière ($J_1 = 1$ mA/cm²), suivie d'une couche où une densité de courant $J_2 = 85$ mA/cm² est appliquée pour simuler la couche guidante, puis d'une seconde couche barrière $J_3 = J_1 = 1$ mA/cm², et enfin d'une couche réalisée en appliquant une densité de courant J_4 comprise entre 110 et 115 mA/cm². Les trois premières couches poreuses sont ensuite gravées.

Les gravures effectuées dans les deux derniers cas sont nécessaires afin de ramener l'étude à la monocouche d'intérêt et ainsi faciliter sa caractérisation par réflectométrie.

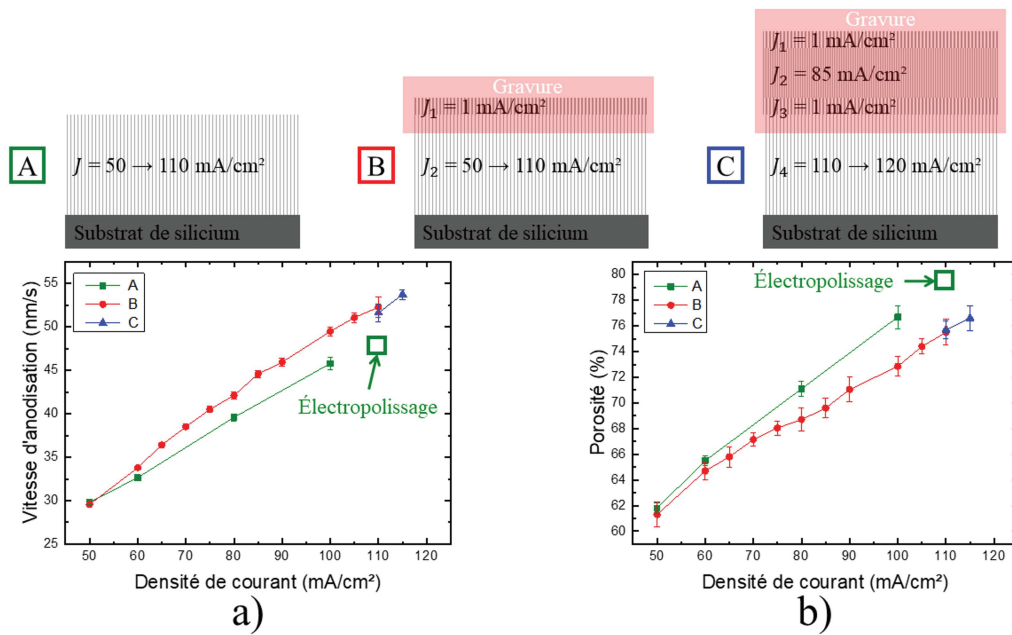


FIGURE 3.10 – Étude sur la vitesse d'anodisation (a) et la porosité (b) de trois différentes structures en SiP en fonction de la densité de courant J appliquée : cas A : monocouches réalisées en appliquant une densité de courant comprise entre 50 et 110 mA/cm² ($J = 110$ mA/cm² : électropolissage), cas B : bicouches réalisées en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1$ mA/cm² (couche barrière) puis une densité de courant J_2 comprise entre 50 et 110 mA/cm². Une gravure est réalisée pour retirer la couche barrière, cas C : quadricouches réalisées en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1$ mA/cm² (couche barrière), $J_2 = 85$ mA/cm² (couche guidante), $J_3 = J_1 = 1$ mA/cm² (couche barrière) puis une densité de courant J_4 comprise entre 110 et 115 mA/cm². Une gravure est réalisée pour retirer les trois premières couches poreuses.

La Figure 3.11 rapporte les observations par MEB de la tranche d'une monocouche (Figure 3.11.a)), d'une bicouche (Figure 3.11.b)) et d'une quadricouche (Figure 3.11.c)) de SiP où une densité de courant de 110 mA/cm² a été appliquée pour la couche inférieure. Pour les deux derniers cas, les images MEB de la couche d'intérêt seule à 110 mA/cm² sont obtenues après gravure des couches supérieures.

On remarque que dans le cas où la couche poreuse est réalisée sans couche barrière au préalable, un électropolissage est observé pour une densité de courant de 110 mA/cm²

(Figure 3.11.a)). Pour la même densité de courant, celui-ci n'apparaît pas si une couche poreuse est réalisée auparavant (Figure 3.11.b) et Figure 3.11.c)). Cela montre déjà un effet de la couche barrière sur la couche suivante pour cette densité de courant.

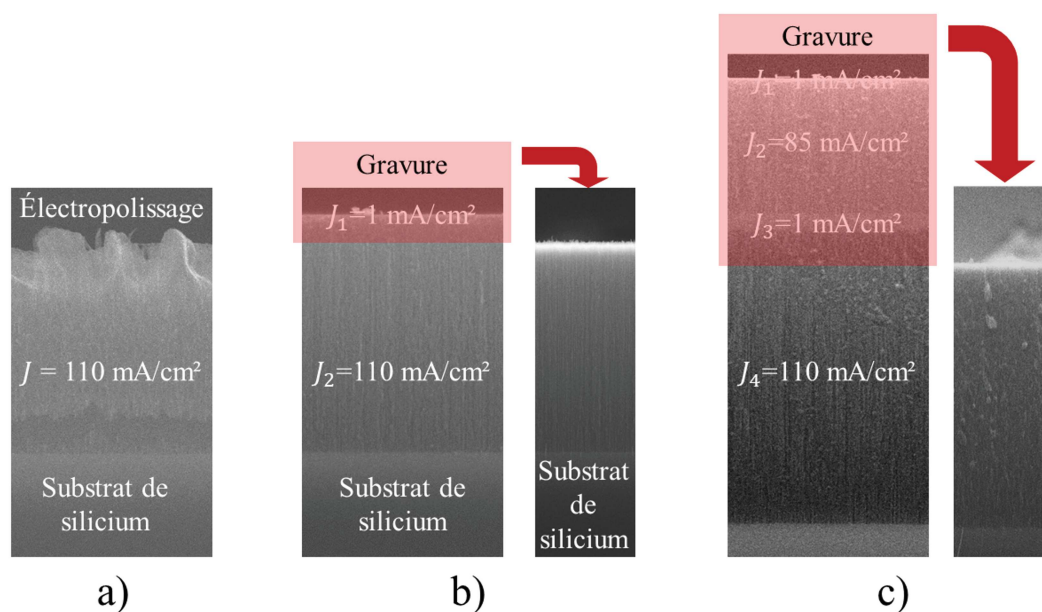


FIGURE 3.11 – Observation par MEB de la tranche de couches de SiP : a) Monocouche en SiP réalisée en appliquant une densité de courant de 110 mA/cm^2 ; b) Bicouche en SiP réalisée successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant $J_2 = 110 \text{ mA/cm}^2$. Une gravure est réalisée pour retirer la couche barrière; c) Quadricouche en SiP en appliquant successivement une densité de courant $J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière), $J_2 = 85 \text{ mA/cm}^2$ (couche guidante), $J_3 = J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$ (couche barrière) puis une densité de courant $J_4 = 110 \text{ mA/cm}^2$. Une gravure est réalisée pour retirer les trois premières couches poreuses.

Sur la Figure 3.10.a), on observe de plus que pour une densité de courant appliquée de 50 mA/cm^2 , la vitesse d'anodisation est approximativement la même pour les cas A et B. On observe ensuite une différence de vitesse d'anodisation qui augmente entre les deux cas A et B avec la densité de courant appliquée. La présence de la couche barrière préalablement formée augmente donc la vitesse d'anodisation de la couche poreuse d'intérêt. On observe sur la Figure 3.10.b) que pour une densité de courant appliquée de 50 mA/cm^2 , la porosité est également similaire pour les cas A et B. Pour des densités de courant croissantes, la porosité des monocouches (cas A) devient plus élevée que pour les couches d'intérêts dans les cas B et C, contrairement à la vitesse d'anodisation (Figure 3.10.a)). On en déduit que plus la porosité de la couche d'intérêt est proche de celle de la couche barrière, plus l'influence de la présence de cette dernière, sur la vitesse d'anodisation et la porosité des couches poreuses suivantes, est négligeable. La diffusion des espèces réactives responsables de la formation des pores est d'autant plus limitée à travers la couche barrière car sa porosité est faible. La composition de la solution électrolytique, notamment en ion hydroxyde (de formule brute HO^-), est donc différente dans les couches sous-jacentes par rapport à un cas sans couche barrière. La concentration

en ion HO^- serait plus élevée en présence d'une couche barrière générant une couche sous-jacente moins poreuse [127], [128].

Pour finir, on observe sur les Figures 3.10.a) et 3.10.b), pour les densités de courant étudiées, que les vitesses d'anodisation et les porosités des couches d'intérêts sont sensiblement les mêmes pour les cas B et C. On en déduit donc que les caractéristiques d'une couche de SiP dans une structure multicouche ne dépendent que de la porosité de la couche tout juste supérieure et non des autres couches plus au dessus.

3.3 Procédé de fabrication de micro-résonateurs en quadricouche poreuse

Le but du procédé de fabrication, présenté en Figure 3.12, est de réaliser des micro-résonateurs (MR) en SiP à partir de quadricouches poreuses, obtenues en appliquant successivement quatre densités de courant comme introduit en Section 3.2.3.3.

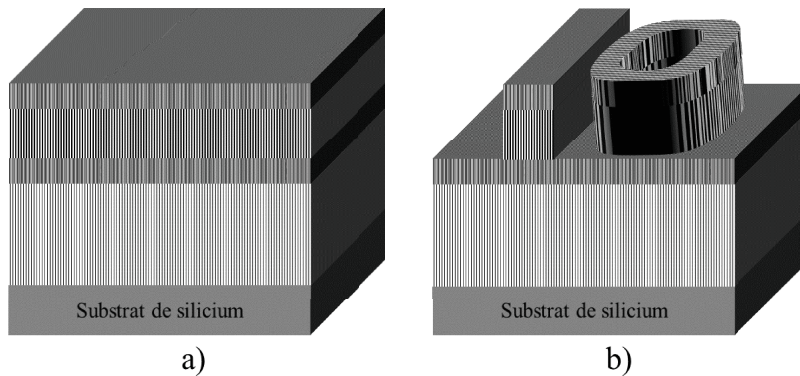


FIGURE 3.12 – Fabrication de MR en SiP : a) quadricouche poreuse ; b) MR réalisé par photolithographie et à partir d'une quadricouche poreuse.

3.3.1 Choix des indices de réfraction des couches poreuses

L'objectif de la thèse est, rappelons le, de concevoir des guides d'onde hybrides constitués de MR en SiP couplés avec des guides d'onde ridges en polymère et servant de guides d'accès. L'indice de réfraction d'un polymère étant fixe à une longueur d'onde donnée, le choix de ce dernier va par conséquent induire le choix des indices de réfraction, et donc des porosités, liées aux densités de courant appliquées, des couches poreuses constituant le MR en SiP. En effet, pour réduire le plus possible les pertes de couplages entre deux milieux de propagation, il faut que les indices de réfraction des guides d'onde en polymère et en SiP soient similaires.

La gamme d'indices de réfraction des polymères est comprise entre 1,3 et 1,7 UIR. La plupart des polymères disponibles à l'institut FOTON sont répertoriés dans le Tableau 3.2 avec leur indice de réfraction respectif.

Tableau 3.2 – Différents polymères disponibles à l’institut FOTON et leur indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$.

Polymères	Indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$
PMATRIFE	1,41
OG125	1,46
PMMA	1,48
NOA65	1,52
PMMI	1,52
PVCI	1,56
Polystyrène	1,56
Lexans	1,57
SU8	1,57

Parmi les différents polymères utilisés dans la réalisation de guides d’onde, le polymère SU8 a déjà été utilisé au sein de l’institut FOTON [111], [129]. Nous utiliserons par la suite ce polymère pour servir de guide d’accès couplé avec un guide d’onde en SiP. De plus, nous avons vu dans le Chapitre 2 que les indices de réfraction des matériaux doivent être égaux pour ne pas générer de pertes à l’interface entre eux. Ainsi, la couche guidante de la structure doit avoir un indice de réfraction de 1,57.

Nous choisissons un indice de réfraction de la couche de confinement de 1,41. Nous travaillons ainsi avec un contraste d’indice de réfraction qui, comme nous le verrons dans la suite, demande la réalisation de guides d’onde à faibles dimensions pour obtenir une propagation monomodale dans le domaine du proche infrarouge. Cela permet également d’obtenir des structures compactes.

Par conséquent, le couple d’indices de réfraction des couches poreuses guidante et de confinement constituant le MR en SiP doit être égal à $\{1,57; 1,41\}$. En reprenant l’étude effectuée en Section 3.2.3.3 sur la porosité des couches poreuses dans des structures multicouches, il nous est possible, à l’aide de la Figure 3.13, de déterminer l’indice de réfraction d’une couche poreuse en fonction de la densité de courant appliquée.

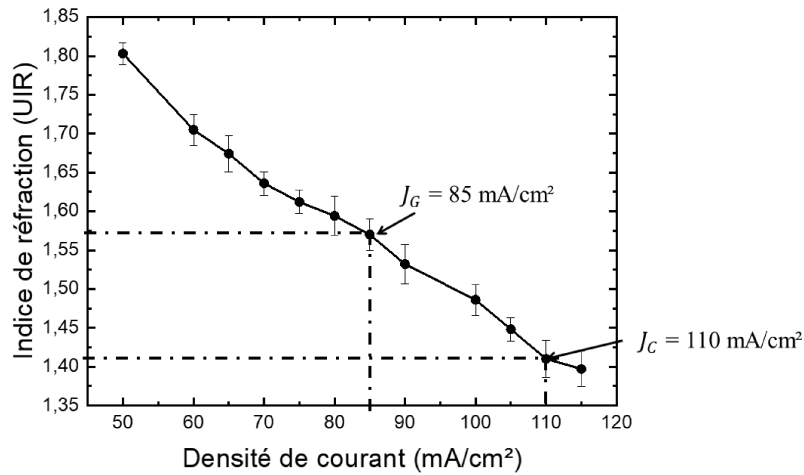


FIGURE 3.13 – Étude sur l'indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$ de la couche inférieure de bicouches en SiP après gravure de la couche supérieure, en fonction de la densité de courant J appliquée.

À partir de cette courbe, nous déterminons les densités de courant à appliquer pour obtenir une couche poreuse guidante avec un indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$ de $1,57$ et une couche poreuse de confinement avec un indice de réfraction à $1,55 \mu\text{m}$ de $1,41$. Nous obtenons ainsi $J_G = 85 \text{ mA/cm}^2$ et $J_C = 110 \text{ mA/cm}^2$ respectivement. La structuration des quadricouches en SiP, c'est-à-dire les densités de courant appliquées, les porosités et les indices de réfraction correspondants, sont résumés dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3 – Paramètres de réalisation (densité de courant J , porosité P et indice de réfraction n) des quadricouches en SiP.

Couches	Densités de courant J (mA/cm^2)	Porosité P (%)	Indice de réfraction n à $1,55 \mu\text{m}$
Barrière supérieure	1	$43,5 \pm 1,5$	$2,27 \pm 0,04$
Guidante	85	$69,6 \pm 1,0$	$1,57 \pm 0,02$
Barrière intermédiaire	1	$43,5 \pm 1,5$	$2,27 \pm 0,04$
Confinement	110	$75,6 \pm 1,0$	$1,41 \pm 0,02$

3.3.2 Choix des dimensions du guide d'onde pour une propagation monomodale

Avant la fabrication de MR, il est nécessaire de dimensionner la hauteur h et la largeur l du cœur du guide d'onde pour permettre une propagation monomodale de la lumière dans le domaine du proche infrarouge comme nous le souhaitons, ce qui demande des dimensions de l'ordre du micromètre. Le masque dont nous disposons pour fabriquer des MR permet de réaliser des guides d'onde de $2 \mu\text{m}$ de largeur. La longueur de couplage de l'hippodrome est de $70 \mu\text{m}$ et il possède un rayon de courbure de $100 \mu\text{m}$.

La Figure 3.14 présente la zone de propagation monomodale (en bleu) à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$ et en fonction des dimensions du cœur du guide d'onde bidi-

mensionnel, après le calcul numérique de l'indice effectif, pour les modes de polarisation TE et TM.

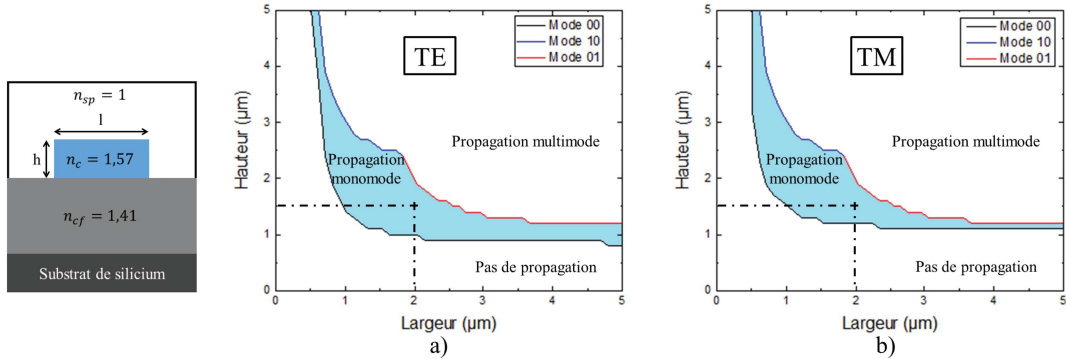


FIGURE 3.14 – Détermination de la zone de propagation monomodale à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$ après le calcul numérique de l'indice effectif d'un guide d'onde bidimensionnel, pour les modes de polarisation TE 00, 01 et 10 (a), et TM 00, 01 et 10 (b). Les indices de réfraction du superstrat n_{sp} , du cœur n_c et de la gaine n_{cf} sont respectivement de 1, 1,57 et 1,41. Le couple $\{h; l\}$ varie quand à lui de 0 à $5 \mu\text{m}$.

Le couple hauteur ; largeur $\{h; l\}$ du cœur du guide d'onde varie de 0 à $5 \mu\text{m}$. Pour un superstrat d'air ($n_{sp} = 1$), un cœur d'indice de réfraction $n_c = 1,57$ et une gaine d'indice de réfraction $n_{cf} = 1,41$, nous constatons que pour une largeur l de $2 \mu\text{m}$, la hauteur h possible du cœur du guide d'onde varie entre $1,0$ et $2,0 \mu\text{m}$ pour le mode TE (Figure 3.14.a)), et $1,2$ et $2,0 \mu\text{m}$ pour le mode TM (Figure 3.14.b)).

Nous avons choisi une hauteur de $1,5 \mu\text{m}$, ce qui permet d'obtenir une propagation monomodale de la lumière à la fois pour les modes de polarisation TE et TM. Nous avons également choisi une épaisseur de $5 \mu\text{m}$ de gaine afin d'éviter les pertes optiques dues aux fuites de la lumière dans le substrat de silicium.

Cependant, dans notre structure quadricouche, le contraste d'indice entre la gaine et la couche barrière intermédiaire étant plus important que le contraste d'indice entre la gaine et le cœur, la couche barrière intermédiaire doit avoir une épaisseur suffisamment faible pour garder une propagation monomodale uniquement dans le cœur du guide d'onde. Le calcul numérique par la méthode de l'indice effectif n'étant pas adapté dans le cas de notre structure quadricouche, nous calculons les indices effectifs avec un solveur FMM (pour *Film Mode Matching*) à vecteur complet à l'aide du logiciel FIMMWAVE, commercialisé par Photon design. Le solveur FMM est une méthode numérique polyvalente pour les calculs de champs de modes vectoriels et particulièrement adaptée aux structures de guides d'onde rectangulaires [130].

La Figure 3.15 présente la zone de propagation monomodale (en bleu) à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$ et en fonction de l'épaisseur de la couche barrière intermédiaire e_{cb2} à la fois pour les modes polarisés TE et TM. Une épaisseur de couche barrière supérieure est fixée à 30 nm car cette dernière n'influence que très peu la propagation de la lumière et sera gravée par la suite.

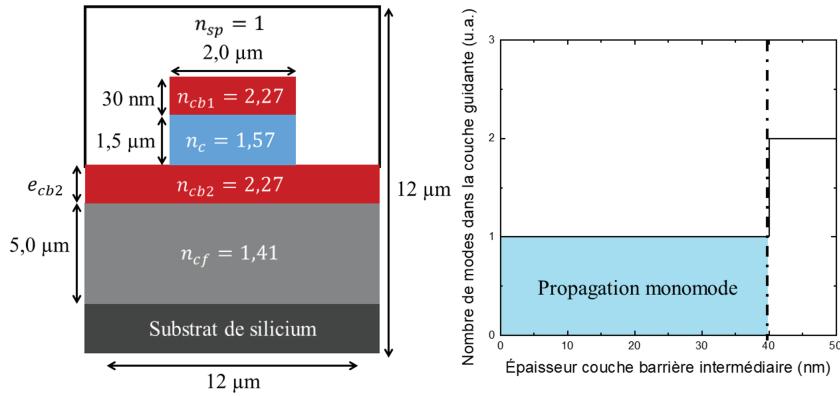


FIGURE 3.15 – Évolution du nombre de modes de propagation dans le cœur de la structure quadricouche en fonction de l'épaisseur de la couche barrière intermédiaire à la fois pour les modes polarisés TE et TM.

Nous constatons que pour une épaisseur de couche barrière intermédiaire e_{cb2} en dessous de 40 nm, la propagation monomodale dans le cœur de la structure quadricouche est assurée. Nous avons choisi une hauteur de couche barrière intermédiaire de 30 nm, ce qui est suffisamment faible pour obtenir une propagation monomodale dans le cœur à la fois pour les modes polarisés TE et TM sans trop influencer la réalisation des couches poreuses successives, et tout en étant suffisamment élevée pour lui permettre d'empêcher l'infiltration de la résine ou du polymère lors du procédé de fabrication.

Pour finir, nous réalisons une étude afin de déterminer l'influence de la présence des deux couches barrières sur l'indice effectif et l'indice de groupe par rapport à une structure classique qui n'en possède pas. Pour ce faire, nous estimons les indices effectifs, sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1,4 à 1,6 μm par la résolution numérique de la méthode de l'indice effectif, pour les modes polarisés TE et TM sans la présence des deux couches barrières (Figure 3.16.a)). Nous déterminons ensuite les indices effectifs avec un solveur FMM à vecteur complet dans le cas de la structure quadricouche (Figure 3.16.b)), toujours sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1,4 à 1,6 μm , et toujours pour les modes polarisés TE et TM. Les dimensions de chacune des couches ont été choisies en fonction de l'étude précédente.

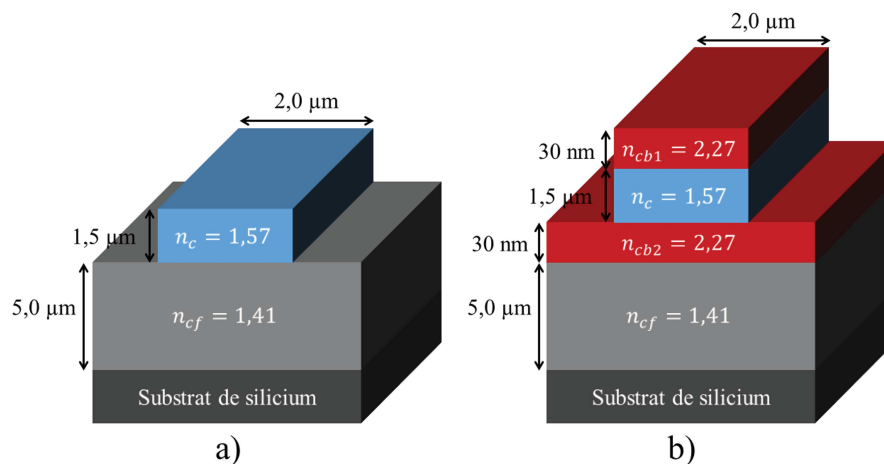


FIGURE 3.16 – Calcul numérique des indices effectifs des modes polarisés TE et TM pour deux structures différentes : a) Guide d'onde ridge classique sans couche barrière ; b) Guide d'onde ridge avec une couche barrière supérieure et une couche barrière intermédiaire.

Les valeurs des indices effectifs à la longueur d'onde de travail de 1,55 μm, pour les modes polarisés TE et TM, sont présentées dans le Tableau 3.4. On observe un écart de l'ordre de 10⁻² UIR entre les indices effectifs calculés pour les deux méthodes.

Tableau 3.4 – Résultats de calculs numériques des indices effectifs pour les modes polarisés TE et TM.

Résolution numérique	Mode polarisé	
	TE	TM
Méthode de l'indice effectif	1,4829	1,4838
Solveur FMM à vecteur complet	1,4927	1,4997

Puis, nous avons déterminé l'évolution de l'indice effectif pour chacune des structures en fonction de la longueur d'onde [131], [132]. Cette évolution a été ajustée par une fonction linéaire sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1,4 à 1,6 μm, comme le présente la Figure 3.17.

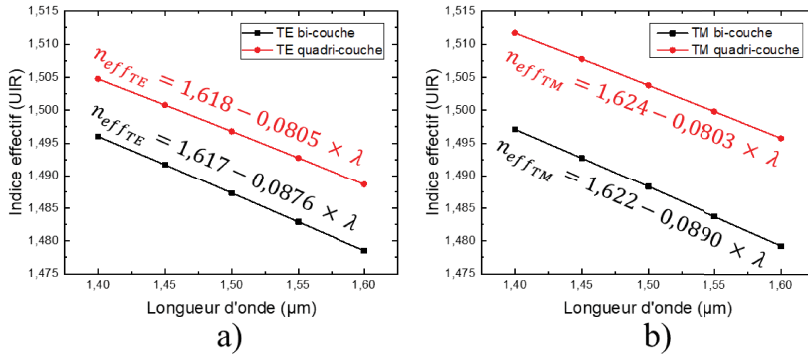


FIGURE 3.17 – Détermination de l'indice de groupe en fonction de la structure étudiée : a) Évolution de l'indice effectif de la structure en fonction de la longueur d'onde pour le mode polarisé TE ; b) Évolution de l'indice effectif de la structure en fonction de la longueur d'onde pour le mode polarisé TM.

L'indice de groupe, à l'aide de l'Équation (2.82) présentée au Chapitre 2, a par conséquent pu être calculé pour la structure quadricouche, et vaut 1,618 UIR pour le mode de polarisation TE et 1,624 UIR pour le mode de polarisation TM. De la même manière, nous avons calculé un indice de groupe de 1,617 UIR pour le mode de polarisation TE et 1,622 UIR pour le mode de polarisation TM dans le cas d'un guide d'onde ridge classique sans couches barrières. Il y a donc une différence de l'ordre de 10^{-3} UIR entre les valeurs d'indices de groupe pour chacun des modes de polarisation.

Par conséquent, nous continuerons dans la suite de la thèse d'utiliser le solveur FMM à vecteur complet pour la détermination des indices effectifs et de groupe de nos structures, ceci compte tenu de la différence entre les méthodes utilisées pour calculer l'indice effectif, qui est de l'ordre de 10^{-2} UIR, et de l'ordre de 10^{-3} UIR pour l'indice de groupe.

3.3.3 Réalisation technologique en salle blanche

Dans cette thèse, la réalisation des guides d'onde se font dans les salles blanches appartenant à la plateforme technologique CCLO (pour Centre Commun Lannionnais d'Optique) de l'institut Foton, où l'humidité, la température et la concentration de particules dans l'air sont contrôlées. Les techniques de fabrication utilisées sont détaillées dans cette section.

La Figure 3.18 illustre les étapes de fabrication d'un MR à partir d'une quadricouche en SiP (Figure 3.18.a)). Chacune des étapes est détaillée dans les sections suivantes.

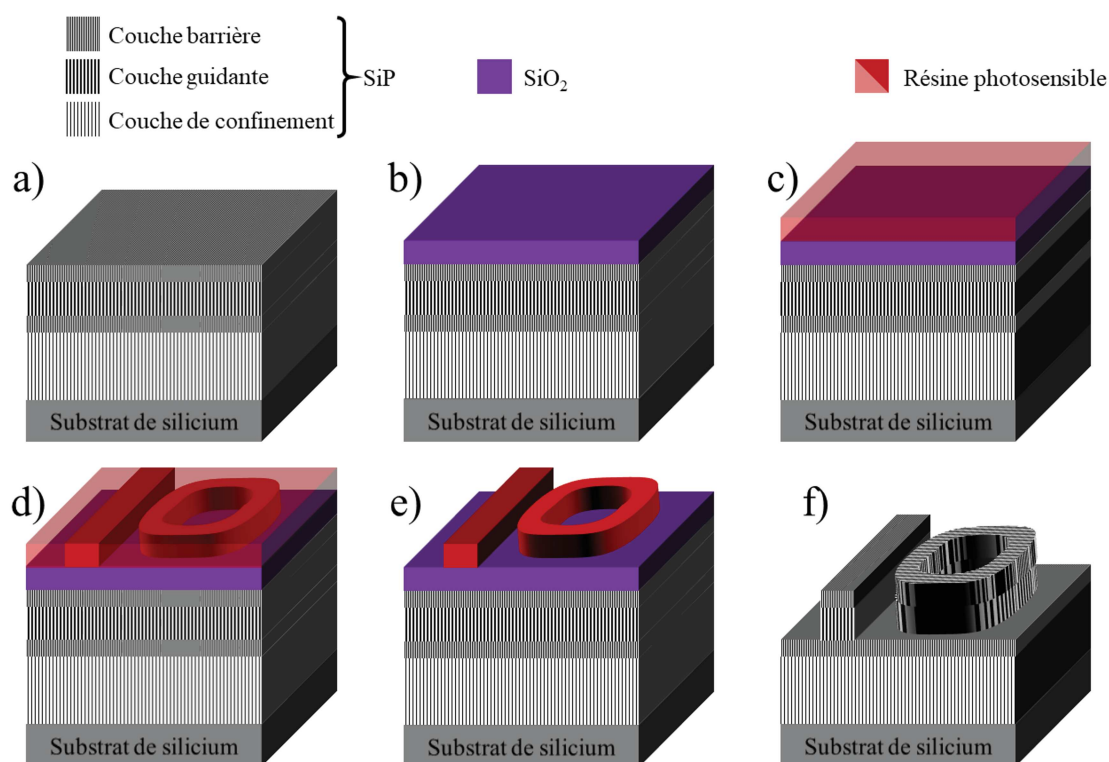


FIGURE 3.18 – Étapes de fabrication pour la réalisation d'un MR en quadrilicouche poreuses.

3.3.3.1 Dépôt de silice par pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD, pour *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*) permet de déposer de fines couches de matériaux sur une surface d'intérêt, comme un substrat de silicium, par bombardement ionique d'une cible. Le principe de dépôt est illustré en Figure 3.19 pour un dépôt de silice (de formule brute SiO_2). Un mélange de gaz, composé d'argon (de formule brute Ar) et de dioxygène (de formule brute O_2), est acheminé vers le bâti et est ionisé par collisions avec des électrons de forte énergie, générés par avalanche électronique lors de l'application d'une forte tension par un générateur. Les ions positifs à base d'argon sont confinés par un champ magnétique à l'aide d'un aimant positionné derrière la cible. Ils sont ensuite attirés et projetés sur la cathode, la cible en silice. Les ions arrachent alors par collision les molécules de silice neutres de la cible et sont alors projetés de façon balistique sur la surface d'intérêt. 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.

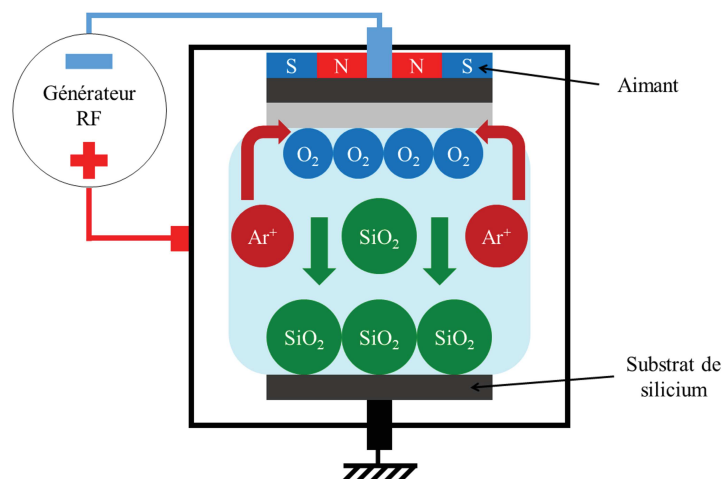


FIGURE 3.19 – Principe de dépôt de silice par PECVD.

Dans cette thèse, la méthode PECVD est utilisée pour déposer de fines couches de silice (Figure 3.18.b)) servant de couches barrières de sélectivité lors du développement de la résine photosensible et de la gravure qui seront détaillés par la suite. Les paramètres de dépôt par PECVD pour environ 30 nm de silice sont reportés dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 – Paramètres utilisés pour le dépôt de silice.

Paramètres	Valeur
Puissance RF (W)	500
Temps (s)	180
Débit Ar (sccm)	40
Débit O ₂ (sccm)	4
Pression (mTorr)	12
Temps (s)	180

3.3.3.2 Dépôt de matériaux par *spin coating*

L'enduction centrifuge ou le *spin coating* est une technique de dépôt de couches minces à partir de matériaux liquides, comme des polymères ou des résines. Le principe, illustré en Figure 3.20, consiste à déposer le matériau sur une surface d'intérêt, comme un substrat de silicium, avant de le mettre en rotation grâce à une tournette pour permettre l'étalement du matériau. Une fois la vitesse constante, une majorité du solvant s'évapore pour obtenir une couche solidifiée.

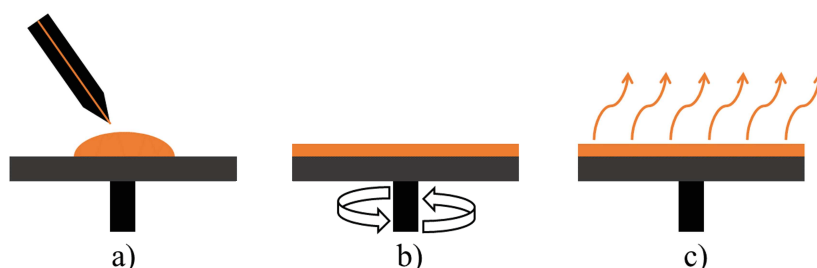


FIGURE 3.20 – Représentation de la technique de *spin coating* : a) Dépôt du matériau liquide; b) Mise en rotation de la surface de dépôt pour étalement; c) Évaporation du solvant.

Pour la réalisation de nos guides d'onde, nous déposons la résine photosensible S1805 (Figure 3.18.c)), choisie pour sa résistance à la puissance ICP (pour *Inductively Coupled Plasma*) lors de l'étape de gravure que nous détaillerons par la suite. Un promoteur d'adhérence, l'hexaméthylsilazane (HDMS, de formule brute $C_6H_{19}NSi_2$), est d'abord déposé pour obtenir une meilleure adhérence entre la résine et la couche de silice. Les résines photosensibles sont caractérisées par un facteur d'aspect, comme le rapport entre la résolution latérale et l'épaisseur de la résine déposée. Pour obtenir un gap de $0,5 \mu m$ entre le guide d'accès et la cavité résonante du MR, une épaisseur de résine de $0,5 \mu m$ est donc nécessaire pour que le facteur d'aspect soit maximum, c'est-à-dire égal à 1. Un recuit sur une plaque chauffante est ensuite effectué pour consolider la résine. Les paramètres de dépôt par *spin coating* de la résine S1805 sont reportés dans le Tableau 3.6.

Tableau 3.6 – Paramètres utilisés pour le dépôt de la résine S1805.

Paramètres	Valeur
Temps (s)	10
Vitesse (rpm)	4000
Accélération (rpm/s)	1000

3.3.3.3 Photolithographie

Le principe de la photolithographie, dont les étapes sont illustrées en Figure 3.21 consiste à transférer les motifs d'un masque plaqué par contact sous vide sur une surface d'intérêt via une résine photosensible. Le masque de photolithographie est une plaque de verre sur laquelle des motifs en chrome sont dessinés à l'aide de la méthode de *e-beam* lithographie [133]. La résine est ensuite insolée par rayonnement UV à 365 nm et les motifs opaques cachent certaines zones de la résine, qui ne sont donc pas insolées. Deux types de résines sont utilisées :

- Les résines positives dont les parties masquées restent après l'étape de développement.
- Les résines négatives dont les parties masquées sont dissoutes après l'étape de développement.

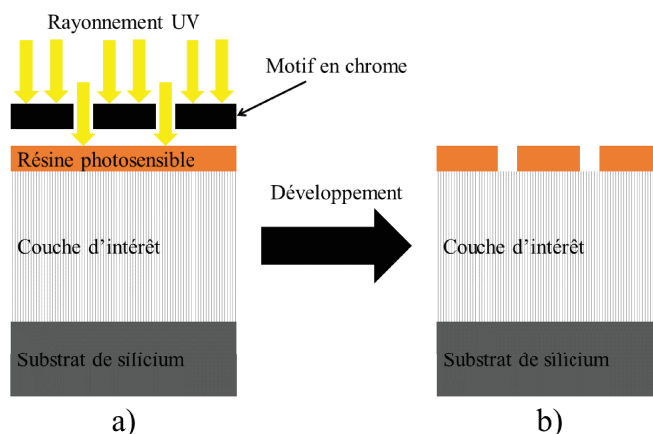


FIGURE 3.21 – Représentation de la photolithographie dans le cas de l'utilisation d'une résine positive : a) Insolation de la résine photosensible au travers des motifs en chrome du masque ; b) Révélation des motifs cachés par les motifs opaques du masque.

Dans cette thèse, nous utilisons principalement des résines positives pour l'insolation (Figure 3.18.d) et Figure 3.21.a)). La résolution des motifs de faibles dimensions dépend de la longueur d'onde de la lampe et du temps d'insolation. En effet, une sur ou une sous-insolation peut entraîner une dégradation des motifs transmis. Nous utilisons un aligneur de masque MJB4 Süss microtech pour la réalisation de nos étapes de photolithographie. Les paramètres d'insolation de la résine S1805 sont reportés dans le Tableau 3.7.

Tableau 3.7 – Paramètres utilisés pour l'insolation de la résine S1805.

Paramètres	Valeur
Temps d'exposition (s)	3
Puissance UV (mW/cm^2)	14

Une dernière étape consiste à immerger la résine insolée dans un solvant adéquat pour développer les motifs d'intérêts (Figure 3.18.e)). Comme nous l'avons vu, selon le type utilisé (positif ou négatif), une partie de la résine va se dissoudre révélant les motifs transférés lors de l'insolation. Dans le cas de l'utilisation de la résine positive S1805, on utilise le développeur MF-319 comme solvant pour la révélation. Le temps de développement pour une insolation optimale de S1805 est de l'ordre d'une minute. Un rinçage à l'eau désionisée ($18 \text{ M}\Omega$) est enfin effectué pour retirer toute trace de solvant ou de résine résiduelle.

3.3.3.4 Gravure ionique réactive

La gravure ionique réactive (RIE, pour *Reactive Ion Etching*) est une technique de gravure sèche similaire, dans son fonctionnement, à la méthode PECVD, si ce n'est qu'en plus de réagir physiquement, le plasma réagit chimiquement avec la surface d'intérêt, ce qui en retire une certaine partie, qui est donc gravée. Les différents paramètres, à savoir, la puissance RF du plasma, la pression, le temps de gravure et le choix des espèces gazeuses sont tous à définir en fonction du matériau à graver. Le plasma est généré à basse pression par un champ électromagnétique et à une fréquence de 13,56 MHz, comme pour la méthode PECVD.

Dans notre cas, nous souhaitons graver du SiP pour obtenir le MR illustré en Figure 3.18.f). Nous utilisons du trifluorométhane (formule brute CHF_3) comme gaz de gravure, qui offre une meilleure sélectivité de gravure entre le SiP (gravure chimique) et la résine S1805 (gravure physique) comparé à l’hexafluorure de soufre (formule brute SF_6) également disponible. Le plasma est également densifié par une bobine à induction (ICP, pour *Inductively Coupled Plasma*) pour obtenir une sélectivité optimale lors de la gravure du cœur du guide d’onde en SiP. Il est critique pour la réalisation des MR hybrides d’atteindre la couche barrière intermédiaire sans la graver, pour empêcher l’infiltration de polymère SU8 dans la couche de confinement lors de son dépôt. Pour ce faire, un suivi de gravure par interférométrie d’un laser HeNe permet de suivre la progression de la gravure de la silice, de la couche barrière supérieure et de la couche guidante, jusqu’à la couche barrière intermédiaire, où une transition peut être observée jusqu’à un nouveau cycle d’interférences, correspondant à la couche de confinement. Les paramètres de gravure du SiP sont reportés dans le Tableau 3.8.

Tableau 3.8 – Paramètres utilisés pour la gravure ICP du SiP.

Paramètres	Valeur
Puissance RF (W)	25
Puissance ICP (W)	400
Débit CHF_3 (sccm)	20
Pression (mTorr)	5

Une gravure RIE est ensuite réalisée pour retirer toute trace de résine résiduelle. On utilise cette fois-ci du dioxygène (formule brute O_2) comme gaz de gravure, car il s’agit d’un gaz neutre permettant d’effectuer une gravure physique sélective des matériaux organiques. Nous pouvons ainsi retirer l’excès de résine S1805 sans craindre de détériorer le SiP. Les paramètres de gravure pour retirer la résine S1805 résiduelle sont reportés dans le Tableau 3.9.

Tableau 3.9 – Paramètres utilisés pour la gravure RIE de la résine S1805.

Paramètres	Valeur
Puissance RF (W)	125
Débit O_2 (sccm)	25
Pression (mTorr)	10

3.4 Caractérisation de guides d’onde ridges en quadricouches poreuses

Nous avons fabriqué dans la section précédente des MR à partir de quadricouches en SiP. À présent, il convient d’étudier leur transmission optique pour valider la bonne réalisation du procédé de fabrication. Pour ce faire, nous ajustons les fonctions de transfert théoriques, découlant de leurs caractéristiques structurales, avec les fonctions de transfert expérimentales, permettant d’estimer les pertes de propagation α_{pertes} , le coefficient de couplage κ^2 et l’indice de groupe n_g .

3.4.1 Caractérisation physique par microscopie électronique à balayage

La Figure 3.22 présente des images MEB sous différentes vues pour contrôler les paramètres essentiels à la validation du procédé de fabrication des MR en quadricouches poreuses. Nous pouvons constater que l'hippodrome possède bien les dimensions souhaitées, qui sont pour rappel de $70 \mu\text{m}$ de longueur de couplage et $100 \mu\text{m}$ de rayon de courbure (Figure 3.22.a)). En augmentant le grossissement sur la zone de couplage, nous pouvons également constater que la largeur des guides d'onde est de $1,95 \mu\text{m}$ et que le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne est de $0,6 \mu\text{m}$ (Figure 3.22.b)). Ces écarts de dimensions par rapport aux valeurs souhaitées ont déjà été observés lors de précédents travaux, et sont dus à une faible gravure chimique latérale pendant les étapes de photolithographie [134].

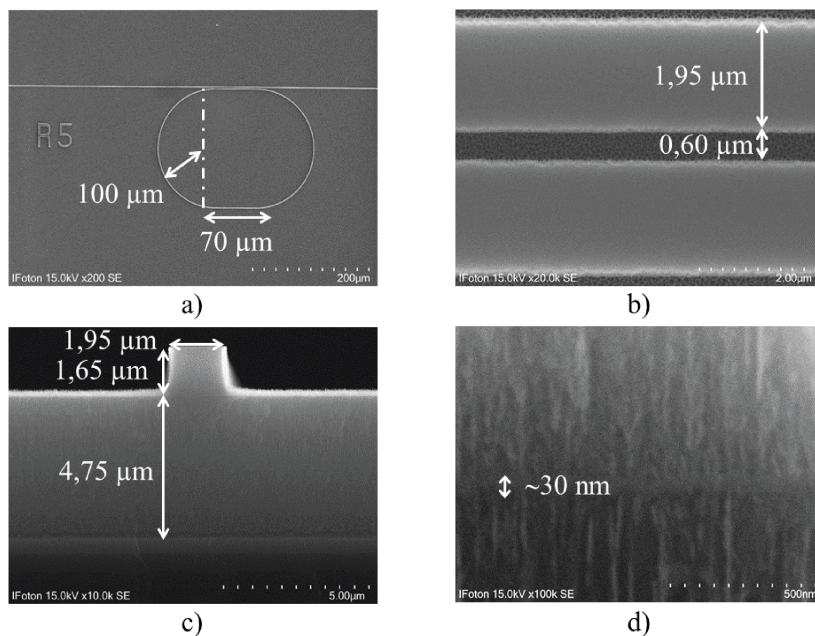


FIGURE 3.22 – Images MEB d'un MR en quadricouche poreuse : a) Vue de dessus pour contrôler les paramètres de l'hippodrome du MR ; b) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d'onde et le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne ; c) Vue sur la tranche pour contrôler les dimensions des couches de la structure ; d) Zoom sur la couche barrière intermédiaire pour contrôler son épaisseur.

Nous observons ensuite la tranche de l'échantillon, pour contrôler les dimensions des couches de SiP. La couche de confinement possède une épaisseur de $4,75 \mu\text{m}$ en prenant en compte la couche barrière intermédiaire, et la couche guidante, quant à elle, possède une hauteur de $1,65 \mu\text{m}$ en prenant en compte la couche barrière supérieure (Figure 3.22.c)). Il existe une incertitude sur les mesures, d'environ $0,05 \mu\text{m}$. En augmentant le grossissement sur la couche barrière intermédiaire, nous pouvons estimer son épaisseur qui est d'environ $30 \pm 10 \text{ nm}$ (Figure 3.22.d)). L'incertitude dépend ici de la rugosité de la couche. Puisque les paramètres de réalisation des deux couches barrières sont identiques, nous admettrons que ces couches sont de mêmes épaisseurs.

Ces dimensions restant dans l'ordre de grandeurs que celles souhaitées, nous pouvons valider le bon déroulement du procédé de réalisation des quadricouches poreuses et celui de fabrication des MR.

3.4.2 Caractérisation optique de guides d'onde ridges rectilignes en quadricouches poreuses

Lors de la caractérisation physique, nous avons uniquement validé l'apparence des guides d'onde ridges qui découlait du procédé de réalisation des quadricouches poreuses et de la fabrication des MR. Il est par conséquent nécessaire de caractériser leurs propriétés de propagation, en évaluant le guidage de la lumière dans les guides d'onde réalisés, pour valider dans son intégralité ces deux procédés.

Nous commencerons dans cette section par présenter le banc optique de caractérisation, qui nous permettra d'évaluer la propagation monomodale dans les guides d'onde, d'estimer la taille du mode de propagation, ainsi que les pertes optiques.

3.4.2.1 Présentation du banc optique

Les différentes configurations du banc optique utilisé pour effectuer des caractérisations sont illustrées en Figure 3.23.

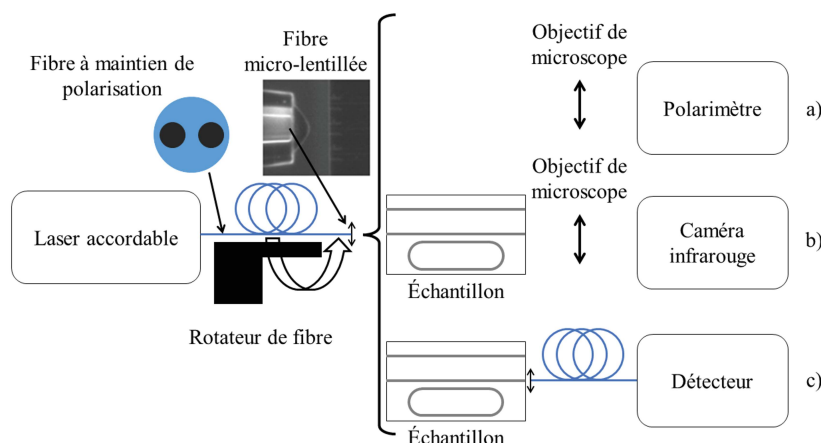


FIGURE 3.23 – Banc optique utilisé pour différentes caractérisations : a) Configuration pour l'étalonnage de la polarisation ; b) Configuration pour la visualisation du mode de propagation et l'estimation de sa taille ; c) Configuration pour la détermination des pertes de propagation et de la transmission spectrale.

Le signal optique provient d'une source laser fibrée Yenista Tunics T100S-HP, accordable et à large bande de 1400 nm à 1625 nm, et est propagé à l'aide d'une fibre à maintien de polarisation micro-lentillée. Les fibres micro-lentillées servent à minimiser les pertes de couplage entre la fibre et le guide d'onde, ceci en réduisant le diamètre du mode qui se propage dans une fibre afin qu'il devienne égal à celui pouvant se propager dans un guide d'onde [135]. La fabrication de telles fibres est maîtrisée au sein de l'institut FOTON. La polarisation d'entrée est réglée à l'aide d'un rotateur de fibre monté sur un banc de micro-alignement, ce qui permet d'injecter à l'entrée du guide d'onde soit le mode TE, soit

le mode TM, soit une distribution égale ou non des deux polarisations. La modification de la polarisation induite par la microlentille est considérée comme négligeable [136].

L'étalonnage de la polarisation se fait en focalisant le signal en sortie de la fibre microlentillée vers un polarimètre, grâce à un objectif de microscope de grossissement $\times 40$ et d'ouverture numérique 0,65 (Figure 3.23.a)). Pour visualiser le mode de propagation en sortie des guides d'onde et d'estimer sa taille par la méthode en champ proche, le signal en sortie des guides d'onde est cette fois-ci focalisé vers une caméra infrarouge à l'aide du même objectif de microscope (Figure 3.23.b)). Pour déterminer les pertes de propagation à l'intérieur des guides d'onde ou la transmission spectrale des MR, le signal de sortie est récupéré à l'aide d'une seconde fibre micro-lentillée et est envoyé vers un détecteur CT400 de résolution 1 pm (Figure 3.23.c)).

3.4.2.2 Propagation monomodale et taille de mode

La caméra en sortie de la configuration du banc optique présentée en Figure 3.23.b) est pilotée par un logiciel permettant de visualiser le mode de propagation à la sortie du guide d'onde, ainsi que d'afficher son profil, ce qui nous permet d'estimer graphiquement la largeur à mi-hauteur du mode propagé. Pour ce faire, nous estimons le nombre de pixels à $1/e^2$ et nous le comparons au diamètre de mode d'une fibre dont nous connaissons sa valeur, comme la SMF (pour *Single Mode Fiber*) qui possède un diamètre de mode, c'est-à-dire que la largeur à mi-hauteur du mode propagé est la même pour les profils horizontal et vertical, de $10 \mu\text{m}$. La résolution de la caméra infrarouge étant de $\pm 1 \text{ px}$, nous avons estimé une incertitude de $\pm 0,45 \mu\text{m}$ sur la mesure.

La Figure 3.24 représente l'image recueillie par la caméra en sortie du guide d'onde ridge rectiligne ainsi que les profils horizontal et vertical du mode se propageant dans le guide d'onde.

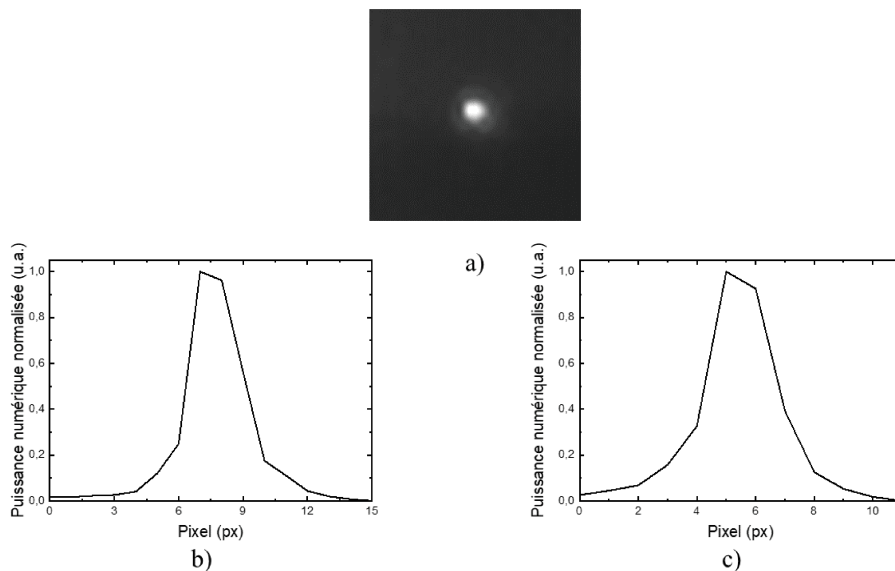


FIGURE 3.24 – Détermination graphique du diamètre de mode de propagation : a) Visualisation du mode de propagation à la sortie du guide d'onde ; b) Profil horizontal du mode de propagation à la sortie du guide d'onde ; c) Profil vertical du mode de propagation à la sortie du guide d'onde.

Le spot lumineux observé sur la caméra confirme que la lumière se propage bel et bien dans le guide d'onde. Nous avons par conséquent pu estimer les largeurs à mi-hauteurs des profils de mode horizontal et vertical respectivement à $2,0 \pm 0,45 \mu\text{m}$ et $1,50 \pm 0,45 \mu\text{m}$. Les fibres micro-lentillées ont été donc fabriquées pour obtenir un diamètre de mode en sortie de fibre aux alentours de $2 \mu\text{m}$ pour permettre un meilleur couplage de la lumière à l'intérieur des guides d'onde.

3.4.2.3 Mesure des pertes optiques de propagation des guides d'onde

Les pertes optiques influençant plusieurs caractéristiques d'intérêt d'un MR, il est nécessaire de les évaluer afin de choisir des paramètres permettant d'obtenir une transmission spectrale de MR exploitable. La configuration du banc optique présentée en Figure 3.23.c) est utilisée pour la caractérisation des guides d'onde. Nous présentons dans cette section la méthode *cut back* couramment utilisée pour estimer les pertes de propagation avant de l'utiliser pour les estimer dans notre structure pour trois configurations de polarisation d'entrée.

3.4.2.3.1 Technique par *cut back*

Régulièrement utilisée pour déterminer les pertes optiques, la méthode *cut back* illustrée en Figure 3.25 consiste à mesurer la puissance de sortie de guides d'onde de différentes longueurs pour une même puissance d'entrée. Les guides d'onde sont donc clivés délicatement à de multiples reprises afin d'obtenir le coefficient directeur de la fonction liant la puissance en sortie des guides d'onde avec leurs longueurs.

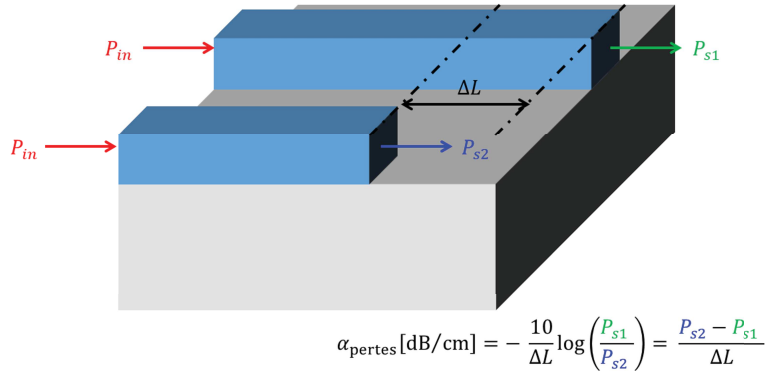


FIGURE 3.25 – Schéma du principe de la mesure des pertes optiques par *cut back*.

Cependant, le clivage des échantillons étant réalisé manuellement à l'aide d'une pointe diamant, le risque de détruire l'échantillon d'intérêt devient de plus en plus important. De plus, un clivage droit et reproductible est difficilement réalisable, ce qui contraint par la suite de polir l'échantillon sur la tranche, augmentant davantage le risque de destruction de ce dernier.

Afin de s'affranchir de ses clives successives, nous réalisons des guides d'onde représentés en Figure 3.26, afin d'obtenir différentes longueurs de guides d'onde sans la nécessité de cliver l'échantillon.

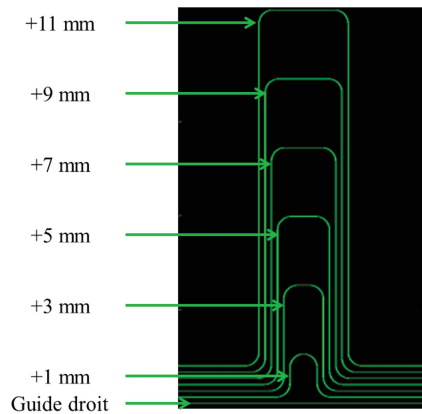


FIGURE 3.26 – Représentation de guides d’onde de différentes longueurs avec des courbures disponibles sur le masque de photolithographie.

Chaque guide possédant le même nombre de courbures avec des rayons identiques, les pertes par courbure ne sont donc pas prises en compte dans nos estimations.

3.4.2.3.2 Estimation des pertes de propagation en fonction de la polarisation

Dans cette section, nous estimons les pertes optiques de guides d’onde de différentes longueurs avec des courbures pour trois configurations de polarisation d’entrée différentes : linéaire verticale (TM), linéaire à 45° (50 % TM et 50 % TE) et linéaire horizontale (TE). J. CHARRIER *et al.* ont évalué des pertes optiques plus faibles pour le mode TM que pour le mode TE dans des guides d’onde planaires multimodes en SiP [137]. La Figure 3.27 représente l’évolution de la puissance en sortie des guides d’onde en fonction de leurs différences de longueurs.

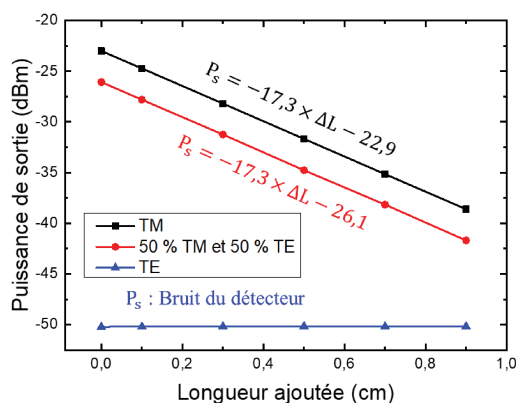


FIGURE 3.27 – Évolution de la puissance en sortie en fonction de la différence de longueur des guides d’onde en S, pour trois configurations étudiées : TM, 50 % TM et 50 % TE et TE.

En exploitant les courbes de tendance des trois configurations, les pertes optiques sont de l'ordre de 17 dB/cm pour les polarisations linéaires verticale (TM) et à 45° (50 % TM et 50 % TE). Ces pertes élevées sont principalement dues à la structure ridge, à la diffusion en surface des pores et à l'absorption du silicium fortement dopé [138]. Elles restent cependant plus faibles que celles obtenues dans les précédents travaux avec ce matériau [139], [140] de par un contraste d'indice plus fort ici. Pour la polarisation linéaire horizontale (TE) la puissance détectée en sortie correspond au bruit du détecteur, autrement dit, aucun signal n'est détecté. L'atténuation de 3 dB entre les ordonnées à l'origine des deux premières configurations illustre une extinction complète de la composante horizontale de la polarisation (mode TE).

Pour déterminer les pertes optiques de la polarisation linéaire horizontale (TE), il nous faut déterminer la longueur de guide d'onde où cette composante n'est plus totalement atténuée. Nous passons par conséquent à une mesure de pertes par la méthode *cut back* classique, c'est-à-dire en clivant l'échantillon successivement pour réduire la longueur des guides d'onde. Les tranches des échantillons ont été polies afin d'optimiser le couplage en entrée et en sortie des guides d'onde.

La Figure 3.28 présente la puissance en sortie pour différentes longueurs de guides d'onde ridges en SiP, toujours pour trois configurations de polarisation d'entrée : linéaire verticale (TM), linéaire à 45° (50 % TM et 50 % TE) et linéaire horizontale (TE).

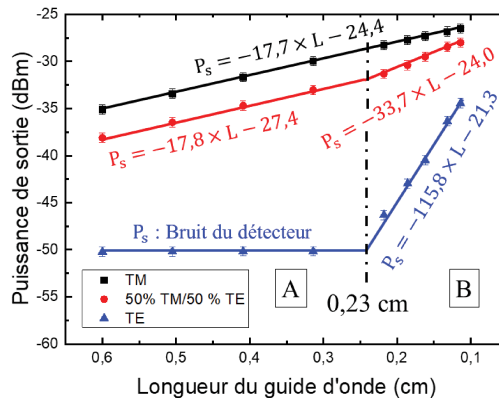


FIGURE 3.28 – Évolution de la puissance en sortie en fonction de la longueur des guides d'onde ridges rectilignes, pour trois configurations étudiées : TM, 50 % TM et 50 % TE et TE.

Nous pouvons remarquer la présence de deux zones distinctes, notées A et B sur la figure. La zone A est similaire à l'étude précédente (Figure 3.27, mais avec l'axe des abscisses inversé). En exploitant les courbes de tendance de cette zone, les pertes optiques ont été estimées à environ 18 dB/cm pour les polarisations linéaires verticale (TM) et à 45° (50 % TM et 50 % TE). La diminution de la puissance de sortie et l'augmentation des pertes optiques est due au clivage et au polissage de l'échantillon qui ne sont pas optimaux. Comme pour l'étude précédente, l'atténuation de 3 dB entre les ordonnées à l'origine des deux premières configurations illustre encore l'extinction complète de la composante horizontale de la polarisation (mode TE). Le phénomène est à nouveau confirmé en ne

détectant toujours aucun signal pour la composante horizontale de la polarisation (mode TE).

Dans la zone B, en deçà d'une longueur de 0,23 cm, propre aux conditions de l'expérience, la composante horizontale de la polarisation (mode TE) n'est pas totalement atténuée. L'exploitation des courbes de tendance dans la zone B ont permis d'estimer des pertes de propagation de l'ordre de 18 dB/cm, 34 dB/cm et 116 dB/cm pour les polarisations linéaires verticale (TM), à 45° (50 % TM et 50 % TE) et horizontale (TE) respectivement. Ces résultats montrent une atténuation plus de six fois supérieure du mode TE par rapport au mode TM. Nous avons attribué ce phénomène à la morphologie mésoporeuse colonnaire des pores obtenue lors de la réalisation de couches de SiP à partir d'un substrat de silicium fortement dopé de type P orienté (100).

3.4.3 Caractérisation optique de micro-résonateurs en quadricouches poreuses

La Figure 3.29 décrit les dimensions géométriques du MR en SiP réalisé. Les valeurs en rouge correspondent aux valeurs différentes par rapport à celles souhaitées.

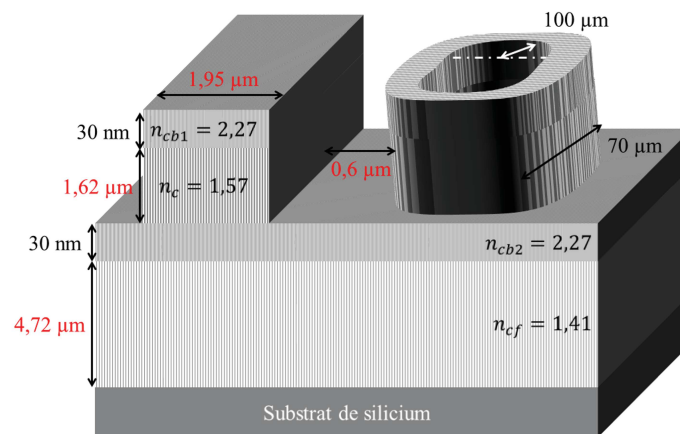


FIGURE 3.29 – Représentation du MR réalisé à partir d'une quadricouche poreuse. Les dimensions ont été obtenues par caractérisations physiques par MEB.

Les pertes optiques dans des guides d'onde ridges rectilignes de différentes longueurs avec des courbures ont été estimées à environ 17 dB/cm dans la section précédente. La valeur de l'ordre de 18 dB/cm obtenue avec la méthode *cut back* classique est plus élevée, mais la différence est due aux clivages successifs et au polissage non-optimal des tranches des échantillons. Par conséquent, nous conservons pour la suite la valeur de pertes optiques de 17 dB/cm dans notre structure.

Nous avons également démontré que seul le mode de polarisé TM peut être détecté à la vue de la longueur des échantillons que nous caractérisons, de l'ordre du centimètre. Les estimations des indices effectifs n_{eff} et de groupe n_g , ainsi que le coefficient de couplage κ^2 , se feront donc essentiellement avec ce mode de polarisation.

3.4.3.1 Estimation théorique des caractéristiques d'intérêt de la fonction de transfert d'un micro-résonateur

Grâce aux caractérisations physiques et optiques effectuées sur les guides d'onde ridges et rectilignes en quadricouches poreuses, nous avons pu estimer suffisamment de paramètres permettant de déterminer les caractéristiques d'intérêt théoriques des MR présentées dans le Chapitre 2. Les pertes optiques mesurées étant de l'ordre de 17 dB/cm, les calculs théoriques sont réalisés pour des pertes allant de 10 à 20 dB/cm pour prendre en compte une incertitude sur les pertes optiques assez large. L'Équation (3.9) rappelle la fonction de transfert $T(\lambda)$ d'un MR symétrique et sans pertes :

$$T(\lambda) = \frac{\tau^2 + a^2 - 2\tau a \cos\left(\frac{2\pi n_{eff} L}{\lambda}\right)}{1 + \tau^2 a^2 - 2\tau a \cos\left(\frac{2\pi n_{eff} L}{\lambda}\right)}, \quad (3.9)$$

avec τ^2 le coefficient de transmission, lié au coefficient de couplage κ^2 par la loi de conservation d'énergie : $|\kappa|^2 + |\tau|^2 = 1$. L'atténuation a a été estimée dans un intervalle allant de 0,83 (pour des pertes optiques de 20 dB/cm) à 0,91 (pour des pertes optiques de 10 dB/cm), grâce à l'Équation (3.10) :

$$a = e^{-\frac{\ln(10)}{10} \frac{\alpha_{pertes} L}{2}}, \quad (3.10)$$

avec α_{pertes} les pertes optiques, L la circonférence de la cavité résonante liant la longueur de couplage $L_c = 70 \mu\text{m}$ et le rayon de courbure $R = 100 \mu\text{m}$ par la relation : $L = 2\pi R + 2L_c$.

3.4.3.1.1 Indice effectif et indice de groupe

L'indice effectif de la structure présentée en Figure 3.29 est déterminé numériquement en prenant en compte les mesures expérimentales des dimensions des couches poreuses. La Figure 3.30 présente l'évolution de l'indice effectif du mode polarisé TM sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1,4 à 1,6 μm .

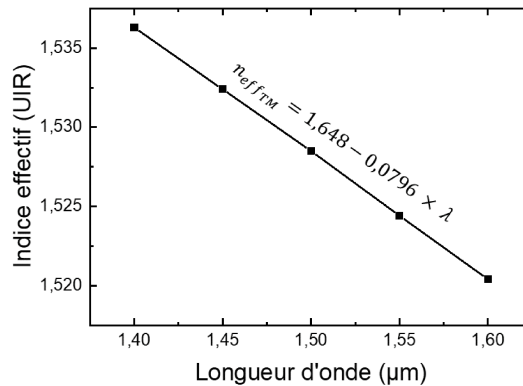


FIGURE 3.30 – Évolution de l'indice effectif de la structure expérimentale en fonction de la longueur d'onde, pour le mode polarisé TM.

Un indice de groupe n_g de 1,648 a été calculé par l'ajustement linéaire de la courbe dans le même intervalle de longueur d'onde.

3.4.3.1.2 Coefficient de couplage

Le coefficient de couplage κ^2 correspond au pourcentage d'énergie qui est couplé du guide d'accès vers la cavité résonante et inversement lorsque l'on considère le MR symétrique. Il peut être déterminé par la méthode de Marcatili et dépend du gap séparant le guide d'accès et la cavité résonante. Ainsi, pour un gap estimé à $0,6 \mu\text{m}$, le coefficient de couplage κ^2 pour le mode de polarisation TM a pu être estimé à environ 5 % comme le montre la Figure 3.31.

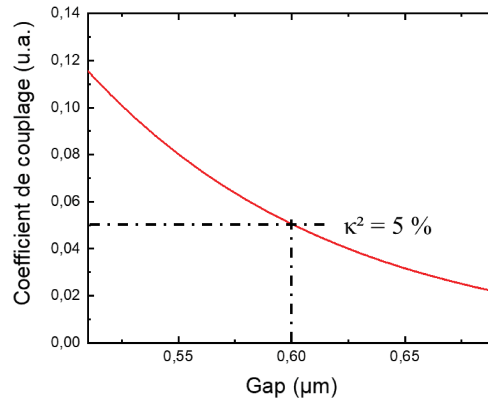


FIGURE 3.31 – Évolution du coefficient de couplage κ^2 pour le mode de polarisation TM en fonction du gap séparant le guide d'accès et la cavité résonante d'un MR.

3.4.3.1.3 Intervalle spectral libre

L'intervalle spectral libre ISL présenté en Section 2.4.2.1 est défini comme le rapport entre le carré de la longueur d'onde de résonance d'ordre p $\lambda_{res,p}$ et le produit de l'indice de groupe n_g avec la circonférence L de la cavité résonante. Ainsi, pour une longueur d'onde de résonance à $1,55 \mu\text{m}$:

$$\text{ISL} = \frac{\lambda_{res,p}^2}{n_g L} = \frac{1,55^2}{1,648 \times (2 \times \pi \times 100 + 2 \times 70)} = 1,90 \text{ nm.} \quad (3.11)$$

3.4.3.1.4 Largeur à mi-hauteur

La largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ correspond à la largeur du pic de résonance prise à sa moitié. Elle est donnée par l'Équation (2.83) du Chapitre 2, et dans notre intervalle de pertes optiques, et donc d'atténuation a , on obtient :

$$\delta\lambda = \frac{\lambda_{res,p}^2 (1 - a\tau)}{\pi n_g L \sqrt{a\tau}} = \begin{cases} \frac{1,55^2}{\pi \times 1,646 \times (2 \times \pi \times 100 + 2 \times 70)} \frac{1 - 0,91 \times \sqrt{0,95}}{\sqrt{0,91 \times \sqrt{0,95}}} = 0,06 \text{ nm pour } \alpha_{pertes} = 10 \text{ dB/cm} \\ \frac{1,55^2}{\pi \times 1,646 \times (2 \times \pi \times 100 + 2 \times 70)} \frac{1 - 0,83 \times \sqrt{0,95}}{\sqrt{0,83 \times \sqrt{0,95}}} = 0,12 \text{ nm pour } \alpha_{pertes} = 20 \text{ dB/cm.} \end{cases} \quad (3.12)$$

La largeur à mi-hauteur que nous sommes censés obtenir est alors comprise entre 0,06 nm et 0,12 nm.

3.4.3.1.5 Facteur de qualité

Le facteur de qualité Q correspond au rapport entre une longueur d'onde de résonance d'ordre p $\lambda_{res,p}$ et sa largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$. On obtient alors pour une longueur d'onde de résonance à $1,55 \mu\text{m}$ et dans notre intervalle de pertes optiques :

$$Q = \frac{\lambda_{res,p}}{\delta\lambda} = \begin{cases} \frac{1550}{0,12} = 1,29 \cdot 10^4 & \text{pour } \alpha_{pertes} = 20 \text{ dB/cm} \\ \frac{1550}{0,06} = 2,58 \cdot 10^4 & \text{pour } \alpha_{pertes} = 10 \text{ dB/cm.} \end{cases} \quad (3.13)$$

Le facteur de qualité que nous sommes censés obtenir est alors compris entre $1,29 \cdot 10^4$ et $2,58 \cdot 10^4$.

3.4.3.1.6 Finesse

La finesse F correspond au rapport entre l'intervalle spectral libre ISL et la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$. On obtient alors pour une longueur d'onde de résonance à $1,55 \mu\text{m}$ et dans notre intervalle de pertes optiques :

$$F = \frac{ISL}{\delta\lambda} = \begin{cases} \frac{1,9}{0,12} = 15 & \text{pour } \alpha_{pertes} = 20 \text{ dB/cm} \\ \frac{1,9}{0,06} = 32 & \text{pour } \alpha_{pertes} = 10 \text{ dB/cm.} \end{cases} \quad (3.14)$$

La finesse que nous sommes censés obtenir est alors comprise entre 15 et 32.

3.4.3.1.7 Contraste

Le contraste C correspond à la différence entre le maximum et le minimum de la transmission du MR. Il dépend du coefficient de couplage κ^2 et des pertes optiques α_{pertes} . Nous savons grâce au Chapitre 2 qu'il existe une valeur de coefficient de couplage où le couplage est maximum, appelé couplage critique, pour des pertes optiques données. La Figure 3.32 présente l'évolution du contraste en fonction du coefficient de couplage pour des pertes optiques de 10 dB/cm et 20 dB/cm.

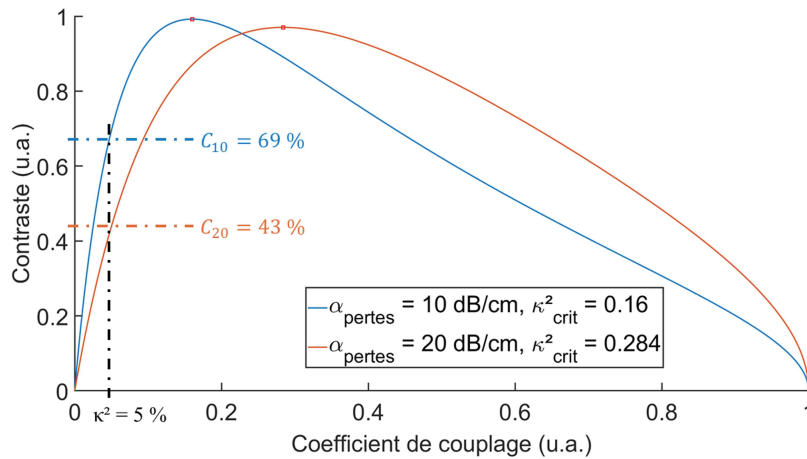


FIGURE 3.32 – Évolution du contraste en fonction du coefficient de couplage pour deux valeurs de pertes optiques : 10 dB/cm et 20 dB/cm. Les couplages critiques ont été estimés numériquement à 16 % et 28 % respectivement.

Le contraste que nous sommes censés obtenir est alors compris entre 43 % (pour des pertes optiques de 20 dB/cm) et 69 % (pour des pertes optiques de 10 dB/cm). Nous observons également que la valeur du coefficient de couplage ne permet pas d'atteindre le couplage critique dans les cas évalués.

3.4.3.2 Ajustement de la fonction de transfert des micro-résonateurs

Afin de confirmer la bonne fabrication du MR en quadricouche poreuse, sa fonction de transfert a été mesurée. Ensuite, la fonction de transfert pour le mode polarisé TM a été calculée théoriquement puis ajustée pour correspondre à celle obtenue expérimentalement en faisant varier les paramètres suivants : l'indice de groupe n_g , le coefficient de couplage κ^2 et les pertes optiques α_{pertes} .

La Figure 3.33 présente la fonction de transfert normalisée théorique sur l'expérimentale sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1548 à 1554 nm. La fonction de transfert expérimentale pour le mode polarisé TM présente trois résonances, de contraste égal à 55 %, dans cet intervalle de longueur d'onde, séparé par un ISL de 1,93 nm, tous deux obtenus graphiquement. On remarque que cette valeur de contraste n'est pas maximale, la longueur de couplage L_c de la cavité résonante devra donc être augmentée pour la réalisation d'un nouveau masque de photolithographie, ceci pour optimiser le coefficient de couplage κ^2 .

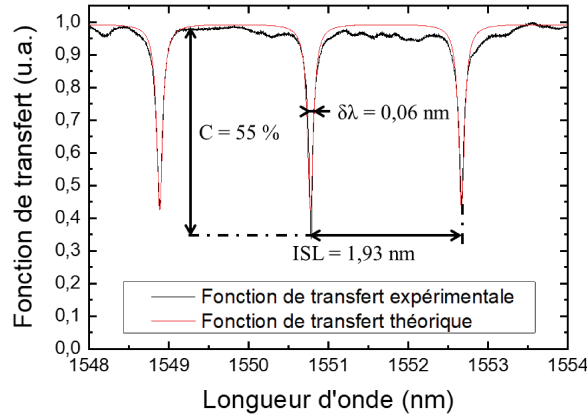


FIGURE 3.33 – Fonction de transfert normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale du MR en SiP, pour le mode de polarisation TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1548 à 1554 nm.

Nous observons des oscillations sur la fonction de transfert expérimentale entre deux pics de résonance, ce qui peut être dû à un effet d'interférométrie de Fabry-Pérot entre la sortie et l'entrée du guide d'onde [141].

Pour faire correspondre l'ISL expérimental, un indice de groupe n_g a été ajusté à $1,6551 \pm 0,0001$, ce qui est en accord avec l'indice de groupe de 1,648 obtenu dans la section précédente. L'ajustement des pics de résonance est réalisé en faisant varier à la fois le coefficient de couplage et les pertes optiques. Un coefficient de couplage κ^2 de $6 \pm 1 \%$ et des pertes optiques de $14,0 \pm 0,4$ dB/cm ont été obtenus dans ce cas. La valeur obtenue pour le coefficient de couplage est du même ordre de grandeur que celui obtenu lors de la simulation.

Une largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de 0,06 nm a été estimée graphiquement ce qui correspond à un facteur de qualité Q de l'ordre de $2,5 \cdot 10^4$ et un finesse F d'environ 32, ce qui est plus élevé que ceux obtenus lors de précédents travaux avec des indices de réfraction différents [68], [139]. De plus, ce facteur de qualité pourrait être amélioré en optimisant les paramètres de la cavité résonante afin d'atteindre le couplage critique, et ainsi une extinction totale à la longueur d'onde de résonance.

La différence d'indice de groupe peut être attribué à la forme des guides d'onde qui n'est pas parfaitement rectangulaire après l'étape de gravure sèche. Les pertes optiques obtenues par l'ajustement sont de l'ordre de 14 dB/cm, ce qui est inférieur à celles obtenues lors de la caractérisation des guides de différentes longueurs avec des courbures. Cela peut être dû à la qualité du clivage de l'échantillon pouvant varier d'un guide d'onde à un autre.

Les valeurs de chaque paramètre expérimental étant en accord avec celles obtenues théoriquement dans la section précédente comme le montre le Tableau 3.10, nous pouvons ainsi valider le procédé de fabrication des MR réalisés à partir de quadricouches poreuses.

Tableau 3.10 – Comparaison entre les paramètres calculés et ajustés expérimentalement.

Paramètres	Valeurs théoriques	Valeurs expérimentales
Pertes optiques (dB/cm)	entre 10 et 20	$14 \pm 0,4$
Indice de groupe (UIR)	1,648	$1,6551 \pm 0,0001$
Coefficient de couplage (%)	5	6 ± 1
ISL (nm)	1,90	1,93
$\delta\lambda$ (nm)	entre 0,06 et 0,12	0,06
Q (u.a.)	entre $1,29.10^4$ et $2,58.10^4$	$2,5.10^4$
F (u.a.)	entre 15 et 32	32
Contraste (%)	entre 43 et 69	55

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté la formation du SiP par anodisation électrochimique à partir d'un substrat de silicium. La réaction chimique en plusieurs étapes qui conduit à la réalisation de ce matériau a également été présentée. Le modèle de Brugge-man servant à déterminer l'indice de réfraction de matériaux désordonnés a été détaillé puis appliqué pour le SiP.

Les conditions d'anodisation électrochimique utilisant la cellule électrolytique de l'institut FOTON a été ensuite présentée, et des paramètres comme les proportions volumiques de la solution d'acide fluorhydrique utilisée comme électrolyte, ainsi que le profil d'épaisseur pour une ouverture de surface de $3,54 \text{ cm}^2$, avec une cathode en platine positionnée au dessus, à 1 cm du substrat de silicium, ont été décrits. Nous avons par la suite réalisé une étude sur l'influence de la couche supérieure sur la porosité des couches successives dans le cas de la réalisation de multicouches poreuses, ceci en appliquant plusieurs densités de courant à la suite. Les couches ont été caractérisées par réflectométrie pour déterminer l'indice de réfraction des couches poreuses d'intérêts. L'étude a été réalisée sur des monocouches, des bicouches et des quadricouches poreuses. Nous en avons déduit que les caractéristiques d'une couche de SiP dans une structure multicouche ne dépendent que de la porosité de la couche tout juste supérieure et non des autres couches sous-jacentes.

Avec cette étude, il nous a été possible de réaliser des guides d'onde en quadricouches poreuses avec des indices de réfraction de cœur et de gaine précis. Les dimensions du cœur ont également été choisies pour une propagation monomodale de la lumière. La réalisation technologique a été faite dans les salles blanches appartenant à la plateforme CCLO de l'institut FOTON. Chaque étape pour la fabrication des guides d'onde a été détaillée et les paramètres utilisés ont été présentés.

Les guides d'onde fabriqués ont enfin été caractérisés, physiquement par microscopie électronique à balayage, puis optiquement à l'aide d'un banc de caractérisation. La caractérisation physique nous a permis d'estimer les dimensions des guides d'onde, que ce soit des guides d'onde ridges rectilignes ou des MR. La caractérisation optique des guides d'onde ridges rectilignes nous a permis de visualiser le mode de propagation ainsi que de mesurer sa taille. Des pertes de propagation de 17 dB/cm ont pu être estimées, des valeurs plus faibles que lors des travaux précédents au sein de l'institut FOTON. De plus, nous avons mis en évidence un phénomène de filtrage qui atténue plus de six fois le mode de polarisation TE par rapport au mode de polarisation TM, que nous avons attribué à

la morphologie mésoporeuse colonnaire des pores obtenue lors de la réalisation de couches de SiP à partir d'un substrat de silicium fortement dopé de type P orienté (100). Des MR ont par la suite été fabriqués puis caractérisés, et la fonction de transfert théorique a été ajustée pour correspondre à celle obtenue expérimentalement, ceci pour isoler les caractéristiques d'intérêt du MR, qui se révèlent toutes en accord aux paramètres attendus. Des pertes optiques plus faibles, de l'ordre de 14 dB/cm ont été obtenues, ce que nous avons attribué à un meilleur clivage de l'échantillon lors de la caractérisation.

CHAPITRE 4

APPLICATIONS BIOCAPTEURS DES MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX

Sommaire

4.1	Procédé de biofonctionnalisation de couches en silicium poreux	109
4.1.1	Passivation	110
4.1.2	Silanisation	110
4.1.3	Immobilisation	110
4.2	Étude de la biofonctionnalisation sur une couche de silicium poreux	111
4.2.1	Étude de la silanisation d'APTES sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux	112
4.2.2	Étude de l'immobilisation de la BSA sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux passivée et silanisée	115
4.2.3	Résumé des résultats de l'étude de la silanisation et de l'immobilisation	118
4.3	Évaluation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux fonctionnalisés pour l'immobilisation de la BSA	119
4.3.1	Estimation de la concentration limite maximale de BSA en solution en fonction des caractéristiques d'intérêt des micro-résonateurs	119
4.3.2	Estimation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux pour la détection de BSA	121
4.4	Fabrication de biocapteurs optiques à base de micro-résonateurs en silicium poreux et estimation des performances expérimentales	124
4.4.1	Caractérisation physique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation	124
4.4.2	Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation	125

4.4.3	Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés et silanisés après immobilisation	127
4.4.4	Estimation des performances des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux appliqués à la détection surfacique de BSA	128
4.5	Conclusion	133

La biofonctionnalisation d'un transducteur optique pour la biodétection de biomarqueurs spécifiques est une étape cruciale dans la réalisation d'un biocapteur. De plus, cette étape doit être adaptée selon l'application désirée.

Dans ce chapitre, nous étudions le procédé d'immobilisation par liaisons covalentes de biomolécules sur des surfaces inorganiques. L'objectif est d'exploiter la grande surface spécifique du silicium poreux dans une application de biodétection de l'albumine de sérum bovin.

Nous commencerons par présenter le protocole de biofonctionnalisation de monocouches poreuses avant d'en étudier les effets sur la méthode de détection employée. Dans un deuxième temps, une estimation des performances théoriques des biocapteurs optiques est effectuée. Pour finir, nous fabriquons et évaluons par caractérisations optiques les performances en terme de capteur, des micro-résonateurs en silicium poreux, ceci en estimant la sensibilité et la limite de détection des biocapteurs.

4.1 Procédé de biofonctionnalisation de couches en silicium poreux

Il existe différentes méthodes de biofonctionnalisation du transducteur pour la biodétection de biomarqueurs spécifiques qui ont été présentées dans le Chapitre 1. Nous avons opté pour un procédé d'immobilisation par liaisons covalentes visant à greffer de l'albumine de sérum bovin (BSA, pour *Bovin Serum Albumin*) par l'affinité de cette protéine avec le groupement amine ($-NH_2$) des molécules de (3aminopropyl)triéthoxysilane (APTES) utilisées pour silaniser une couche de silicium poreux (SiP) passivée.

La Figure 4.1 schématise les différentes étapes du procédé de biofonctionnalisation, dont celle de la passivation déjà évoquée dans le Chapitre 3 en précisant davantage la structure chimique de la surface passivée vis-à-vis de la silanisation d'APTES pour l'immobilisation de la BSA.

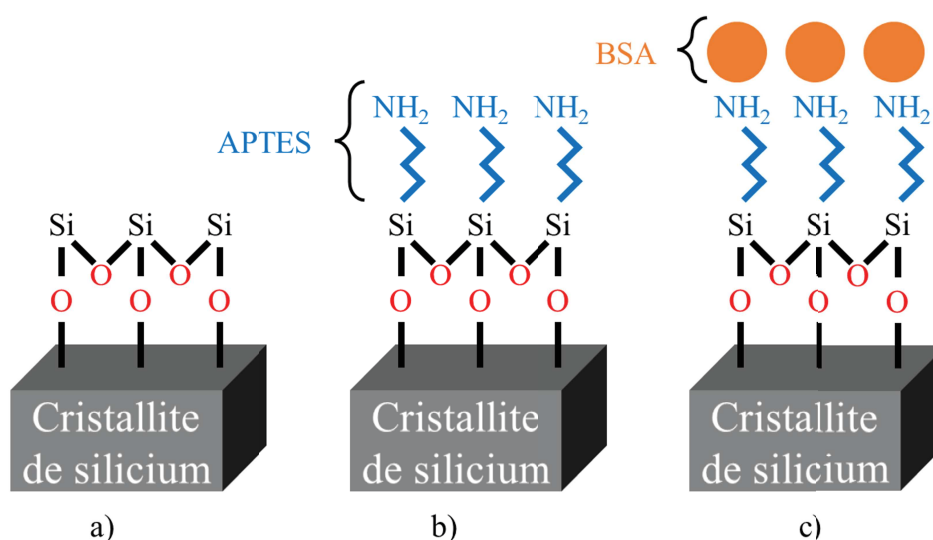


FIGURE 4.1 – Étapes de biofonctionnalisation de surface inorganique : a) Passivation du SiP ; b) Silanisation par de l'APTES ; c) Immobilisation de la BSA.

Le couplage dialdéhyde favorise en temps normal l'augmentation des sites de greffage des protéines, mais nous avons décidé dans cette thèse de ne pas procéder à cette étape car nous estimons que la surface spécifique du SiP, dans notre configuration, permet l'immobilisation d'une quantité suffisante de protéines sur les parois des pores. La fixation de l'étape d'immobilisation de la BSA est assurée par la liaison covalente établie par le groupement amine de l'APTES.

Les sections suivantes présentent plus en détail les différentes étapes de biofonctionnalisation que nous utiliserons par la suite.

4.1.1 Passivation

La surface interne des couches de SiP fraîchement réalisées est non seulement instable, mais aussi hydrophobe, ce qui n'est pas adapté pour l'infiltration des molécules en solution dans les pores. Cependant, la passivation sous air à 300 °C pendant 45 min permet de stabiliser la structure, mais aussi de la rendre hydrophile [142]. En effet, ce traitement thermique provoque la formation de groupements (O-Si-O) sur toute la surface pour permettre une meilleure fixation covalente des silanes lors de l'étape de silanisation (Figure 4.1.a)).

4.1.2 Silanisation

La silanisation par de l'APTES est un procédé permettant de déposer un revêtement organique sur l'ensemble de la surface du SiP passivée (Figure 4.1.b)). En plus de servir de biorécepteur pour l'immobilisation de la BSA, ce dernier permet d'accroître davantage la mouillabilité de la surface poreuse, ce qui rendra l'infiltration des solutions dans les pores d'autant plus efficace [143].

Les échantillons de SiP passivés sont immergés pendant vingt minutes à température ambiante dans de l'APTES dilué dans une solution hydroalcoolique, composée équitablement d'eau désionisée (18 M Ω) et de méthanol. Les proportions volumiques de la solution servant à la silanisation des échantillons de SiP passivés sont présentées dans le Tableau 4.1 :

Tableau 4.1 – Proportions volumiques de l'APTES pour la silanisation.

Solution	APTES (99,9 %)	Eau (18 M Ω)	Méthanol
Proportions volumiques (%)	2	49	49

Les échantillons sont ensuite rincés à l'eau désionisée (18 M Ω) puis séchés sous un flux d'azote pour évacuer toutes traces de solvants.

4.1.3 Immobilisation

La fixation des protéines de BSA sur la surface silanisée des échantillons se fait grâce à la forte affinité de la protéine avec l'APTES (Figure 4.1.c)). La liaison ainsi formée va entraîner l'immobilisation des molécules de BSA sur la surface interne du SiP, c'est-à-dire à l'intérieur des pores. La lumière se propageant dans le guide d'onde va par conséquent

pouvoir interagir avec les molécules greffées, ce qui provoquera le décalage des pics de résonance des micro-résonateurs (MR), comme expliqué dans le Chapitre 2.

Les échantillons sont immergés pendant quarante-huit heures à température ambiante, chacun dans différentes concentrations de BSA dissoutes dans une solution hydroalcoolique, composée à 75 % d'éthanol et 25 % d'eau désionisée (18 M Ω). Ils sont ensuite rincés à l'eau désionisée (18 M Ω) puis séchés sous un flux d'azote, toujours pour évacuer des traces de solvants.

4.2 Étude de la biofonctionnalisation sur une couche de silicium poreux

Pour permettre la biofonctionnalisation des MR en SiP, la couche barrière supérieure des structures quadricouches est gravée pour permettre l'infiltration des solutions dans la couche guidante. De plus, la présence de la couche barrière intermédiaire permet quant à elle d'empêcher la biofonctionnalisation de la couche de confinement.

Nous nous intéressons par conséquent dans cette section à quantifier la modification de la structure interne de la couche guidante pour les étapes de silanisation d'APTES et d'immobilisation de la BSA. Pour prendre en compte l'effet de la présence de la couche barrière sur la formation de la couche suivante, nous réalisons des bicouches poreuses constituées d'une couche barrière, qui sera gravée après passivation, et d'une couche poreuse correspondant à la couche guidante des MR. D'autre part, nous avons démontré dans le Chapitre 3 que la passivation n'influençait pas la porosité des couches poreuses, et que donc l'épaisseur de silice formée était négligeable. Nous considérons dans cette section, comme le présente la Figure 4.2, que les deux étapes de biofonctionnalisation permettent chacune le dépôt d'une couche d'une certaine épaisseur sur le SiP : une couche d'APTES d'épaisseur e_{APTES} et une couche de BSA d'épaisseur e_{BSA} .

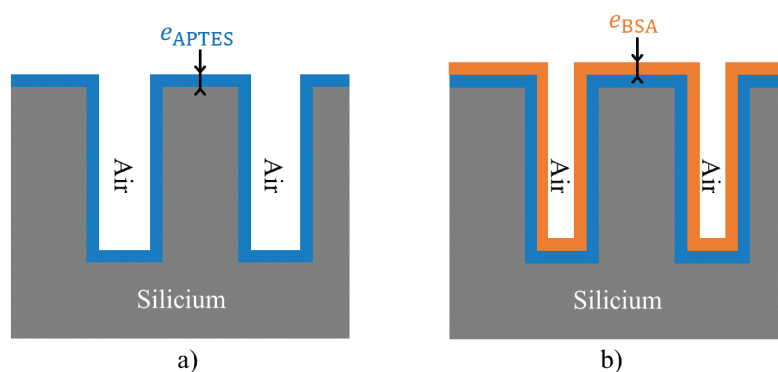


FIGURE 4.2 – Schématisation d'une couche de SiP passivée après biofonctionnalisation : a) Silanisation d'APTES ; b) Immobilisation de la BSA.

4.2.1 Étude de la silanisation d'APTES sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux

La silanisation par de l'APTES est l'étape de biofonctionnalisation qui nous permet de déposer les biorécepteurs qui capteront ensuite la BSA. Nous cherchons dans cette section à quantifier l'effet de la silanisation sur l'indice de réfraction d'une couche de SiP après avoir mis en évidence sa présence sur sa surface interne.

Auparavant, nous vérifions que la passivation de la structure par traitement thermique à 300 °C pendant 45 min sous air ambiant est suffisante pour permettre l'infiltration des solutions dans les pores du SiP.

4.2.1.1 Effet de la passivation d'une couche de silicium poreux sur la silanisation d'APTES

La Figure 4.3 présente le spectre de réflectance d'une couche de SiP avant et après avoir subi l'étape de silanisation. Nous remarquons que ce traitement provoque un effet différent selon si la couche poreuse n'a pas été passivée ou si elle l'a été. Dans le premier cas (Figure 4.3.a)), nous n'observons plus de franges d'interférences. Il se produit donc une absorption quasi-totale du signal. Nous attribuons ce phénomène à un dépôt d'APTES qui ne s'effectuerait qu'en surface et pas à l'intérieur des pores du SiP en raison de sa surface hydrophobe. Au contraire, nous remarquons dans le second cas (Figure 4.3.b)) des franges d'interférences et un déplacement du spectre de réflectance de la couche poreuse passivée et silanisée vers les longueurs d'onde plus élevées sur la gamme spectrale allant de 1 μm à 2 μm . Cette observation démontre que quand bien même les effets de la passivation du SiP sont négligeables sur sa porosité, le traitement thermique reste suffisant pour rendre les couches poreuses hydrophiles et permet bien l'infiltration des molécules d'APTES dans ses pores. La diminution de l'intensité des franges d'interférences observée dans le second cas (Figure 4.3.b)) entre avant et après silanisation, dans la gamme spectrale allant de 1 μm à 1,8 μm , est attribuée à l'augmentation de l'absorption de la structure provoquée par la présence de l'APTES.

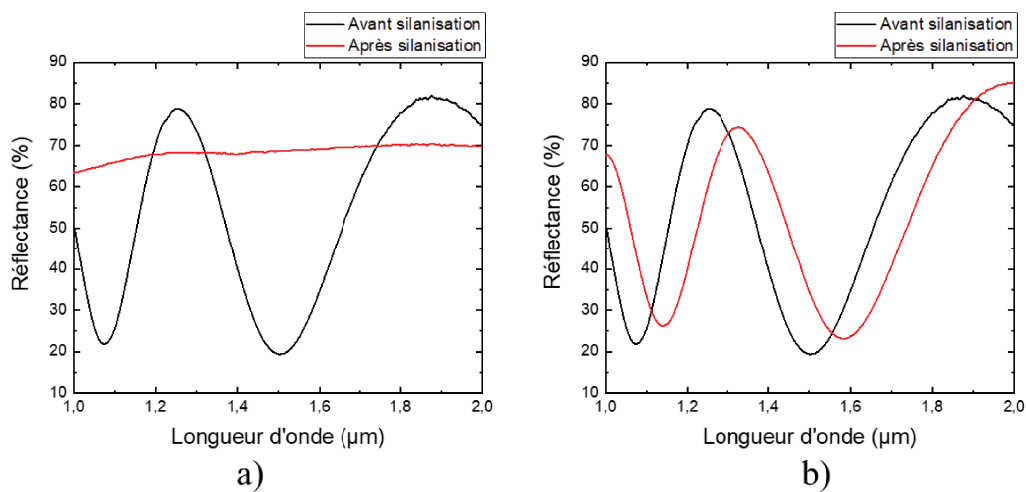


FIGURE 4.3 – Spectre de réflectance sur une gamme spectrale s'étendant de 1,0 μm à 2,0 μm d'une couche de SiP de 1,50 μm d'épaisseur et de porosité environ égale à 71 %, avant et après silanisation : a) Couche de SiP non-passivée ; b) Couche de SiP passivée.

4.2.1.2 Mise en évidence de la présence d'APTES sur la surface interne du silicium poreux après silanisation

Pour confirmer la présence d'APTES après silanisation, nous effectuons une caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR, pour *Fourier Transform InfraRed spectroscopy*) en prenant une couche de SiP passivée comme référence. Cette technique consiste à détecter la présence de molécules en identifiant les liaisons moléculaires la composant. Pour ce faire, l'échantillon est soumis à un signal optique dans une gamme de longueur d'onde, de $2,5 \mu\text{m}$ à $15 \mu\text{m}$ dans notre cas, et l'interaction avec les molécules va entraîner l'absorption de la lumière à certaines longueurs d'onde. Par convention, les spectres obtenus sont donnés en fonction du nombre d'onde $\bar{\nu}$ en cm^{-1} lié à la longueur d'onde par la relation :

$$\bar{\nu}[\text{cm}^{-1}] = \frac{10^4}{\lambda[\mu\text{m}]} \quad (4.1)$$

La Figure 4.4 représente le spectre FTIR de transmittance de la couche poreuse dans la gamme de nombre d'onde allant de $1\,300 \text{ cm}^{-1}$ à $1\,900 \text{ cm}^{-1}$. L'observation des pics à 1581 cm^{-1} et à 1644 cm^{-1} prouve la présence des groupements NH_2 que nous associons à la présence d'APTES sur la couche de SiP [144].

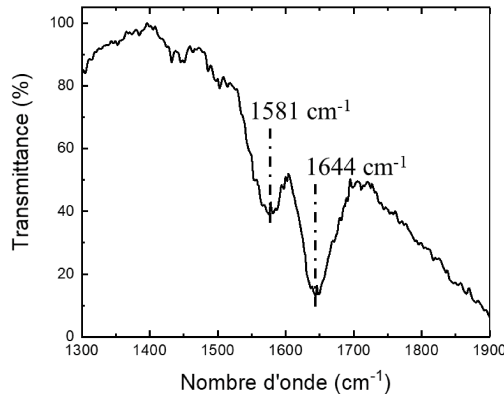


FIGURE 4.4 – Spectre FTIR de transmittance après silanisation d'APTES du SiP dans la gamme de nombre d'onde allant de $1\,300 \text{ cm}^{-1}$ à $1\,900 \text{ cm}^{-1}$.

4.2.1.3 Estimation de la fraction volumique d'APTES déposée lors de la silanisation d'une couche de silicium poreux

Nous cherchons à présent à déterminer la fraction volumique d'APTES qui s'est déposée sur la surface développée par les pores, ceci afin d'en déduire le nouvel indice de réfraction de la couche poreuse. Nous avons présenté dans le Chapitre 3 la méthode de détermination de l'indice de réfraction d'une couche poreuse en utilisant le modèle de Bruggeman. Pour rappel, le développement de l'Équation (3.1) nous donnait dans le cas du SiP :

$$f_{\text{air}} \frac{n_{\text{air}}^2 - n^2}{n_{\text{air}}^2 + 2n^2} + f_{\text{Si}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} = 0, \quad (4.2)$$

avec n l'indice de réfraction de la couche poreuse, n_{air} et n_{Si} respectivement les indices de réfraction de l'air ($n_{\text{air}} = 1$) et du silicium ($n_{\text{Si}} = 3,5$), f_{air} et f_{Si} respectivement les fractions volumiques d'air et de silicium, avec $f_{\text{air}} + f_{\text{Si}} = 1$. La résolution de cette équation nous permet de déterminer f_{air} et f_{Si} . La porosité P de la couche poreuse est égale à la fraction volumique d'air f_{air} .

Après l'étape de silanisation (Figure 4.2.a)), les constituants d'une couche de SiP sont l'air, le silicium et l'APTES, ce qui nous donne :

$$\begin{cases} f'_{\text{air}} + f_{\text{Si}} + f_{\text{APTES}} = 1 & (4.3a) \\ f'_{\text{air}} = f_{\text{air}} - f_{\text{APTES}}, & (4.3b) \end{cases}$$

avec f'_{air} et f_{APTES} respectivement les fractions volumiques d'air après silanisation et d'APTES. La nouvelle porosité de la couche est par conséquent égale à la nouvelle fraction volumique d'air f'_{air} .

Le développement est par conséquent modifié et devient :

$$f'_{\text{air}} \frac{n_{\text{air}}^2 - n^2}{n_{\text{air}}^2 + 2n^2} + f_{\text{Si}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} + f_{\text{APTES}} \frac{n_{\text{APTES}}^2 - n^2}{n_{\text{APTES}}^2 + 2n^2} = 0, \quad (4.4)$$

avec $n_{\text{APTES}} = 1,423$ [145] l'indice de réfraction de l'APTES. La fraction volumique d'APTES f_{APTES} doit être estimée afin de résoudre l'équation de Bruggeman nous permettant de déterminer l'indice de réfraction de la couche poreuse silanisée. Pour ce faire, nous ajustons les spectres de réflectance théorique et expérimental d'une couche de SiP silanisée en paramétrant la fraction volumique d'APTES, ce qui nous en fait déduire la nouvelle valeur de fraction volumique d'air, la fraction volumique de silicium restant la même et ayant été déterminée auparavant.

En supposant que la silanisation se déroule de façon homogène sur toute la surface développée par les pores, une épaisseur d'APTES e_{APTES} constante tapisse donc les parois des pores après cette étape de biofonctionnalisation. Ce paramètre est lié à la fraction volumique d'APTES par la relation suivante, développée dans l'Annexe n°1 :

$$f_{\text{APTES}} = \frac{4e_{\text{APTES}}P}{D_{\text{moyen}}}, \quad (4.5)$$

avec P la porosité du SiP passivé, D_{moyen} le diamètre moyen des pores de la couche.

L'organisation des molécules d'APTES tapissant les parois des pores du SiP est d'autant plus homogène que le paramètre e_{APTES} est égal à la taille de la molécule d'APTES [146], valant environ 0,8 nm [147]. Cela permet de n'obtenir qu'une seule couche d'APTES et non une succession de couches, ce qui rendrait l'assemblage des molécules non-homogène.

Nous réalisons des bicouches de SiP, constituées d'une couche barrière au dessus, en y appliquant une densité de courant de 1 mA/cm², suivie d'une couche où une densité de courant de 85 mA/cm² est appliquée. Les bicouches sont ensuite passivées et la couche barrière est gravée. La porosité P du SiP est déterminée à $69,5 \pm 1,0$ % avant silanisation, correspondant à un indice de réfraction de $1,57 \pm 0,02$, une valeur qui est dans l'ordre de grandeur que celle obtenue dans le Chapitre 3. Le diamètre moyen des pores D_{moyen} a été

estimé à 35 nm en observant la surface des couches poreuses par MEB à fort grossissement (Figure 4.5.a)) et en réalisant un traitement d'image permettant d'obtenir la distribution du diamètre des pores (Figure 4.5.b)).

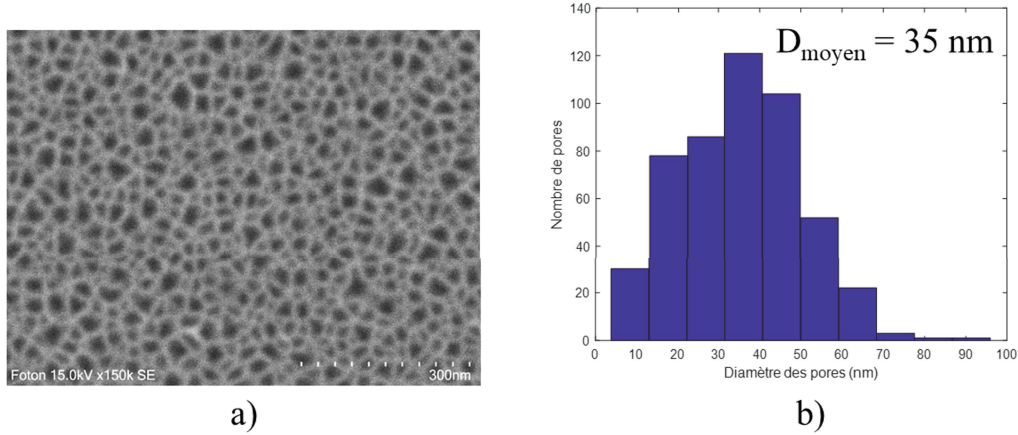


FIGURE 4.5 – Détermination du diamètre moyen des pores d'une couche de SiP : a) Image MEB de la surface d'une couche de SiP ; b) Distribution du diamètre des pores.

Ainsi, la fraction volumique d'APTES optimale théorique afin de n'obtenir qu'une seule couche est donc estimée à :

$$f_{\text{APTES}_{théo}} = \frac{4e_{\text{APTES}P}}{D_{\text{moyen}}} = \frac{4 \times 0,8 \times 0,695}{35} = 6,35 \%. \quad (4.6)$$

Les couches poreuses passivées et gravées sont silanisées en suivant le protocole présenté en Section 4.1.2. La fraction volumique d'APTES expérimentale $f_{\text{APTES}_{exp}}$ a été déterminée à $6,32 \pm 0,01 \%$ en ajustant les spectres de réflectance théorique et expérimental des différentes couches de SiP passivées et silanisées, en se basant sur $e_{\text{APTES}} = 0,8$ nm. Nous remarquons que ces résultats sont en accord avec la valeur optimale théorique, démontrant que la silanisation se déroule bien de manière homogène en ne déposant qu'une seule couche d'APTES sur la surface développée par les pores du SiP.

En prenant en compte la fraction volumique expérimentale d'APTES, nous pouvons résoudre l'Équation (4.4) et déduire l'indice de réfraction de la couche silanisée à $1,607 \pm 0,003$. Ainsi, une augmentation d'indice de réfraction de $0,037 \pm 0,002$ est estimée entre l'étape de passivation et de silanisation d'une couche de SiP.

4.2.2 Étude de l'immobilisation de la BSA sur l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux passivée et silanisée

L'immobilisation de la BSA est l'étape finale de biofonctionnalisation qui nous permettra par la suite d'estimer les performances en terme de capteur des MR en SiP. Comme pour la silanisation, cette étape va provoquer une modification de l'indice de réfraction de la couche poreuse passivée et silanisée, que nous allons quantifier dans cette section.

Auparavant, nous cherchons à confirmer que l'immobilisation de la BSA s'effectue sur la surface interne du silicium poreux.

4.2.2.1 Mise en évidence de la présence de BSA sur la surface interne du silicium poreux après immobilisation

Pour confirmer cette fois-ci la présence de BSA après son immobilisation, nous effectuons une caractérisation de la couche poreuse par FTIR en prenant une couche de SiP passivée et silanisée comme référence, présentée en Figure 4.6, toujours dans la gamme de nombre d'onde allant de $1\,300\text{ cm}^{-1}$ à $1\,900\text{ cm}^{-1}$.

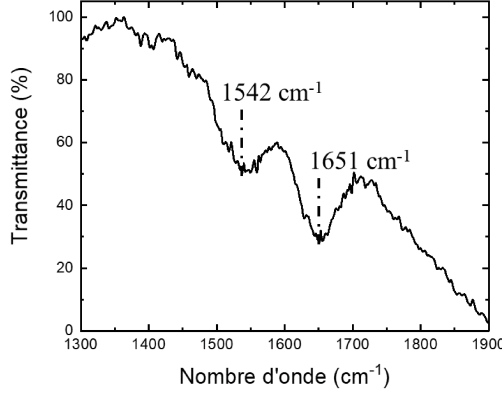


FIGURE 4.6 – Spectre FTIR de transmittance après immobilisation de la BSA dans la gamme de nombre d'onde allant de $1\,300\text{ cm}^{-1}$ à $1\,900\text{ cm}^{-1}$.

L'observation des pics à $1\,542\text{ cm}^{-1}$ et à $1\,651\text{ cm}^{-1}$ prouve la présence d'amide II et d'amide I respectivement, ce que nous associons à la présence de BSA sur la couche de SiP [148].

4.2.2.2 Estimation de la fraction volumique de BSA greffée sur une couche de silicium poreux

Par analogie avec la section précédente, nous cherchons la fraction volumique de BSA qui se greffe sur l'APTÉS, et qui permet d'en déduire le nouvel indice de réfraction de la couche poreuse. Les constituants d'une couche de SiP après l'immobilisation de la BSA (Figure 4.2.b)) sont l'air, le silicium, l'APTÉS et la BSA, ce qui nous donne :

$$\begin{cases} f''_{\text{air}} + f_{\text{Si}} + f_{\text{APTÉS}} + f_{\text{BSA}} = 1 & (4.7a) \\ f''_{\text{air}} = f'_{\text{air}} - f_{\text{BSA}} = f_{\text{air}} - f_{\text{APTÉS}} - f_{\text{BSA}}, & (4.7b) \end{cases}$$

avec f''_{air} et f_{BSA} respectivement les fractions volumiques d'air après immobilisation et de BSA. La nouvelle porosité de la couche est par conséquent égale à la nouvelle fraction volumique d'air f''_{air} .

Le développement du modèle de Bruggeman est à nouveau modifié et devient :

$$f''_{\text{air}} \frac{n_{\text{air}}^2 - n^2}{n_{\text{air}}^2 + 2n^2} + f_{\text{Si}} \frac{n_{\text{Si}}^2 - n^2}{n_{\text{Si}}^2 + 2n^2} + f_{\text{APTÉS}} \frac{n_{\text{APTÉS}}^2 - n^2}{n_{\text{APTÉS}}^2 + 2n^2} + f_{\text{BSA}} \frac{n_{\text{BSA}}^2 - n^2}{n_{\text{BSA}}^2 + 2n^2} = 0, \quad (4.8)$$

avec $n_{BSA} = 1,59$ [149] l'indice de réfraction de la BSA. La fraction volumique de BSA f_{BSA} doit être estimée afin de résoudre l'équation de Bruggeman, nous permettant de déterminer l'indice de réfraction de la couche poreuse après immobilisation. Pour ce faire, nous ajustons les spectres de réflectance théorique et expérimental d'une couche de SiP après immobilisation en paramétrant la fraction volumique de BSA, ce qui nous en fait déduire la nouvelle valeur de fraction volumique d'air, les fractions volumiques de silicium et d'APTES restant les mêmes, et ont été déterminées auparavant.

L'immobilisation de la BSA doit se dérouler au mieux de façon homogène sur toute la surface développée par les pores, c'est-à-dire qu'au maximum une épaisseur constante e_{BSA} tapisse les parois des pores après l'étape de biofonctionnalisation. Ce paramètre est lié à la fraction volumique de BSA par la relation suivante :

$$f_{BSA} = \frac{4e_{BSA}(P - f_{APTES})}{D_{moyen} - 2e_{APTES}}. \quad (4.9)$$

Comme pour la silanisation, une organisation des molécules de BSA tapissant les parois des pores du SiP est d'autant plus homogène que le paramètre e_{BSA} est égal à la taille de la molécule de BSA, valant environ 4 nm [150]. En utilisant les mêmes paramètres que pour la section précédente, la fraction volumique de BSA théorique maximale pour que la molécule tapisse la totalité de la surface interne du SiP sur une seule couche lors de l'immobilisation est donc estimée à :

$$f_{BSA_{théomax}} = \frac{4e_{BSA}(P - f_{APTES_{théo}})}{D_{moyen} - 2e_{APTES}} = \frac{4 \times 4 \times (0,71 - 0,0635)}{35 - 2 \times 0,8} = 30,2 \%. \quad (4.10)$$

Afin de quantifier la modification de l'indice de réfraction provoquée par l'immobilisation de la BSA sur une couche de SiP passivée et silanisée, nous réalisons l'immobilisation de la protéine sur différents échantillons de SiP passivés et silanisés, en suivant le protocole présenté en Section 4.1.3, et à différentes concentrations : 0 mg/mL (témoin), 1 mg/mL, 2 mg/mL, 3 mg/mL, 4 mg/mL et 5 mg/mL.

À l'exception du témoin ($C_{BSA} = 0$ mg/mL), l'immobilisation de la BSA provoque un nouveau décalage des spectres de réflectance des couches poreuses vers les longueurs d'onde plus élevées proportionnellement avec la concentration de BSA. Pour la concentration maximale de 5 mg/mL utilisée, la fraction volumique de BSA expérimentale $f_{BSA_{exp}}$ est estimée à $2,30 \pm 0,03$ % en ajustant les spectres de réflectance théorique et expérimental de la couche de SiP passivée et silanisée ayant été immergée dans 5 mg/mL de BSA en solution, en se basant sur $e_{BSA} = 4$ nm. Ce résultat démontre qu'on ne tapisse pas l'ensemble de la surface développée par les pores pour la concentration la plus élevée utilisée dans le cadre de ces travaux.

Pour chacune des concentrations C_{BSA} , la fraction volumique de BSA expérimentale $f_{BSA_{exp}}$ est estimée, et l'indice de réfraction de la couche poreuse après immobilisation est déterminé en résolvant l'Équation (4.4).

La Figure 4.7 présente la variation de l'indice de réfraction des couches de SiP passivées et silanisées après l'immobilisation de la BSA en fonction de la concentration de BSA en solution.

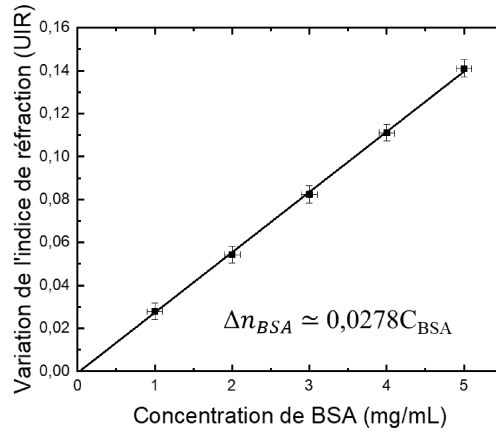


FIGURE 4.7 – Étude de la variation de l'indice de réfraction des couches de SiP passivées et silanisées Δn_{BSA} en fonction de la concentration de BSA C_{BSA} en solution lors de l'étape d'immobilisation.

En constatant que la variation observée sont linéaires, nous pouvons extraire une relation entre la variation de l'indice de réfraction d'une couche de SiP biofonctionnalisée Δn_{BSA} et la concentration de BSA C_{BSA} en mg/mL :

$$\Delta n_{BSA} \simeq 0,0278C_{BSA}[\text{mg/mL}]. \quad (4.11)$$

4.2.3 Résumé des résultats de l'étude de la silanisation et de l'immobilisation

Nous avons effectué chaque étape du procédé de biofonctionnalisation sur différents échantillons de SiP passivés, et la présence des molécules déposées sur la surface interne des échantillons a été mise en évidence par FTIR en observant des pics d'absorption caractéristiques de ces dernières. Nous avons ensuite étudié la variation de l'indice de réfraction des couches poreuses en fonction de la molécule déposée, ceci à l'aide du modèle de Bruggeman déjà présenté et utilisé dans le Chapitre 3.

Ces différentes variations d'indices de réfraction Δn_x , selon la molécule déposée lors de l'étape de biofonctionnalisation effectuée, sont résumées dans le Tableau 4.2.

Tableau 4.2 – Résumé des résultats obtenus entre chaque étape de biofonctionnalisation.

Étape de biofonctionnalisation	Concentration en solution	Fraction volumique (%)	Δn_x (UIR)
Sinalisation d'APTES	2 %	$6,32 \pm 0,01$	$0,037 \pm 0,003$
Immobilisation de la BSA	1 mg/mL	$0,46 \pm 0,03$ %	$0,03 \pm 0,004$
Immobilisation de BSA	2 mg/mL	$0,92 \pm 0,03$ %	$0,05 \pm 0,004$
Immobilisation de BSA	3 mg/mL	$1,38 \pm 0,03$ %	$0,08 \pm 0,004$
Immobilisation de BSA	4 mg/mL	$1,84 \pm 0,03$ %	$0,11 \pm 0,004$
Immobilisation de BSA	5 mg/mL	$2,30 \pm 0,03$ %	$0,14 \pm 0,004$

Il nous sera ainsi possible de déterminer la variation de l'indice de réfraction d'une

couche poreuse en fonction des fractions volumiques des molécules déposées selon l'étape de biofonctionnalisation.

4.3 Évaluation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux fonctionnalisés pour l'immobilisation de la BSA

Dans cette section, nous estimons la concentration limite maximale de BSA en solution qui, comme nous l'avons annoncé dans le Chapitre 2, ne doit pas provoquer un décalage des longueurs d'onde de résonance supérieur à l'intervalle spectral libre (ISL) du MR. De plus, une estimation des performances théoriques des biocapteurs est effectuée, ceci en traçant l'évolution du décalage d'une longueur d'onde de résonance choisie pour l'étude en fonction de trois paramètres :

- La concentration de BSA en solution.
- Le décalage de l'indice effectif du mode propagé dans la structure.
- la quantité de BSA greffée sur la surface interne du SiP.

4.3.1 Estimation de la concentration limite maximale de BSA en solution en fonction des caractéristiques d'intérêt des micro-résonateurs

Nous avons introduit dans le Chapitre 2 le principe de détection des biocapteurs à base de MR. Dans cette thèse, nous nous intéressons principalement à la méthode d'analyse du décalage d'une longueur d'onde de résonance d'ordre p entre avant et après l'immobilisation de BSA. Cependant, il est impératif que ce décalage ne dépasse pas l'intervalle spectral libre (ISL) de la structure. Nous allons donc au préalable estimer la concentration limite maximale de BSA en solution à utiliser pour l'étape d'immobilisation lors de la biofonctionnalisation des MR en SiP.

Pour rappel, une longueur d'onde de résonance d'ordre p est extraite de la fonction de transfert d'un MR, et a pour relation :

$$\lambda_{res,p} = \frac{n_{eff}L}{p} \quad p \in \mathbb{Z}, \quad (4.12)$$

avec n_{eff} l'indice effectif du mode propagé dans la structure, L la circonférence de la cavité résonante qui, dans le cas d'un hippodrome, a pour relation :

$$L = 2\pi R + 2L_c, \quad (4.13)$$

avec R le rayon de courbure de l'hippodrome et L_c sa longueur de couplage.

La silanisation du cœur des MR en SiP doit au maximum augmenter son indice de réfraction à $1,57 + 0,037 = 1,607$, ceci en considérant que l'étape de silanisation se soit déroulée de manière homogène en ne déposant qu'une seule couche d'APTES sur la surface développée par les pores. Nous pouvons ainsi estimer l'indice effectif pour le mode

4.3. ÉVALUATION DES PERFORMANCES THÉORIQUES DES BIOCAPTEURS À BASE DE MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX FONCTIONNALISÉS POUR L'IMMOBILISATION DE LA BSA

de polarisation TM fondamental à 1,5241 avec un solveur FMM à vecteur complet.

La Figure 4.8 présente la fonction de transfert théorique d'un MR en SiP passivé et silanisé. Le couple coefficient de couplage et atténuation a été choisi pour être en accord avec les résultats du Chapitre 3. Nous émettons par conséquent l'hypothèse que ces paramètres ne sont pas modifiés par la présence d'APTES ou de BSA.

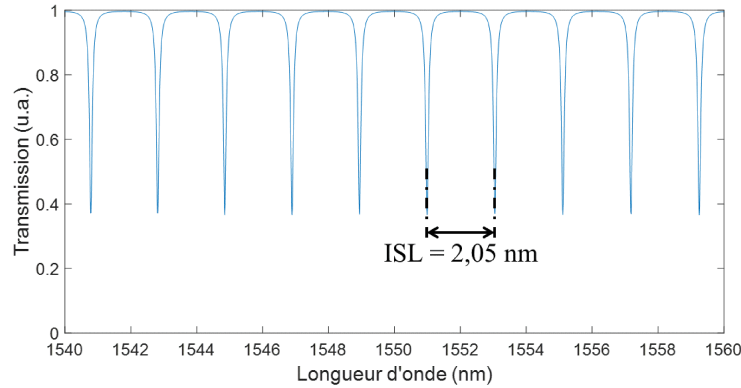


FIGURE 4.8 – Fonction de transfert théorique d'un MR en SiP passivé et silanisé dont les paramètres sont similaires à ceux du Chapitre 3, à l'exception de l'indice effectif qui a varié en raison de la silanisation.

Notre étude se basant sur une longueur d'onde de travail autour de 1550 nm, nous choisissons graphiquement la longueur d'onde de résonance de 1550,98 nm pour notre étude. L'ordre p de la longueur d'onde de résonance autour de 1550 nm peut alors être estimé grâce à l'Équation (4.12) :

$$p = \frac{n_{eff_{APTES}} L}{\lambda_{res,p}} = \frac{1,5241 \times (2 \times \pi \times 100.10^3 + 2 \times 70.10^3)}{1550,98} \simeq 755. \quad (4.14)$$

En déterminant graphiquement l'ISL du MR à 2,05 nm, nous pouvons en déduire que la longueur d'onde de résonance d'ordre $p = 755$ ne doit pas dépasser $\lambda'_{res,755} = 1550,98 + 2,05 = 1553,03$ nm. Ainsi, pour cet ordre p de longueur d'onde de résonance, nous pouvons estimer, toujours grâce à l'Équation (4.12), l'indice effectif limite maximal de la structure après l'immobilisation de la BSA :

$$n_{eff_{BSA_{lim,max}}} = \frac{\lambda'_{res,755} p}{L} = \frac{1553,03 \times 755}{2 \times \pi \times 100.10^3 + 2 \times 70.10^3} = 1,5261. \quad (4.15)$$

Par conséquent, l'immobilisation de la BSA doit au maximum provoquer une variation de l'indice effectif du mode de propagation de la structure de $\Delta n_{eff_{BSA_{lim,max}}} = 1,5261 - 1,5241 = 0,002$. Comme dans cette thèse, seul le cœur du guide d'onde subit la biofonctionnalisation, nous pouvons reprendre notre étude de la section précédente et estimer, à partir de la Figure 4.7, l'indice effectif du mode propagé dans la structure en fonction de la concentration de BSA en solution lors de l'immobilisation de cette protéine. Les résultats de cette étude sont ainsi présentés en Figure 4.9.

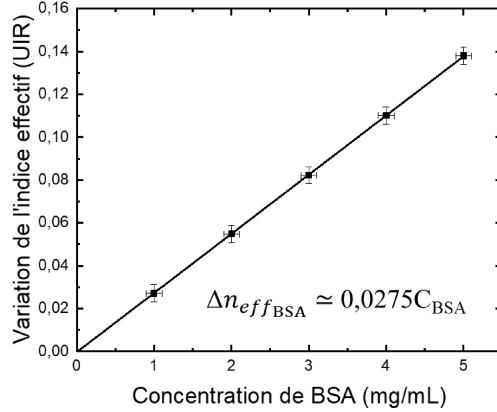


FIGURE 4.9 – Étude de la variation de l'indice effectif $\Delta n_{eff_{BSA}}$ des MR en fonction de la concentration de BSA C_{BSA} en solution lors de l'étape d'immobilisation.

Par conséquent, en exploitant sa courbe de tendance, nous pouvons estimer une relation entre la variation de l'indice effectif du mode de propagation de la structure $\Delta n_{eff_{BSA}}$, et la concentration de BSA en solution C_{BSA} en mg/mL :

$$\Delta n_{eff_{BSA}} \simeq 0,0275 C_{BSA} [\text{mg/mL}]. \quad (4.16)$$

En sachant que l'immobilisation de la BSA doit au maximum provoquer une variation d'indice effectif des MR de 0,002, il nous est désormais possible d'estimer la concentration limite maximale de BSA en solution lors de cette étape de biofonctionnalisation :

$$C_{BSA_{lim,max}} = \frac{\Delta n_{eff_{BSA_{lim,max}}}}{0,0275} = \frac{0,002}{0,0275} = 0,0727 \text{ mg/mL} = 72,7 \text{ } \mu\text{g/mL}. \quad (4.17)$$

4.3.2 Estimation des performances théoriques des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux pour la détection de BSA

Nous savons maintenant qu'une concentration de 72,7 $\mu\text{g/mL}$ engendre une variation d'indice effectif du mode polarisé TM guidé $\Delta n_{eff_{BSA}}$ de 0,002. Nous pouvons alors calculer le décalage de la longueur d'onde de résonance d'ordre $p = 755$ $\Delta \lambda_{res,755}$ de la même façon que précédemment et pour d'autres concentrations de BSA C_{BSA} plus faibles, 0 $\mu\text{g/mL}$, 10 $\mu\text{g/mL}$, 20 $\mu\text{g/mL}$, 30 $\mu\text{g/mL}$, 40 $\mu\text{g/mL}$, 50 $\mu\text{g/mL}$, 60 $\mu\text{g/mL}$, 70 $\mu\text{g/mL}$. Nous obtenons alors la relation liant $\Delta \lambda_{res,755}$, C_{BSA} et $\Delta n_{eff_{BSA}}$ à partir des Équations (4.12) et (4.16) :

$$\Delta n_{eff_{BSA}} \simeq 0,0275 \cdot C_{BSA} [\text{mg/mL}] = \frac{755}{L} \Delta \lambda_{res,755}. \quad (4.18)$$

Nous traçons par conséquent les décalages de la longueur d'onde de résonance d'ordre 755 en fonction de la concentration de BSA en solution ainsi qu'en fonction de la variation d'indice effectif, tous deux représentés sur la Figure 4.10.

4.3. ÉVALUATION DES PERFORMANCES THÉORIQUES DES BIOCAPTEURS À BASE DE MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX FONCTIONNALISÉS POUR L'IMMOBILISATION DE LA BSA

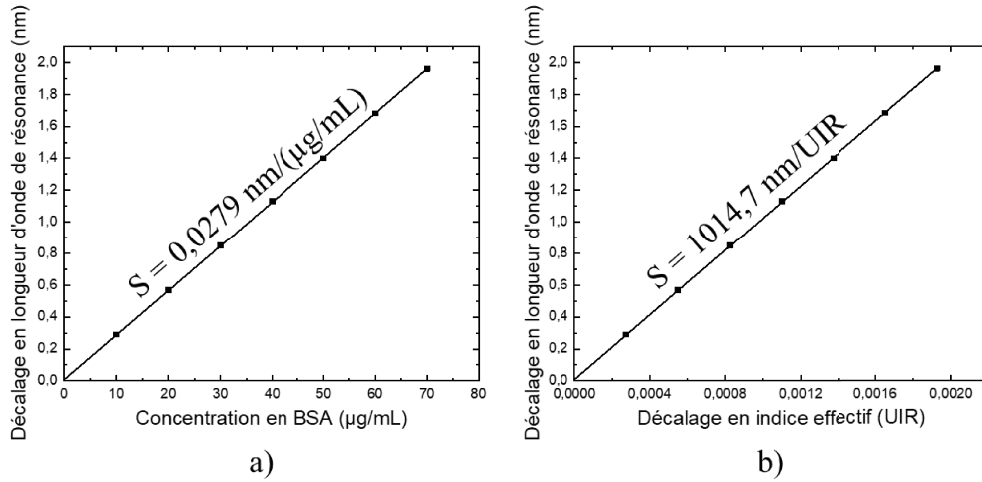


FIGURE 4.10 – Détermination de la sensibilité théorique des biocapteurs à base de MR en SiP : a) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la concentration de BSA en solution ; b) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la variation de l'indice effectif.

De ces courbes, nous pouvons extraire les valeurs de sensibilités S qui sont données par les pentes respectives de ces fonctions linéaires, soit $0,0279 \text{ nm}/(\mu\text{g}/\text{mL})$, ce qui équivaut à $1014,7 \text{ nm}/\text{UIR}$.

Pour déterminer la sensibilité surfacique S_{surf} des biocapteurs optiques exprimée en $\text{nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$, il nous faut au préalable déterminer la quantité de BSA qui s'est greffée sur la surface développée par les pores du SiP M_{BSA} lors de cette étape de biofonctionnalisation. Ce paramètre est lié à la surface spécifique S_s estimée à $80 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ en Annexe n°1, au volume de la molécule de BSA ($V_{BSA} = 125 \text{ nm}^3$) [150] ainsi qu'à sa masse molaire ($M_{\text{mol}_{BSA}} = 66,43 \text{ kDa}$, soit $66,43 \text{ kg}/\text{mol}$) [150]. La quantité de BSA greffée sur une surface M_{BSA} est donnée par la relation suivante :

$$M_{BSA} = \frac{f_{BSA} M_{\text{mol}_{BSA}}}{S_s V_{BSA} N_A}, \quad (4.19)$$

avec f_{BSA} la fraction volumique de BSA greffée sur la surface, N_A la constante d'Avogadro, qui vaut approximativement $6,023.10^{23} \text{ mol}^{-1}$.

Le Tableau 4.3 résume les différentes valeurs théoriques de quantité de BSA greffée M_{BSA} en fonction des concentrations de BSA C_{BSA} étudiées dans cette section.

Tableau 4.3 – Valeurs théoriques de quantité de BSA greffée M_{BSA} en fonction de la fraction volumique f_{BSA} , qui est liée au décalage en indice effectif engendré $\Delta n_{eff_{BSA}}$, lui-même lié à la concentration C_{BSA} .

C_{BSA} ($\mu\text{g/mL}$)	$\Delta n_{eff_{BSA}}$ (UIR)	f_{BSA} (%)	M_{BSA} (pg/mm^2)
10	0,000275	0,0046	0,51
20	0,000550	0,0092	1,01
30	0,000825	0,0138	1,52
40	0,00110	0,0184	2,03
50	0,00138	0,0230	2,54
60	0,00165	0,0276	3,04
70	0,00193	0,0322	3,60

Nous pouvons ainsi tracer le décalage en longueur d'onde de résonance en fonction de la quantité de BSA greffée, représenté sur la Figure 4.11.

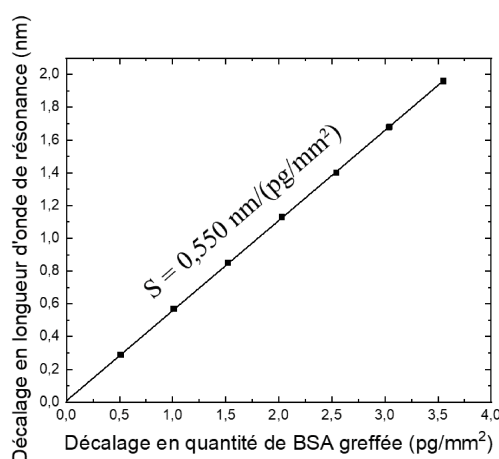


FIGURE 4.11 – Détermination de la sensibilité surfacique théorique des biocapteurs à base de MR en SiP.

De cette courbe, nous pouvons extraire la valeur de sensibilité surfacique S_{surf} correspondant à la pente de cette fonction linéaire, soit $0,550 \text{ nm}/(\text{pg/mm}^2)$.

La limite de détection LD et la concentration maximale détectable C_{max} ont été définies dans le Chapitre 2 par les relations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{LD} = \frac{\delta\lambda}{S} \\ C_{max} = \frac{ISL}{S} - \text{LD}, \end{array} \right. \quad (4.20a)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{LD} = \frac{\delta\lambda}{S} \\ C_{max} = \frac{ISL}{S} - \text{LD}, \end{array} \right. \quad (4.20b)$$

avec $\delta\lambda$ la largeur à mi-hauteur du pic de résonance, estimée à $0,06 \text{ nm}$ dans le Chapitre 3 car nous considérons ici en première approximation que les dépôts d'APTES et de BSA

n'influent pas sur les pertes optiques de la structure.

Nous pouvons ainsi déterminer ces valeurs pour chaque unité déjà présentée. Elles sont résumées dans le Tableau 4.4 avec les valeurs de sensibilités précédemment déterminées.

Tableau 4.4 – Valeurs théoriques de sensibilité S , de limite de détection LD et de concentration maximale détectable C_{max} .

Paramètres	Valeurs		
S	0,0279 nm/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	1014,7 nm/UIR	0,550 nm/(pg/mm ²)
LD	0,215 $\mu\text{g}/\text{mL}$	$5,91 \cdot 10^{-6}$ UIR	0,0109 pg/mm ²
C_{max}	72,2 $\mu\text{g}/\text{mL}$	$2,01 \cdot 10^{-3}$ UIR	3,71 pg/mm ²

Nous avons émis l'hypothèse que les étapes de biofonctionnalisation ne provoqueraient pas de pertes supplémentaires. Nous nous attendons alors à des performances plus faibles pour les biocapteurs optiques fabriqués pour la suite, notamment en terme de limite de détection, qui est liée à la largeur à mi-hauteur des MR, elle-même liée aux pertes optiques.

4.4 Fabrication de biocapteurs optiques à base de micro-résonateurs en silicium poreux et estimation des performances expérimentales

L'objectif de cette section est d'utiliser des MR en SiP similaires à ceux fabriqués dans le Chapitre 3 comme transducteurs optiques pour des applications de biodétection. Dans ce but, nous évaluons la sensibilité S et la limite de détection LD des MR pour la détection surfacique de BSA. Nous observons pour cela le décalage des longueurs d'onde de résonance provoqué par l'immobilisation des protéines sur la surface spécifique du SiP passivé et silanisé, et ce pour plusieurs concentrations de BSA en solution.

Les quadricouches poreuses sont passivées avant fabrication des MR. Comme nous avons pu le constater précédemment, la couche barrière supérieure nécessaire pour la fabrication des MR n'empêche pas la passivation de la couche guidante. Cependant, pour permettre l'infiltration des solutions dans la couche guidante, une dernière étape dans le procédé de fabrication des MR consiste à graver la couche barrière supérieure par RIE en utilisant du CHF_3 comme gaz de gravure.

4.4.1 Caractérisation physique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation

La Figure 4.12 présente des images MEB sous différentes vues pour contrôler les paramètres d'un des MR en SiP passivés et silanisés. Nous pouvons constater que l'hippodrome possède bien les dimensions souhaitées, à savoir 70 μm de longueur de couplage et 100 μm de rayon de courbure (Figure 4.12.a)). En augmentant le grossissement sur la zone de couplage, nous pouvons également constater que la largeur des guides d'onde sont de 1.95 μm et que le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne est de 0,6 μm (Figure 4.12.b)). Ces dimensions sont dans l'ordre de grandeur que celles obtenues dans le Chapitre 3.

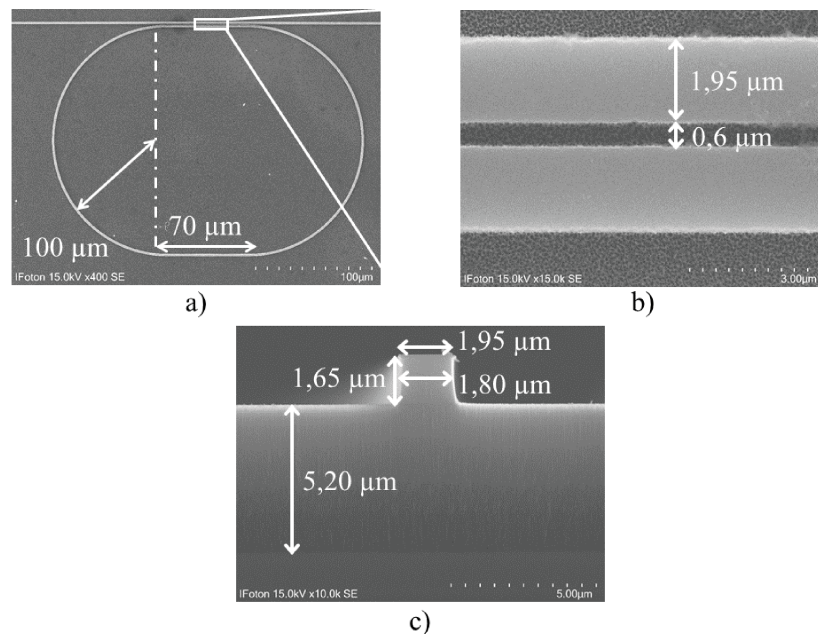


FIGURE 4.12 – Images MEB d’un MR en SiP passivé et silanisé : a) Vue de dessus pour contrôler les paramètres de l’hippodrome du MR ; b) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d’onde et le gap entre la cavité résonante et le guide d’onde rectiligne ; c) Vue sur la tranche pour contrôler les dimensions des couches de la structure.

Nous observons ensuite la tranche de l’échantillon (Figure 4.12.c)) pour contrôler les dimensions des couches de SiP. La couche de confinement possède une épaisseur de $5,20 \mu\text{m}$ en prenant en compte la couche barrière intermédiaire, et la couche guidante, quant à elle, possède une hauteur de $1,65 \mu\text{m}$. Cependant, nous constatons que la dernière étape de gravure s’est déroulée de manière isotrope, c’est-à-dire que le profil de gravure tend vers une forme de guide d’onde semi-circulaire au lieu d’une forme rectangulaire. Ainsi, la largeur du cœur est réduite à son centre, et a été mesurée à $1,80 \mu\text{m}$.

4.4.2 Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés après silanisation

La Figure 4.13 présente l’ajustement des fonctions de transfert normalisées théorique sur l’expérimentale sur un intervalle de longueur d’onde allant de 1550 à 1554 nm . Dans cet intervalle de longueur d’onde, la fonction de transfert expérimentale pour le mode polarisé TM présente deux résonances, de contraste environ égal à 35% et séparé par un ISL de $1,74 \text{ nm}$, tous deux obtenus graphiquement. Nous observons un élargissement des pics de résonance pour des valeurs de transmission proches du maximum, ce qui peut être dû à l’excitation de modes d’ordres supérieurs.

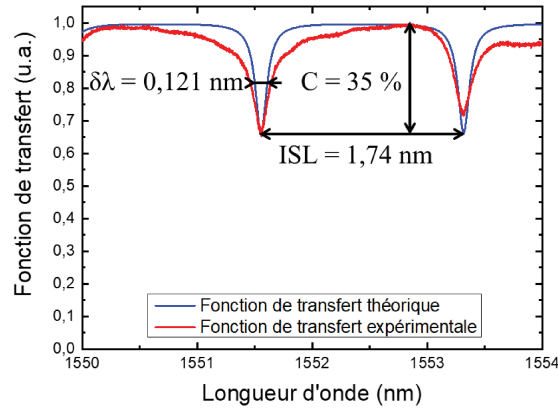


FIGURE 4.13 – Fonction de transfert normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale d'un MR en SiP passivé et silanisé par de l'APTES, pour le mode de polarisation TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1550 à 1554 nm.

Pour faire correspondre l'ISL expérimental, un indice de groupe n_g a été ajusté à $1,7811 \pm 0,0001$. L'ajustement des pics de résonance est réalisé en faisant varier à la fois le coefficient de couplage et les pertes optiques. Un coefficient de couplage κ^2 de $4 \pm 1 \%$ et des pertes optiques de $22,0 \pm 0,4$ dB/cm ont été obtenus dans ce cas. Une largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de 0,121 nm a été estimée graphiquement ce qui correspond à un facteur de qualité Q de l'ordre de $1,2 \cdot 10^4$ et une finesse F d'environ 14.

Les différences entre ces valeurs expérimentales et celles théoriques obtenues précédemment sont résumées dans le Tableau 4.5.

La diminution du coefficient de couplage κ^2 peut s'expliquer par la gravure de la couche barrière supérieure qui s'est déroulée de manière isotrope. Cela éloigne davantage la forme du cœur d'une forme rectangulaire, ce qui augmente le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde ridge rectiligne. Cela explique aussi la diminution du contraste de la fonction de transfert.

L'augmentation des pertes optiques peut s'expliquer quand à elle par la présence d'APTES dans les pores du SiP, qui augmente les pertes par absorption et qui n'ont pas été prises en compte dans le modèle théorique.

Nous remarquons également que l'ISL est inférieur à celui déterminé graphiquement sur la fonction de transfert théorique. Nous attribuons cet écart à la valeur d'indice de groupe, que nous n'avons pas pu estimer théoriquement par manque de données sur la dispersion d'indice de l'APTES.

Tableau 4.5 – Comparaison entre les paramètres ajustés théoriques et expérimentaux pour des MR en SiP passivés et silanisés.

Paramètres	Valeurs théoriques	Valeurs expérimentales
Pertes optiques (dB/cm)	17	$22 \pm 0,4$
Coefficient de couplage (%)	6	4 ± 1
ISL (nm)	2,05	1,74
$\delta\lambda$ (nm)	0,06	0,121
Q (u.a.)	$2,5 \cdot 10^4$	$1,2 \cdot 10^4$
F (u.a.)	32	14
Contraste (%)	55	35

4.4.3 Caractérisation optique de micro-résonateurs en silicium poreux passivés et silanisés après immobilisation

Afin d'évaluer les performances en terme de biocapteurs des transducteurs optiques, nous réalisons l'immobilisation de la BSA à différentes concentrations sur la surface des MR. Cependant, comme nous l'avons présenté précédemment, les concentrations de BSA doivent être inférieures à $72,7 \mu\text{g/mL}$ afin que le décalage des longueurs d'onde de résonance ne dépasse pas l'ISL des MR. Les solutions de BSA ont donc été choisies avec des concentrations respectives de $20 \mu\text{g/mL}$, $30 \mu\text{g/mL}$, $40 \mu\text{g/mL}$, $50 \mu\text{g/mL}$ et $60 \mu\text{g/mL}$, avec une incertitude de la balance lors de la pesée de la BSA estimée à $2,5 \mu\text{g/mL}$. Cette incertitude entraîne également une sur la variation de l'indice effectif du mode propagé dans la structure, estimée à $1,5 \cdot 10^{-4}$. Les MR biofonctionnalisés sont ensuite caractérisés optiquement.

La Figure 4.14 présente l'ajustement des fonctions de transfert normalisées théorique sur l'expérimentale sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1550 à 1554 nm pour la concentration de $40 \mu\text{g/mL}$. La fonction de transfert expérimentale pour le mode polarisé TM présente deux résonances, de contraste environ égal à 80 %, dans cet intervalle de longueur d'onde, séparé par un ISL de 1,80 nm, tous deux obtenus graphiquement.

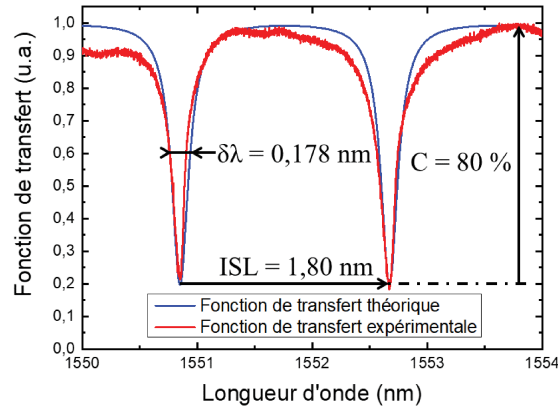


FIGURE 4.14 – Transmission spectrale normalisée théorique ajustée sur l'expérimentale d'un MR en SiP biofonctionnalisé, pour le mode polarisé TM et sur un intervalle de longueur d'onde allant de 1550 à 1554 nm, pour une concentration de 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de BSA en solution.

Pour faire correspondre l'ISL expérimental, un indice de groupe n_g a été ajusté à $1,7217 \pm 0,0001$. L'ajustement des pics de résonance est réalisé en faisant varier à la fois le coefficient de couplage et les pertes optiques. Un coefficient de couplage κ^2 de 16 ± 1 % et des pertes optiques de $25,0 \pm 0,4$ dB/cm ont été obtenus dans ce cas. Une largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ de 0,178 nm a été estimée graphiquement ce qui correspond à un facteur de qualité Q de l'ordre de $8,7 \cdot 10^3$ et une finesse F d'environ 10.

On remarque une augmentation du contraste des MR entre avant et après l'immobilisation de la BSA, ce que nous attribuons à la présence de la protéine dans la zone de couplage, réduisant le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde ridge rectiligne. Cette réduction augmente alors le coefficient de couplage, et par conséquent le contraste.

Nous remarquons également une augmentation des pertes optiques qui est due à l'augmentation des pertes par absorption causées par la présence de la BSA dans la structure.

Comme pour le cas précédent, nous n'avons pas pu estimer théoriquement l'indice de groupe pour le comparer à notre valeur expérimentale, ceci par manque de données sur la dispersion d'indice de la BSA.

La caractérisation des MR biofonctionnalisés avec d'autres concentrations de BSA a été réalisée et donne des résultats sensiblement similaires.

4.4.4 Estimation des performances des biocapteurs à base de micro-résonateurs en silicium poreux appliqués à la détection surfacique de BSA

Comme déjà évoqué, le décalage des longueurs d'onde de résonance est observé en comparant les transmissions optiques des MR entre avant et après l'immobilisation de la BSA. Plusieurs mesures étant réalisées pour une même concentration de BSA, nous avons étudié la répétabilité de repositionnement afin d'en déduire l'incertitude sur la mesure

de la transmission spectrale. La Figure 4.15 présente les transmissions spectrales qui ont donné le décalage maximum entre les courbes après repositionnements de l'échantillon.

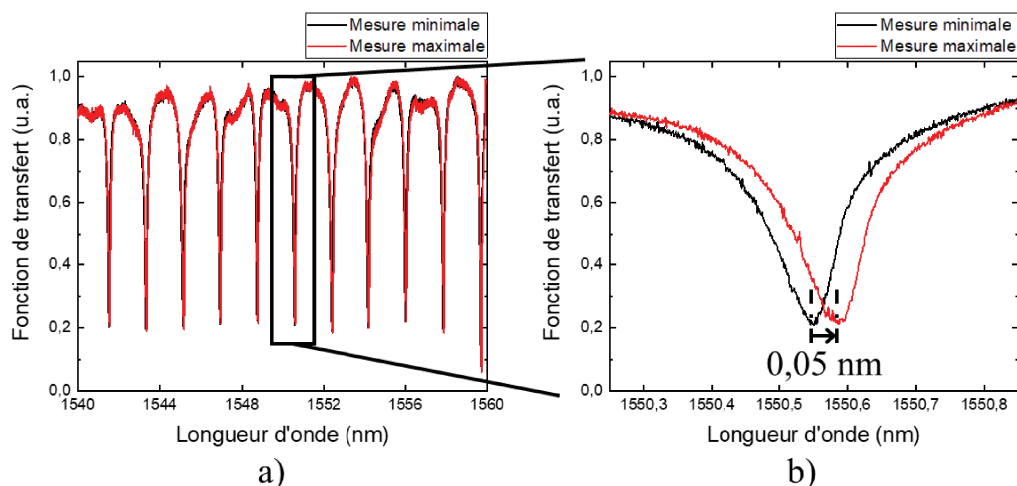


FIGURE 4.15 – Étude de la répétabilité de repositionnement sur les transmissions spectrales extrêmes d'un MR en SiP : a) Transmission spectrale sur une plage de longueur d'onde allant de 1540 nm à 1560 nm ; b) Zoom sur le pic de résonance autour de 1550,5 nm pour estimer l'incertitude sur la mesure.

Après repositionnement, on observe un décalage maximum de 0,05 nm de la transmission spectrale, ce qui peut s'avérer élevé pour la détection de très faibles concentrations de BSA. Ce décalage peut être dû à une variation de la température ambiante au niveau du banc de caractérisation, la transmission spectrale d'un MR étant sensible à ce paramètre [151]. Nous utilisons par la suite un contrôleur de température, qui permet de réduire cette incertitude à une valeur négligeable.

Pour estimer la sensibilité du capteur, nous acquérons la transmission spectrale des MR avant et après l'immobilisation de différentes concentrations de BSA. Par exemple, un décalage des pics de résonance vers les longueurs d'onde plus élevées a été mesuré graphiquement à 1,111 nm, comme le montre la Figure 4.16, pour une concentration de 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de BSA.

4.4. FABRICATION DE BIOCAPTEURS OPTIQUES À BASE DE MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX ET ESTIMATION DES PERFORMANCES EXPÉRIMENTALES

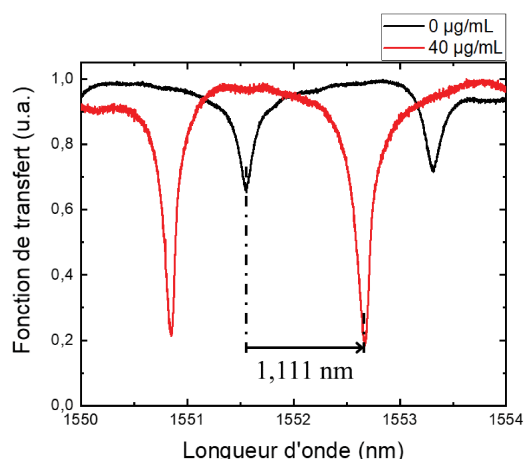


FIGURE 4.16 – Transmission spectrale d'un MR en SiP biofonctionnalisé, pour le mode polarisé TM et sur une plage de longueur d'onde allant de 1550 nm à 1554 nm, pour des concentrations de 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (utilisée comme témoin) et de 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ de BSA en solution.

Le décalage de longueur d'onde de résonance est estimé pour les cinq concentrations de BSA étudiées. La Figure 4.17.a) reporte le décalage de la longueur de résonance en fonction de la concentration de BSA en solution, tandis que la Figure 4.17.b) reporte le décalage de la longueur de résonance en fonction de la variation de l'indice effectif du mode de propagation de la structure.

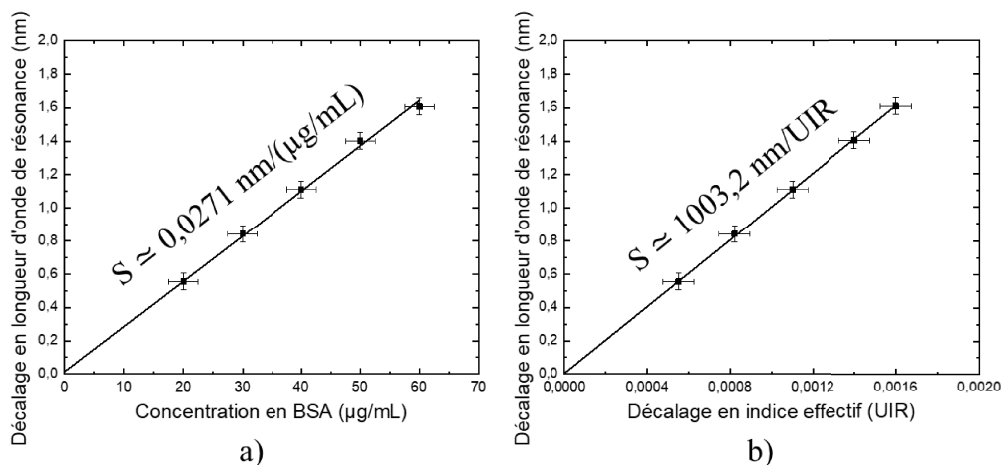


FIGURE 4.17 – Détermination de la sensibilité des biocapteurs à base de MR en SiP : a) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la concentration de BSA en solution ; b) Décalage de la longueur de résonance en fonction de la variation de l'indice effectif du mode propagé dans la structure.

En constatant que les variations observées sont linéaires, nous pouvons extraire des courbes la sensibilité des biocapteurs, qui est estimée à $(2,71 \pm 0,05) \cdot 10^{-2} \text{ nm}/(\mu\text{g}/\text{mL})$ ce qui équivaut à $1003,2 \pm 6,1 \text{ nm}/\text{UIR}$. Les incertitudes sont estimées en prenant en compte à la fois l'incertitude sur la concentration de BSA et à la fois la mesure de transmission

spectrale des MR.

Les ajustements des fonctions de transfert, obtenues pour chaque concentration C_{BSA} étudiée, ont été assurés en paramétrant des fractions volumiques résumées dans le Tableau 4.6. Ces fractions volumiques nous permettent d'estimer les quantités de BSA greffées, également résumées dans ce tableau.

Tableau 4.6 – Valeurs expérimentales des quantités de BSA greffées M_{BSA} en fonction des fractions volumiques f_{BSA} également obtenues expérimentalement pour chaque concentration C_{BSA} étudiée.

C_{BSA} ($\mu\text{g/mL}$)	f_{BSA} (%)	M_{BSA} (pg/mm^2)
$20 \pm 2,5$	$0,0090 \pm 0,013$	$1,00 \pm 0,15$
$30 \pm 2,5$	$0,0130 \pm 0,013$	$1,44 \pm 0,15$
$40 \pm 2,5$	$0,0181 \pm 0,013$	$2,00 \pm 0,15$
$50 \pm 2,5$	$0,0184 \pm 0,013$	$2,55 \pm 0,15$
$60 \pm 2,5$	$0,0272 \pm 0,013$	$3,00 \pm 0,15$

Nous pouvons alors tracer le décalage en longueur d'onde de résonance en fonction de la quantité de BSA greffée, représenté sur la Figure 4.18.

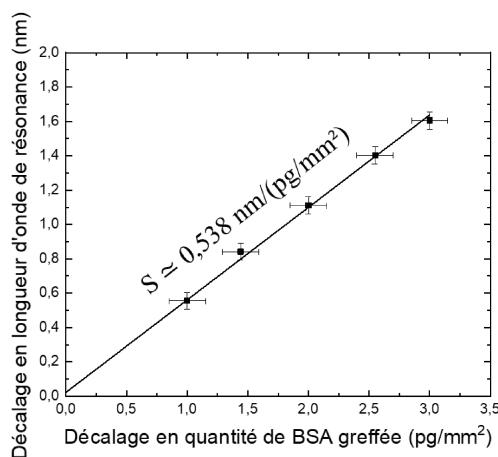


FIGURE 4.18 – Détermination de la sensibilité surfacique des biocapteurs à base de MR en SiP.

En constatant à nouveau que la variation est linéaire, nous pouvons extraire de la courbe une sensibilité surfacique de $(5,38 \pm 0,12) \cdot 10^{-1} \text{ nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$.

Les trois valeurs de sensibilité déterminées expérimentalement sont dans l'ordre de grandeur de celles obtenues lors de l'évaluation théorique des performances. Cela démontre la pertinence du modèle théorique utilisé.

Nous pouvons dorénavant estimer la LD qui est égale au rapport entre un dixième de la largeur à mi-hauteur des MR $\frac{\delta\lambda}{10}$ et la sensibilité S [152]. En effet, l'utilisation du contrôleur de température au niveau du banc de caractérisation nous permet de négliger

4.4. FABRICATION DE BIOCAPTEURS OPTIQUES À BASE DE MICRO-RÉSONATEURS EN SILICIUM POREUX ET ESTIMATION DES PERFORMANCES EXPÉRIMENTALES

l'incertitude sur la mesure de la transmission spectrale due au bruit thermique. Le Tableau 4.7 résume les différentes valeurs de sensibilité S et de limite de détection LD pour chacune des unités étudiées :

Tableau 4.7 – Valeurs expérimentales de la sensibilité et de la limite de détection des biocapteurs à base de MR pour la détection de BSA.

S	$(2,71 \pm 0,05) \cdot 10^{-2} \text{ nm}/(\mu\text{g}/\text{mL})$	$1003,2 \pm 6,1 \text{ nm}/\text{UIR}$	$(5,38 \pm 0,12) \cdot 10^{-1} \text{ nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$
LD	$(6,57 \pm 0,12) \cdot 10^{-1} \mu\text{g}/\text{mL}$	$(1,77 \pm 0,01) \cdot 10^{-5} \text{ UIR}$	$(3,31 \pm 0,074) \cdot 10^{-2} \text{ pg}/\text{mm}^2$

Enfin, nous pouvons déterminer la gamme de détection en déterminant la concentration maximale détectable C_{max} . Pour rappel, elle est liée à la limite de détection LD, à la plage de mesure, qui correspond à l'ISL dans notre cas, et à la sensibilité S, suivant la relation :

$$C_{max} = \frac{\text{ISL}}{S} - \text{LD}. \quad (4.21)$$

Le Tableau 4.8 résume les valeurs qui nous permettent d'obtenir la gamme de détection des biocapteurs optiques :

Tableau 4.8 – Limites de détection et concentration maximale détectable des biocapteurs à base de MR pour la détection de BSA.

Paramètre \ Unité	$\mu\text{g}/\text{mL}$	UIR	pg/mm^2
LD	$(6,57 \pm 0,12) \cdot 10^{-1}$	$(1,77 \pm 0,01) \cdot 10^{-5}$	$(3,31 \pm 0,074) \cdot 10^{-2}$
C_{max}	$65,76 \pm 1,26$	$(1,77 \pm 0,02) \cdot 10^{-3}$	$3,31 \pm 0,08$

Comme nous nous y attendions, les performances expérimentales en terme de limite de détection sont moins bonnes que celles obtenues à l'aide du modèle théorique. En effet nous considérons dans ce dernier que la présence des molécules d'APTES et de BSA ne modifieraient pas les pertes optiques, une hypothèse qui est bien entendu fausse.

Les performances des biocapteurs optiques intégrés pour la détection de BSA étudiées dans l'état de l'art sont résumés dans le Tableau 4.9. Les performances de ce travail sont également reportées dans ce tableau en gras. Les biocapteurs qui sont comparés à ce travail ont principalement été réalisés en silicium sur isolant (SOI, pour *Silicon On Insulator*) avec des matériaux massifs.

Tableau 4.9 – Comparaison des performances du biocapteur optique en SiP avec l'état de l'art.

Référence	Structure	Matériau	LD	S
[53] (2017)	Mach-Zehnder	SOI	$3,5 \cdot 10^{-5} \text{ UIR}$...
[59] (2019)	Cristaux photoniques	SOI	6,92 UIR	722,3 nm/UIR
[71] (2019)	Micro-résonateur	SU8	12,7 pg/mm^2	$2,0 \cdot 10^{-4} \text{ nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$
Ce travail (2021)	Micro-résonateur	SiP	$6,57 \cdot 10^{-1} \mu\text{g}/\text{mL}$ $1,77 \cdot 10^{-5} \text{ UIR}$ $3,31 \cdot 10^{-2} \text{ pg}/\text{mm}^2$	$2,71 \cdot 10^{-2} \text{ nm}/(\mu\text{g}/\text{mL})$ 1003,2 nm/UIR $5,38 \cdot 10^{-1} \text{ nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$

Les meilleures valeurs de limite de détection LD et de sensibilité S obtenues pour les MR en SiP fabriqués dans cette thèse confirment l'intérêt d'utiliser ce matériau poreux pour des applications biocapteurs.

Une optimisation de la longueur de couplage des MR améliorerait le contraste de ces derniers, de même que les largeurs à mi-hauteur des pics de résonance et donc la limite de détection des biocapteurs. De même, une meilleure sélectivité de gravure empêcherait qu'elle se déroule de manière isotrope lors de la dernière étape de fabrication des MR, ce qui a augmenté dans notre cas le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde ridge rectiligne.

Une réduction des pertes optiques améliorerait nos résultats, notamment sur la limite de détection.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté chaque étape du procédé de biofonctionnalisation du SiP afin d'obtenir des transducteurs optiques utilisables pour la détection surfacique de BSA. La passivation des couches poreuses est nécessaire pour stabiliser la surface interne des pores. Bien que ce traitement thermique ne provoque qu'une variation négligeable de la porosité de la couche d'intérêt, nous avons pu démontrer qu'il est suffisant pour rendre la structure hydrophile, ce qui est nécessaire pour les étapes suivantes de biofonctionnalisation, et donc pour l'infiltration des molécules en solution. La silanisation correspond à l'étape de dépôt d'APTES, une molécule servant de biorécepteur dans notre étude. Grâce à l'étape précédente de passivation, la silanisation peut se faire dans les pores de la structure et augmente sa mouillabilité, un paramètre qui nous est utile pour favoriser l'infiltration de la BSA en solution, qui est le biomarqueur d'intérêt de cette étude. L'immobilisation de la BSA est assurée par la liaison établie entre les groupements amines ($-NH_2$) de la BSA avec l'APTES, ce qui entraîne leurs immobilisations sur la surface interne du SiP.

Nous étudions ensuite les effets des étapes de silanisation et d'immobilisation sur la couche guidante des MR, notamment par rapport à la variation de porosité, et donc d'indice de réfraction que ces traitements engendrent. Nous avons donc réalisé des bicouches de SiP dont les densités de courant appliquées sont les mêmes que pour les couches barrière supérieure et guidante des MR en SiP utilisés dans le Chapitre 3. La couche barrière supérieure est ensuite gravée après passivation pour permettre l'infiltration des solutions dans la couche d'intérêt. Cette étude nous a permis de démontrer que le dépôt d'APTES se déroule de manière homogène, c'est-à-dire qu'une couche complète de molécules tapisse les parois des pores de la structure. Nous démontrons également que l'immobilisation de la BSA, aux concentrations utilisées, ne tapisse pas l'ensemble des pores pour les concentrations de BSA étudiées. Ces résultats sont obtenus en déterminant leurs fractions volumiques respectives à l'aide du modèle de Bruggeman et en les comparant avec leurs valeurs optimales respectives de notre configuration.

Nous avons ensuite déterminé à $72,7 \mu\text{g}/\text{mL}$ la concentration limite de BSA en solution pour que l'immobilisation ne provoque pas un décalage des pics de résonance supérieur à l'ISL des MR en SiP. En considérant que la présence des molécules d'APTES et de BSA n'influencerait pas les pertes optiques des transducteurs, nous avons pu estimer les performances théoriques des biocapteurs à $1014,7 \text{ nm}/\text{UIR}$ sur une gamme de détection allant de $5,91 \cdot 10^{-6} \text{ UIR}$ à $2,01 \cdot 10^{-3} \text{ UIR}$.

Le procédé de biofonctionnalisation étant, à présent, contrôlé, nous avons réalisé des MR en SiP pour des applications biocapteurs servant pour la détection surfacique de BSA. La détection de différentes concentrations de BSA par caractérisations optiques des MR en tant que transducteurs a permis d'obtenir une sensibilité des biocapteurs optiques de $1003,2 \pm 6,1$ nm/UIR sur une gamme de détection allant de $(1,77 \pm 0,01) \cdot 10^{-5}$ UIR à $(1,77 \pm 0,02) \cdot 10^{-3}$ UIR. Ces valeurs sont conformes aux valeurs théoriques obtenues par simulation. Les meilleurs performances obtenues en comparaison à l'état de l'art illustre l'intérêt d'utiliser le SiP pour des applications de biodétection notamment grâce à l'aspect spécifique que peut apporter le SiP fonctionnalisé.

CHAPITRE 5

FABRICATION DE MICRO-RÉSONATEURS HYBRIDES À BASE DE SILICIUM POREUX ET DE POLYMÈRES

Sommaire

5.1	Simulation de propagation	136
5.1.1	Tolérance sur la différence entre les indices de réfraction du polymère et du silicium poreux	137
5.1.2	Tolérance sur les différents types de désalignement	138
5.2	Procédé de fabrication de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères	142
5.3	Caractérisations de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères	145
5.4	Conclusion	147

Les guides d'onde fabriqués à base de silicium poreux sont connus dans le domaine de la biodétection optique pour permettre une interaction entre les biomarqueurs spécifiques greffés directement dans le cœur du guide avec la lumière propagée, ce qui a déjà permis d'améliorer les performances de ce genre de capteur en terme de sensibilité et de limite de détection, en comparaison avec l'utilisation de matériaux massifs utilisant la détection par ondes évanescentes. Cependant, les fortes pertes optiques que possède les guides d'onde en silicium poreux est un vrai frein pour davantage améliorer ses performances en terme de biocapteur.

Dans ce chapitre, nous présentons dans un premier temps les résultats de simulations qui nous ont permis d'isoler les tolérances à la fois sur la différence entre les indices de réfraction des cœurs en polymère et en silicium poreux, ainsi que celles sur les différents désalignements présentés dans le Chapitre 2. Dans un second temps, le procédé de fabrication des transducteurs hybrides à base de silicium poreux et de polymères est détaillé. Le silicium poreux est utilisé pour la fabrication du micro-résonateur, qui sera par la suite sensible à la présence de biomarqueurs spécifiques. Le cœur en polymère du guide d'onde, qui est un matériau massif aux pertes optiques plus faibles, sert à la fois de guide d'accès pour guider la lumière vers le micro-résonateur en silicium poreux, ainsi que pour la récupérer en sortie. Ces transducteurs sont ensuite caractérisés en utilisant les mêmes méthodes que celles présentées dans le Chapitre 3.

5.1 Simulation de propagation

Grâce aux chapitres précédents, nous savons que le silicium poreux (SiP) utilisé comme guide d'onde présente des pertes optiques plus élevées que des matériaux massifs, comme la SU8 [111]. De plus, l'optimisation de la limite de détection des biocapteurs optiques passe la plupart du temps par la réduction de ces pertes. Nous souhaitons ici améliorer les performances des biocapteurs à base de micro-résonateur (MR), ceci en implémentant une structure hybride composée d'un MR en SiP et de guides d'onde ridges et rectilignes en SU8 sur SiP, servant de guides d'accès, comme schématisé en Figure 5.1.

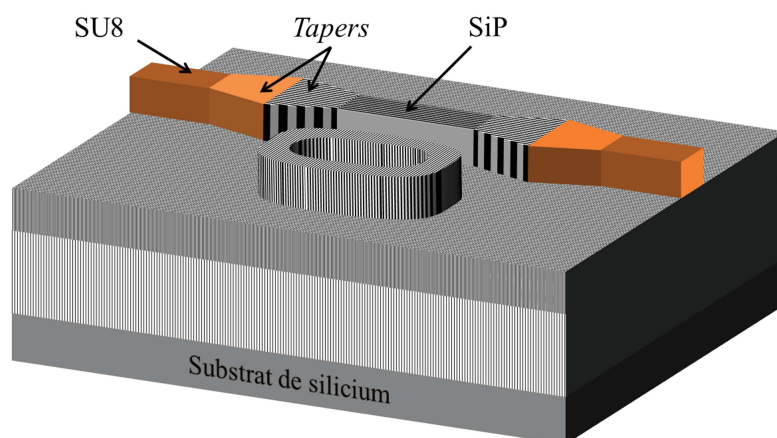


FIGURE 5.1 – Schématisation d'un MR hybride en SiP et en SU8.

Des *tapers* sont utilisés pour augmenter la tolérance sur les désalignements transversal

et angulaire qui pourraient être obtenus lors de la fabrication de telles structures. Les dimensions et les indices de réfraction des couches poreuses ont été choisis pour correspondre à ceux utilisés dans le Chapitre 3. Les *tapers* utilisés et disponibles sur le masque de photolithographie utilisé ont une longueur de $200 \mu\text{m}$ et leur largeur est augmentée jusqu'à $10 \mu\text{m}$. L'efficacité de couplage sans désalignement et sans défocalisation des *tapers* a été estimée à 95 % pour le mode fondamental [129].

La propagation de la lumière dans le cœur du guide d'onde ridge hybride, qui est schématisé en Figure 5.2.a), est simulée sous FIMMPROP, ceci afin d'estimer la tolérance sur la différence entre les indices de réfraction des matériaux, ainsi que sur les différents types de désalignement présentés dans le Chapitre 2.

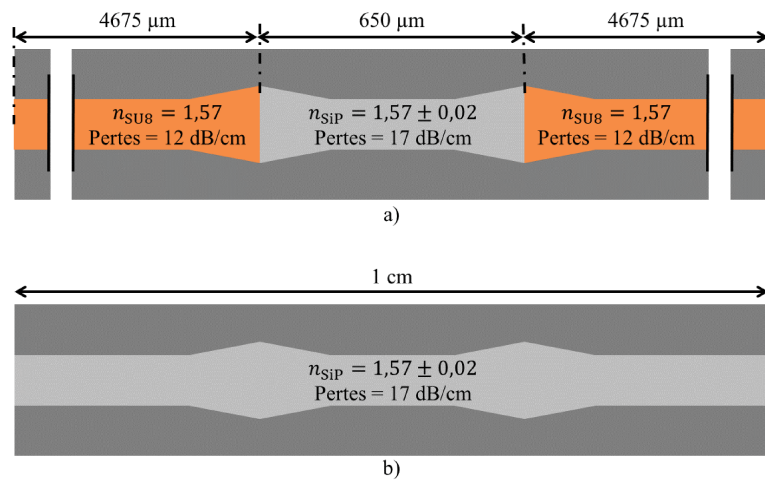


FIGURE 5.2 – Schématisation de guides d'onde ridge : a) Implémentation d'une structure hybride de 1 cm en SiP et en SU8 ; b) Structure en SiP de 1 cm seul.

En prenant en compte des pertes optiques estimées à environ 12 dB/cm pour le guide d'onde en polymère SU8 sur SiP [111] et à environ 17 dB/cm pour le guide d'onde en SiP seul dans le Chapitre 3, les pertes optiques de la structure étudiée sont donc estimées à $2 \times 0,4675 \times 12 + 0,065 \times 17 = 12,325$ dB selon les dimensions données en Figure 5.2.a). Les variations d'indice de réfraction du cœur en SiP et les différents types de désalignement vont chacun augmenter ces pertes optiques.

Pour que l'utilisation de la structure hybride soit pertinente, la valeur des pertes optiques limites maximales de la structure correspond aux pertes optiques d'un guide d'onde ridge en SiP seul, soit 17 dB pour 1 cm d'échantillon (Figure 5.2.b)). Ainsi, l'augmentation des pertes optiques due au raccord entre les guides d'onde doit être inférieure à $17 - 12,325 = 4,675$ dB.

5.1.1 Tolérance sur la différence entre les indices de réfraction du polymère et du silicium poreux

Comme nous l'avons présenté précédemment, le SiP est un matériau dont la principale particularité est de pouvoir contrôler son indice de réfraction lors de sa réalisation. Nous avons estimé dans le Chapitre 3 une incertitude sur l'indice de réfraction d'une couche

poreuse égale à 0,02 UIR. La SU8 étant un matériau polymère, son indice de réfraction varie peu avec la longueur d'onde. Nous étudions ici l'influence de la différence entre les indices de réfraction des matériaux composant le cœur aux jonctions de la structure présentée en Figure 5.1 sur les pertes optiques. Ces pertes sont causées par le coefficient de transmission de Fresnel T à l'interface des deux cœurs en SU8-SiP :

$$T = \frac{4n_{\text{SU8}}n_{\text{SiP}}}{(n_{\text{SU8}} + n_{\text{SiP}})^2}, \quad (5.1)$$

avec n_{SU8} et n_{SiP} respectivement les indices de réfraction du polymère SU8 et du SiP.

On obtient alors les pertes α_F liées à ce paramètre par la relation suivante :

$$\alpha_F = 10 \log(T). \quad (5.2)$$

La Figure 5.3 présente les résultats des pertes ajoutées à la structure hybride en faisant varier l'indice de réfraction du cœur en SiP sur l'incertitude rappelée précédemment.

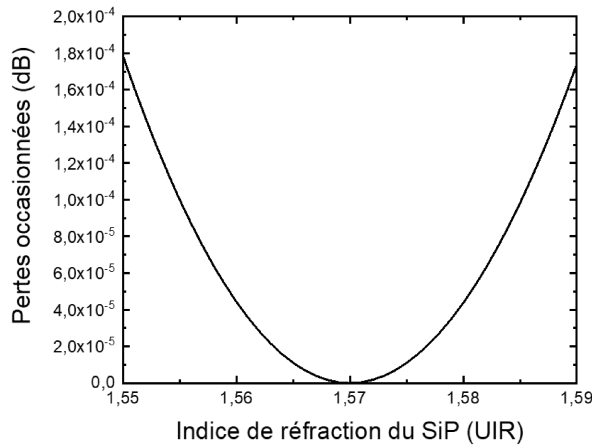


FIGURE 5.3 – Évolution des pertes occasionnées dans la structure hybride en fonction de l'indice du cœur en SiP.

Dans le cas de notre structure, avec ou sans *tapers* car nous considérons une efficacité de couplage de 100 %, on remarque que la variation d'indice de réfraction du cœur en SiP sur son incertitude occasionne ici des pertes largement inférieures à 4,675 dB. Ainsi, l'utilisation de la structure hybride reste en tout cas pertinente pour cette étude.

5.1.2 Tolérance sur les différents types de désalignement

Une étape de fabrication des MR hybrides consiste à aligner les guides d'accès en SU8 avec les MR en SiP. Cette étape pouvant entraîner un ou plusieurs types de désalignements, une zone de recouvrement des motifs de 4 μm au niveau des *tapers*, comme le schématise la Figure 5.4, est disponible sur le masque de photolithographie utilisé.

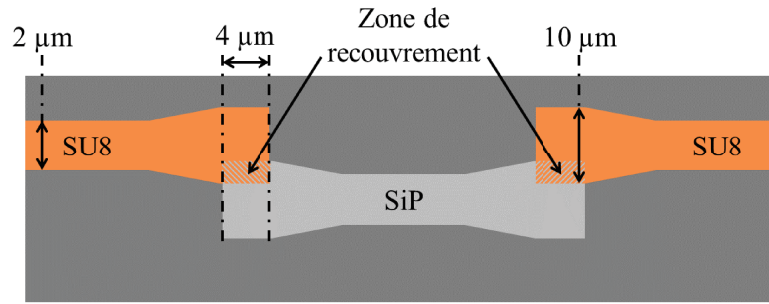


FIGURE 5.4 – Schématisation de la zone de recouvrement des motifs au niveau des *tapers* sur le masque de photolithographie.

Nous admettons pour la suite que cette zone de recouvrement permet de considérer le désalignement longitudinal comme nul, c'est-à-dire que l'on considère l'efficacité de couplage η_0 dans le cas où les faisceaux sont focalisés et qui a été défini par l'Équation (2.34). On obtient alors les pertes α_{η_0} liées à ce paramètre par la relation suivante :

$$\alpha_{\eta_0} = 10 \log(\eta_0). \quad (5.3)$$

5.1.2.1 Désalignement transversal

Nous simulons dans cette section un désalignement transversal entre le MR et les guides d'accès jusqu'à un désalignement complet, c'est-à-dire sur la largeur des guides d'onde qui est de $2 \mu\text{m}$ pour les structures sans *tapers* et sur la largeur maximum de $10 \mu\text{m}$ pour celles avec *tapers*. La Figure 5.5 présente l'évolution de l'efficacité de couplage pour ce type de désalignement sans et avec les *tapers*.

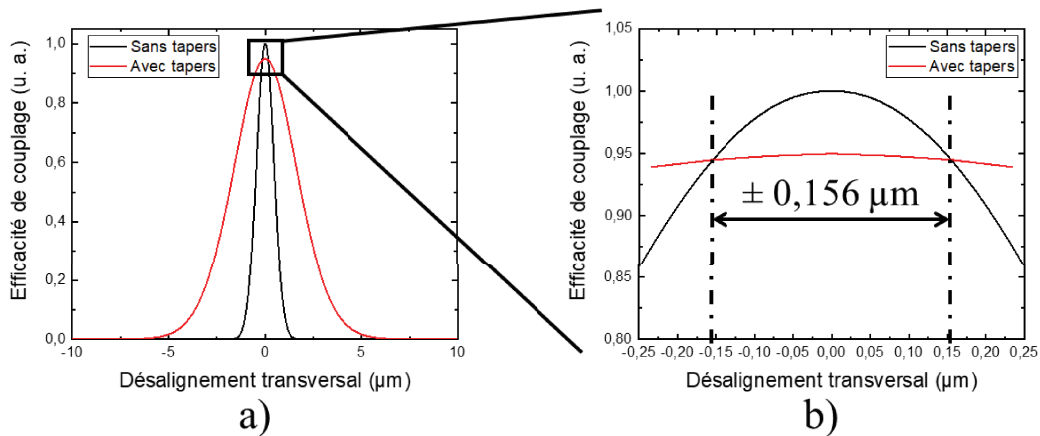


FIGURE 5.5 – Évolution de l'efficacité de couplage en fonction du désalignement transversal pour les structures sans et avec *tapers* : a) Sur un intervalle allant de $-10 \mu\text{m}$ à $10 \mu\text{m}$; b) Zoom sur un intervalle allant de $-0,25 \mu\text{m}$ à $0,25 \mu\text{m}$ pour analyser l'interception des courbes.

On constate que pour un faible désalignement, l'efficacité de couplage de la structure sans *tapers* est meilleure que lorsque des *tapers* sont utilisés. Cependant, lorsque ce désa-

lignement devient supérieur à l'intervalle allant de $-0,156 \mu\text{m}$ à $0,156 \mu\text{m}$, la présence des *tapers* permet de conserver une meilleure efficacité de couplage avec ce paramètre par rapport à la structure sans *tapers*. Cela confirme que l'utilisation de ces *tapers* permet d'avoir une meilleure tolérance sur le désalignement transversal tant que la valeur des pertes ajoutées n'est pas atteinte pour ce désalignement compris dans cet intervalle.

La Figure 5.6 présente les résultats des pertes occasionnées par un désalignement transversal entre les cœurs de la structure hybride sans et avec *tapers*. Nous avons effectué un zoom sur un intervalle de désalignement allant de $-3 \mu\text{m}$ à $3 \mu\text{m}$ pour une meilleure lisibilité des courbes.

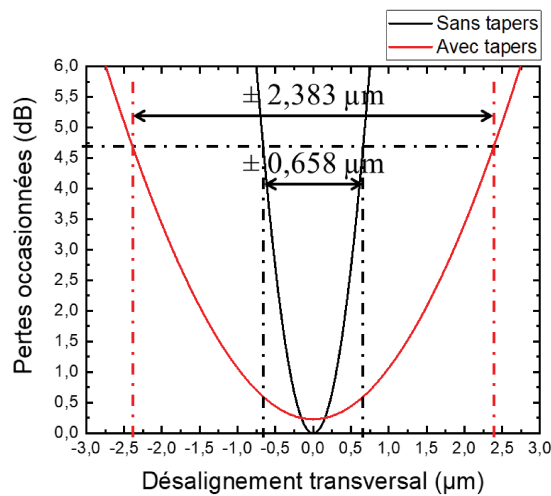


FIGURE 5.6 – Évolution des pertes optiques de la structure hybride sans et avec *tapers* en fonction du désalignement transversal, sur un intervalle allant de $-3 \mu\text{m}$ à $3 \mu\text{m}$.

Dans le cas d'une structure sans *tapers*, pour un désalignement transversal supérieur à l'intervalle allant de $-0,658 \mu\text{m}$ à $0,658 \mu\text{m}$, les pertes occasionnées par ce désalignement deviennent supérieures à $4,675 \text{ dB}$. La tolérance sur le désalignement transversal est donc de $\pm 0,658 \mu\text{m}$ pour cette structure. L'utilisation de *tapers* permet d'augmenter cette valeur de tolérance à $\pm 2,383 \mu\text{m}$. Un résumé de ces valeurs est présenté dans le Tableau 5.1.

Tableau 5.1 – Résumé des valeurs de tolérance sur le désalignement transversal entre les MR en SiP et les guides d'accès en SU8 sans et avec *tapers*.

Désalignement transversal	Tolérance (μm)
Structure sans <i>tapers</i>	$\pm 0,658$
Structure avec <i>tapers</i>	$\pm 2,383$

5.1.2.2 Désalignement angulaire

Nous simulons dans cette section un désalignement angulaire entre le MR et les guides d'accès sur un intervalle allant de -5° à 5° . La Figure 5.7 présente l'évolution de l'efficacité de couplage pour ce type de désalignement sans et avec les *tapers*.

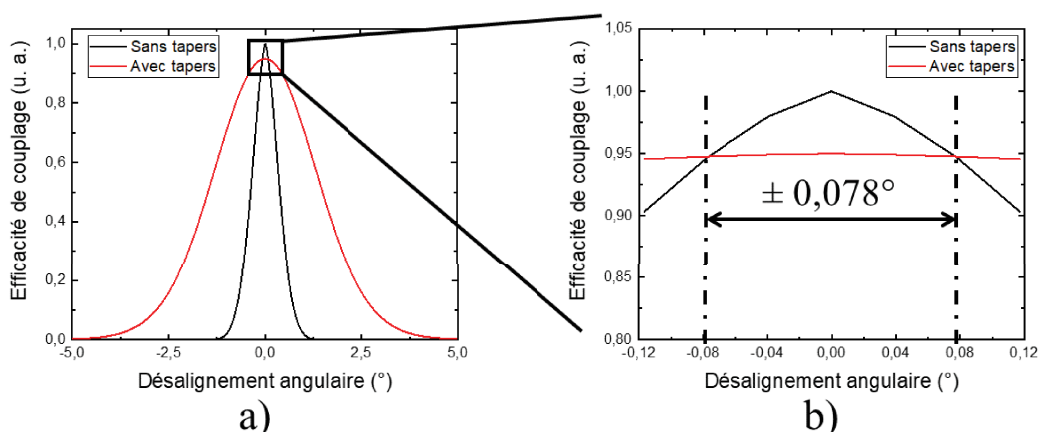


FIGURE 5.7 – Évolution de l’efficacité de couplage en fonction du désalignement angulaire pour les structures sans et avec *tapers* : a) Sur un intervalle allant de -5° à 5° ; b) Zoom sur un intervalle allant de $-0,12^\circ$ à $0,12^\circ$ pour analyser l’interception des courbes.

On constate à nouveau que pour un faible désalignement, l’efficacité de couplage de la structure sans *tapers* est meilleure que lorsque des *tapers* sont utilisés. Cependant, lorsque ce désalignement devient supérieur à l’intervalle allant de $-0,078^\circ$ à $0,078^\circ$, la présence des *tapers* permet de conserver une meilleure efficacité de couplage avec ce paramètre par rapport à la structure sans *tapers*. Cela confirme que l’utilisation de ces *tapers* permet d’avoir une meilleure tolérance sur le désalignement angulaire tant que la valeur des pertes ajoutées n’est pas atteinte pour ce désalignement compris dans cet intervalle.

La Figure 5.8 présente les résultats de pertes occasionnées par un désalignement angulaire entre les cœurs de la structure hybride sans et avec *tapers*. Nous avons effectué un zoom sur un intervalle de désalignement allant de $-2,5^\circ$ à $2,5^\circ$ pour une meilleure lisibilité des courbes.

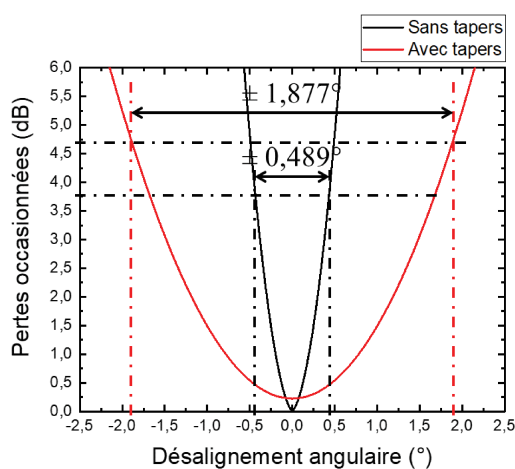


FIGURE 5.8 – Évolution des pertes optiques de la structure hybride sans et avec *tapers* en fonction du désalignement angulaire sur un intervalle allant de $-2,5^\circ$ à $2,5^\circ$.

Dans le cas d’une structure sans *tapers*, pour un désalignement transversal supérieur

à l'intervalle allant de $-0,489^\circ$ à $0,489^\circ$, les pertes occasionnées par ce désalignement deviennent supérieures à 4,675 dB. La tolérance sur le désalignement angulaire est donc de $\pm 0,489^\circ$ pour cette structure. L'utilisation de *tapers* permet d'augmenter cette valeur de tolérance à $\pm 1,877^\circ$. Un résumé de ces valeurs est présenté dans le Tableau 5.2.

Tableau 5.2 – Résumé des valeurs de tolérance sur le désalignement angulaire entre les MR en SiP et les guides d'accès en SU8 sur SiP sans et avec *tapers*.

Désalignement angulaire	Tolérance ($^\circ$)
Structure sans <i>tapers</i>	$\pm 0,489$
Structure avec <i>tapers</i>	$\pm 1,877$

Nous pouvons ainsi en conclure que les *tapers* disponibles sur le masque de photolithographie permettent bel et bien d'augmenter la tolérance sur les différents types de désalignement possibles lors de la fabrication des MR hybrides.

5.2 Procédé de fabrication de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères

L'objectif du procédé de fabrication est d'obtenir des MR à base de SiP couplés de part et d'autre par des guides d'accès en SU8. La Figure 5.9 illustre les étapes de fabrication technologique de telles structures. La fabrication des MR en quadricouches poreuses (Figure 5.9.a)) a été détaillée dans le Chapitre 3.

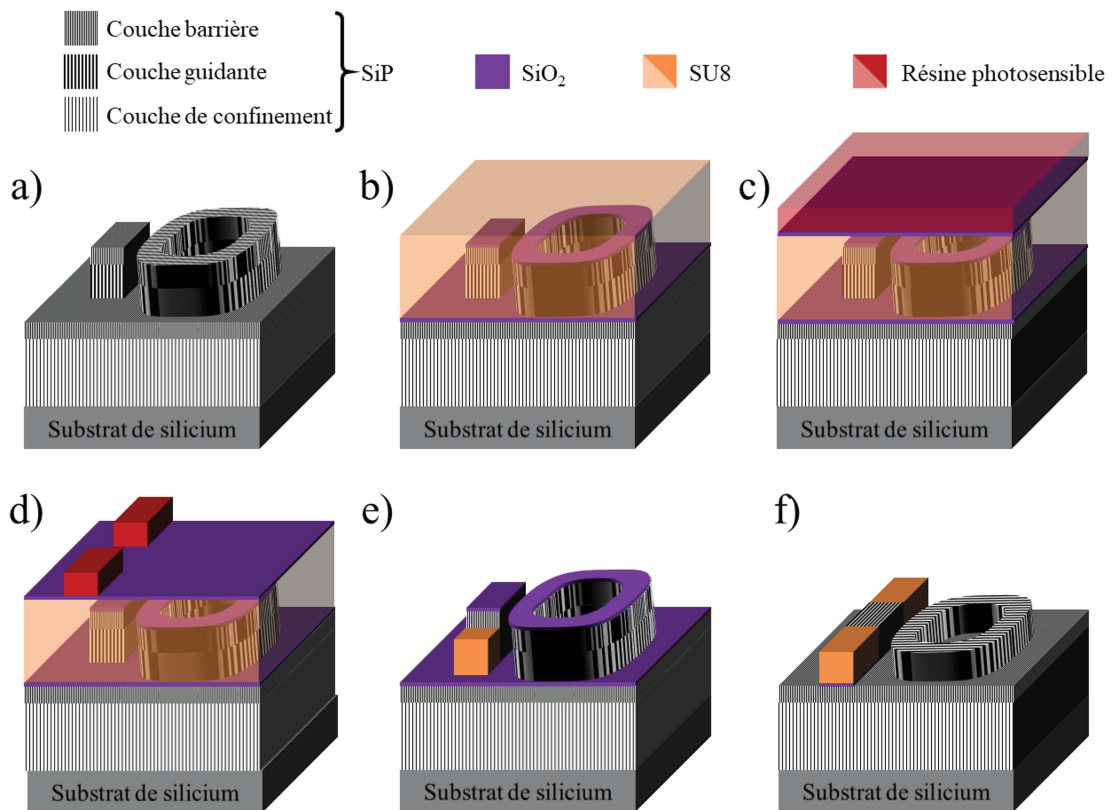


FIGURE 5.9 – Étapes de fabrication pour la réalisation technologique de MR hybrides en SiP et en SU8.

Nous déposons une nouvelle couche de silice cette fois-ci d'environ 40 nm par PECVD, toujours pour servir de couche barrière de sélectivité lors du développement de la résine photosensible et de la gravure. Pour ce faire, le temps de dépôt est augmenté à 240 s. Nous déposons ensuite la couche de cœur en SU8 par *spin coating* (Figure 5.9.b)). Afin d'obtenir une épaisseur optimale du polymère, une dilution de 70 % de SU8 2002 et de 30 % de SU8 2050 a été effectuée. Un recuit sur une plaque chauffante est ensuite effectué pour consolider le polymère. Les paramètres de dépôt par *spin coating* du polymère SU8 sont reportés dans le Tableau 5.3.

Tableau 5.3 – Paramètres utilisés pour le dépôt de SU8.

Paramètres	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Temps (s)	10
Vitesse (rpm)	0 - 500	500 - 1 800	1 800
Accélération (rpm/s)	100	300	...

Les deux premières étapes permettent un recouvrement optimal du polymère tandis que la dernière étape sert à l'évaporation de la majeure partie du solvant pour obtenir une couche solidifiée.

Une dernière couche de silice de 40 nm est déposée par PECVD avec les mêmes paramètres de dépôt que précédemment, puis une couche de HMDS est déposée par *spin*

5.2. PROCÉDÉ DE FABRICATION DE MICRO-RÉSONATEURS HYBRIDES EN SILICIUM POREUX ET EN POLYMÈRES

coating, suivie d'une couche de résine positive S1805 (Figure 5.9.c)), toujours avec les mêmes paramètres de dépôt présentés dans le Chapitre 3.

La résine positive est ensuite insolée avec les mêmes paramètres que pour la fabrication des MR en quadricouches poreuses, et la partie qui a été insolée est dissoute après l'étape de révélation dans le développeur MF-319 (Figure 5.9.d)). L'alignement du masque est assuré par un banc de micro-alignement qui nous permet d'obtenir un désalignement transversal ϵ entre les guides d'onde inférieur à $1 \mu\text{m}$ comme le montre la Figure 5.10. Un recouvrement des *tapers* de $2,1 \mu\text{m}$ et de $6,4 \mu\text{m}$ a été mesuré d'un côté et de l'autre de l'échantillon, au lieu d'un recouvrement de $4 \mu\text{m}$ de chaque côté comme souhaité (Figure 5.4)). Un décalage longitudinal d d'environ $2 \mu\text{m}$ a par conséquent été obtenu, mais permet tout de même le recouvrement des échantillons.

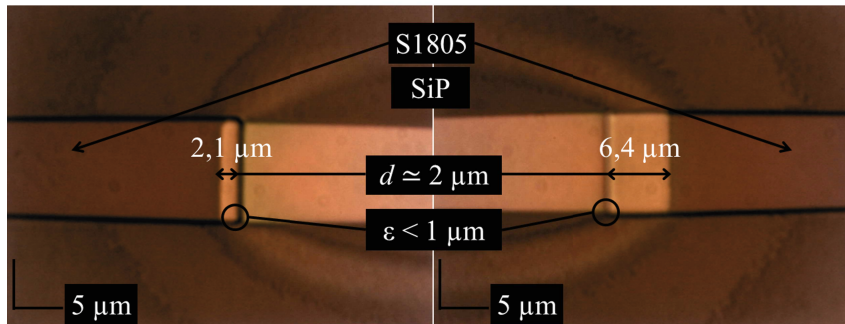


FIGURE 5.10 – Images obtenues par microscope optique de la jonction entre les guides d'onde en SiP et en SU8 après l'étape de révélation pour contrôler l'alignement des *tapers*.

Trois étapes de gravures RIE sont ensuite réalisées à la suite pour obtenir les cœurs en polymère. La première est effectuée en utilisant du SF_6 comme gaz de gravure afin de retirer la silice révélée lors de l'étape de développement de la résine. Les paramètres de gravure pour retirer la silice sont reportés dans le Tableau 5.4.

Tableau 5.4 – Paramètres utilisés pour la gravure RIE de la silice.

Paramètres	Valeur
Puissance RF (W)	100
Débit O_2 (sccm)	5
Débit SF_6 (sccm)	25
Pression (mTorr)	20

La deuxième gravure RIE est effectuée en utilisant des paramètres identiques que ceux présentés dans le Tableau 3.9, mais cette fois-ci pour obtenir les guides d'onde illustrés en Figure 5.9.e). Un suivi de gravure par interférométrie d'un laser HeNe permet de suivre la progression de la gravure jusqu'à la couche de silice où une transition peut être observée. De petites gravures RIE supplémentaires peuvent être nécessaires pour homogénéiser la hauteur des guides d'onde en polymère sans risquer de détériorer le guide d'onde en SiP.

La dernière étape de gravure, similaire à la première, consiste à retirer la couche de silice, suivie de la couche barrière supérieure du MR en SiP pour permettre l'infiltration de solutions dans les pores (Figure 5.9.f)) pour notamment le greffage de molécules.

5.3 Caractérisations de micro-résonateurs hybrides en silicium poreux et en polymères

Nous avons décrit dans la section précédente la fabrication des MR hybrides à base de SiP et de SU8. Il convient à présent de les caractériser afin de valider ou non la maîtrise du procédé de fabrication d'une telle structure. Nous commençons par la validation des dimensions des couches du guide d'onde par microscopie électronique à balayage (MEB), ainsi que des dimensions de la cavité résonante et de la jonction entre les deux matériaux au niveau des *tapers*.

La Figure 5.11 présente des images obtenues par observation MEB vue de dessus pour contrôler les paramètres essentiels à la validation du procédé de fabrication des MR hybrides. Nous pouvons constater que la longueur du *taper* est de $200\ \mu\text{m}$, ce qui correspond à la valeur souhaitée (Figure 5.11.b)). De plus, l'hippodrome possède bien $50\ \mu\text{m}$ de rayon de courbure et $160\ \mu\text{m}$ de longueur de couplage (Figure 5.11.c)).

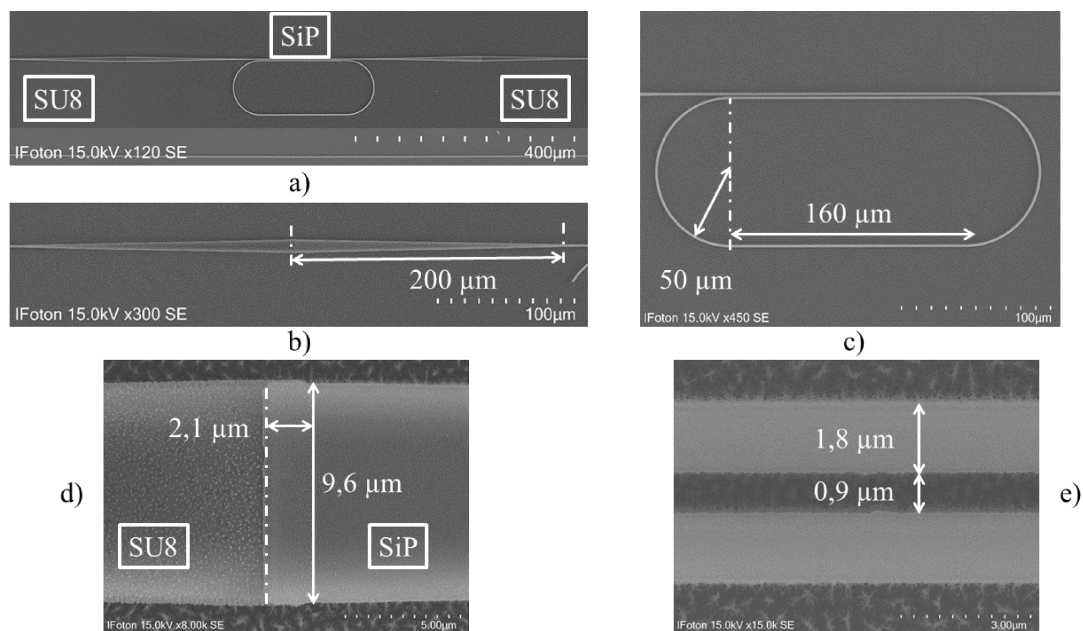


FIGURE 5.11 – Images MEB d'un MR hybride à base de SiP et de SU8 : a) Vue de dessus de l'ensemble de la structure ; b) Zoom pour contrôler la longueur des *tapers* ; c) Zoom pour contrôler les dimensions de l'hippodrome du MR en SiP ; d) Zoom sur la jonction entre la SU8 et le SiP, au niveau d'un *taper* pour contrôler sa largeur et l'alignement entre les guides d'onde ridges ; e) Zoom sur la zone de couplage pour contrôler la largeur des guides d'onde en SiP et le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde rectiligne.

En augmentant le grossissement sur une des jonctions entre la SU8 et le SiP, donc au niveau du *taper*, nous pouvons constater que sa largeur finale est de $9,6\ \mu\text{m}$ (Figure

5.11.d)), ce qui est dans l'ordre de grandeur que celle souhaitée, et nous observons un désalignement transversal inférieur à $0,1 \mu\text{m}$, ce qui nous permettra de négliger les pertes dues à ce type de désalignement lors de la caractérisation optique. En augmentant cette fois-ci le grossissement sur la zone de couplage, nous pouvons constater que la largeur des guides d'onde en SiP est de $1,8 \mu\text{m}$ et que le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde est de $0,9 \mu\text{m}$ (Figure 5.11.e)). Ces dimensions ne correspondent pas à celles souhaitées, et leurs différences avec ces dernières sont causées par les étapes de gravure successives qui ont agrandi le gap en réduisant les largeurs des guides d'onde [134]. Pour rappel, les dimensions souhaitées étaient de $2 \mu\text{m}$ de largeur et un gap de $0,5 \mu\text{m}$.

Nous étudions ensuite la transmission optique des MR hybrides par caractérisation optique. Cependant, nous n'avons pas obtenu le guidage souhaité. Pour en déterminer la cause, nous effectuons un clivage de l'échantillon dans le sens de la longueur, et observons par MEB sa tranche au niveau d'un *taper*, afin de contrôler les épaisseurs des couches du guide d'onde (Figure 5.12.b)).

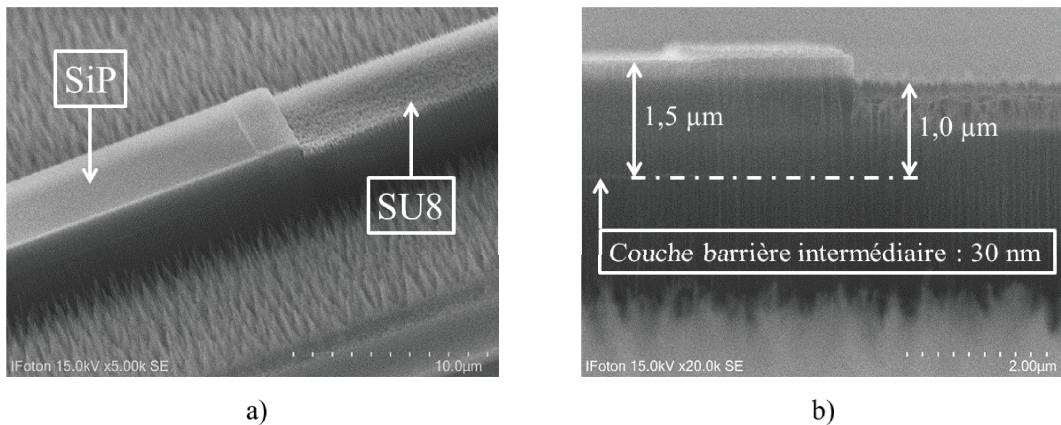


FIGURE 5.12 – Images MEB d'un MR hybride à base de SiP et de SU8 au niveau d'un *taper* : a) Vue de profil pour identifier les matériaux ; b) Vue de la tranche pour contrôler les dimensions des différentes couches.

La hauteur du cœur du guide d'onde en SiP a été mesurée à $1,5 \mu\text{m}$ tandis que celle en SU8 a été mesurée à $1,0 \mu\text{m}$. La couche barrière intermédiaire a été mesurée à environ 30 nm . Si les couches poreuses possèdent bien les épaisseurs souhaitées, la hauteur du cœur en SU8 $h_{\text{c}_{\text{SU8}}}$ ne correspondant pas à celle attendue. Une simulation de la structure expérimentale a été effectuée sous FIMMWAVE et confirme qu'aucun mode ne peut s'y propager à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$ avec cette hauteur de SU8. En effet, comme le montre la Figure 5.13, une hauteur minimale de $1,2 \mu\text{m}$ est nécessaire pour obtenir la propagation de la lumière dans cette structure.

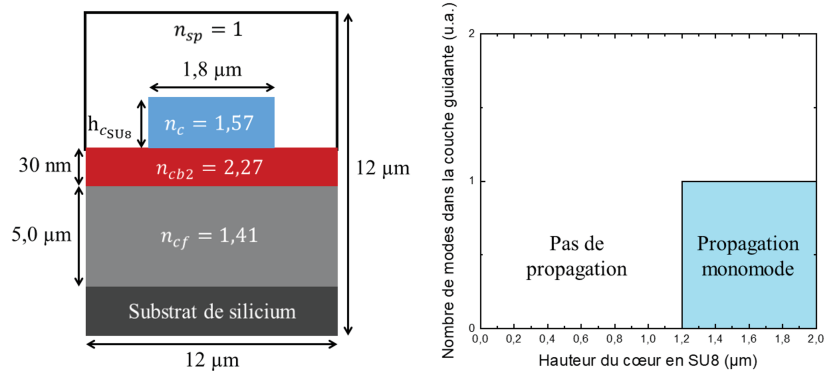


FIGURE 5.13 – Évolution du nombre de modes de propagation dans le cœur en SU8 en fonction de sa hauteur à la fois pour les modes polarisés TE et TM.

Nous supposons que la sélectivité de la gravure n'est pas assez grande pour permettre d'obtenir une hauteur de SU8 optimale.

Une autre raison qui expliquerait l'absence de propagation pourrait être l'excitation d'un ou de plusieurs modes d'ordres supérieurs au mode fondamental pendant l'élargissement des *tapers*, diminuant fortement l'efficacité de couplage au niveau de la jonction entre les guides d'accès en SU8 sur SiP et les MR en SiP.

5.4 Conclusion

L'utilisation du SiP dans la fabrication de biocapteurs optiques a déjà permis l'augmentation de la sensibilité de ce type de capteur. Cependant, ce matériau présente des pertes de propagation qui limitent ses performances en terme de limite de détection.

Dans ce chapitre, nous cherchons à réaliser des guides d'onde hybrides constitués d'un MR en SiP, possédant de bonnes performances en terme de biodétection malgré des pertes de propagation élevées, couplé de part et d'autre de guides d'onde ridges et rectilignes en SU8 sur SiP, servant de guides d'accès et ayant des pertes de propagation plus faibles.

La structure est tout d'abord simulée à l'aide du logiciel FIMMPROP, notamment pour estimer les tolérances sur la différence entre les indices de réfraction des matériaux pour permettre le guidage de la lumière dans les guides d'onde. Une estimation des pertes de propagation de la structure est effectuée en fonction de différents types de désalignement appliqués et démontre une augmentation de la tolérance sur ces derniers grâce à l'utilisation de *tapers*.

La réalisation technologique des MR hybrides a été faite dans les salles blanches appartenant à la plateforme CCLO de l'institut FOTON. Chaque étape pour la fabrication des guides d'onde a été détaillée et les paramètres utilisés ont été présentés.

Les guides d'onde fabriqués ont enfin été caractérisés, physiquement par MEB, puis optiquement à l'aide du banc de caractérisation déjà présenté dans le Chapitre 3. La caractérisation physique démontre des difficultés technologiques dans la réalisation des MR

hybrides. Le guidage de la lumière n'a malheureusement pas été obtenu lors de la caractérisation optique, en raison d'une trop faible hauteur du cœur en SU8. L'optimisation de la sélectivité de la dernière étape de gravure est envisagée pour permettre la propagation de la lumière dans la structure à $1,55 \mu\text{m}$.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale

Ce travail avait comme objectif d'améliorer les performances de biocapteurs à base de micro-résonateurs intégrés dans le domaine du proche infrarouge. Des études ont été menées lors de travaux précédents sur l'exploitation des propriétés structurales du silicium poreux, comme le contrôle de son indice de réfraction. Celles-ci ont permis d'améliorer la sensibilité homogène de ce type de capteur pour la détection de glucose. En effet, en comparaison avec les matériaux massifs, l'utilisation d'un matériau poreux permet une meilleure interaction entre la lumière guidée et les molécules à détecter car présentes directement dans la couche guidante du guide d'onde.

Cependant, le silicium poreux possède des pertes optiques plus élevées que les matériaux massifs, ce qui limite ces performances en terme de limite de détection. Ce travail visait à concevoir un biocapteur hybride pour la détection surfacique de BSA à base de micro-résonateurs en silicium poreux, afin de profiter d'une grande surface spécifique pour le greffage de biomarqueurs spécifiques, couplés à des guides d'accès en matériaux polymères aux pertes optiques plus faibles.

Le principe de propagation de la lumière et de son confinement dans des guides d'onde a tout d'abord été étudié. Le principe de couplage entre guides d'onde, notamment le couplage par ondes évanescentes exploité par les micro-résonateurs a ensuite été présenté. Une liste des différentes pertes optiques pouvant apparaître au sein de ce genre de structure a été détaillée. Les principales caractéristiques d'intérêt des micro-résonateurs, découlant de sa fonction de transfert, ont ensuite été présentées.

Les conditions de réalisation du silicium poreux ont ensuite été présentées. Afin d'obtenir des couches de silicium poreux aux indices de réfraction précis, nous avons effectué une étude sur la réalisation de multi-couches poreuses visant à bien contrôler l'influence des couches poreuses déjà formées sur la formation de nouvelles couches. Nous avons fabriqué et ensuite caractérisé des guides d'onde ridges monomodes en silicium poreux à l'aide d'un procédé de fabrication maîtrisé au sein de l'institut FOTON. Des pertes optiques de $17 \pm 0,4$ dB/cm ont été estimées en plus d'un effet de filtrage atténuant fortement le mode de polarisation horizontal, ce que nous avons attribué à la morphologie colonnaire des pores des couches poreuses. Des micro-résonateurs ont ensuite été fabriqués puis ca-

ractérisés physiquement et optiquement afin de valider le bon déroulement du procédé de fabrication.

Le procédé de biofonctionnalisation du silicium poreux pour le greffage de BSA est présenté. Nous présentons et quantifions ensuite les différents effets sur l'indice de réfraction d'une couche poreuse traitée. Cette étude nous a permis d'estimer à $72,7 \mu\text{g}/\text{mL}$ la concentration limite maximale de BSA en solution pour ne pas provoquer une variation trop importante de la réponse optique des micro-résonateurs. Une étude des performances théoriques des biocapteurs optiques à base de micro-résonateurs en silicium poreux a été réalisée, mais en ne prenant pas en compte l'augmentation des pertes de propagation induite par la présence des molécules déposées lors de la biofonctionnalisation du cœur du guide d'onde. Puis, une étude expérimentale a été effectuée pour la détection de différentes concentrations de BSA, ce qui a permis d'obtenir une sensibilité des biocapteurs optiques de $1003,2 \pm 6,1 \text{ nm}/\text{UIR}$ sur une gamme de détection allant de $(1,77 \pm 0,01) \cdot 10^{-5} \text{ UIR}$ à $(1,77 \pm 0,02) \cdot 10^{-3} \text{ UIR}$. Ces valeurs de performances font partie des meilleures de l'état de l'art.

Enfin, la simulation de la propagation de la lumière dans un guide d'onde hybride à base de silicium poreux et de polymères a été réalisée. Elle nous a permis d'identifier certaines tolérances pour la fabrication d'une telle structure, ceci afin d'analyser la pertinence de son utilisation quant à la réduction des pertes optiques par rapport à une structure uniquement en silicium poreux. Des micro-résonateurs hybrides ont ensuite été fabriqués puis caractérisés physiquement et optiquement. Le guidage de la lumière dans ces structures n'a pu être obtenu à cause d'une trop faible sélectivité de la gravure du polymère. Cela a rendu la hauteur du guide d'onde trop faible pour permettre la propagation de la lumière à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$.

Perspectives

Les travaux effectués dans cette thèse ont permis d'améliorer les performances des biocapteurs optiques appliqués pour la détection surfacique de BSA à l'aide de guides d'onde en silicium poreux.

En ce qui concerne les micro-résonateurs hybrides, une meilleure sélectivité de gravure pour le polymère SU8 est nécessaire afin d'obtenir une hauteur du guide d'accès optimale afin de permettre la propagation de la lumière dans la structure à la longueur d'onde de travail de $1,55 \mu\text{m}$. Un nouveau masque de photolithographie devrait être réalisé afin d'évaluer les pertes de propagation d'une telle structure. Il sera alors possible de comparer les résultats de caractérisations optiques avec des mesures de pertes optiques de guides d'onde en silicium poreux seul.

Des améliorations pourraient être apportées au procédé de fabrication des micro-résonateurs en silicium poreux seul pour optimiser le gap entre la cavité résonante et le guide d'onde ridge rectiligne, ceci afin d'améliorer le taux de couplage entre eux. Des longueurs de couplage plus grandes pour atteindre le couplage critique seront disponibles sur le futur masque de photolithographie, ceci afin d'obtenir un maximum de contraste ainsi qu'une plus faible largeur à mi-hauteur, et donc une plus faible limite de détection.

Ces mêmes améliorations pourraient être apportées pour la réalisation des biocapteurs optiques en silicium poreux. De plus, il serait possible d'adapter le diamètre des pores en

fonction du biomarqueur spécifique à détecter. Ceci permettrait de réduire les pertes de diffusion tout en comblant les pertes par absorption induites par la présence des molécules déposées lors de la biofonctionnalisation de la structure.

Une fois la propagation de la lumière obtenue dans la structure hybride, une confirmation de sa pertinence par rapport à une structure en silicium poreux seul devrait être réalisée.

Pour finir, l'implémentation de la structure hybride dans un système exploitant l'effet Vernier devrait être réalisée. La nouvelle structure serait alors composée d'un micro-résonateur en polymère SU8 sur silicium poreux servant de référence et la structure hybride serait biofonctionnalisée pour la détection surfacique de BSA. La structure a déjà été simulée lors des précédents travaux et ont permis d'estimer ses performances à 19 fg/mm² en terme de limite de détection et à 12,5 nm/(pg/mm²) en terme de sensibilité pour la détection surfacique de BSA.

Annexe 1 : Détermination de la surface spécifique du silicium poreux

La surface spécifique du silicium poreux, plus élevée que celle des matériaux massifs, constitue la propriété principale motivant l'utilisation de ce matériau dans la conception de biocapteurs. L'utilisation d'un substrat de silicium d'orientation cristalline (100) dopé P+ pour la réalisation des couches poreuses permet d'obtenir des pores colonnaires, que nous simulons dans la Figure A-1 comme des pores cylindriques de taille et de diamètre identiques.

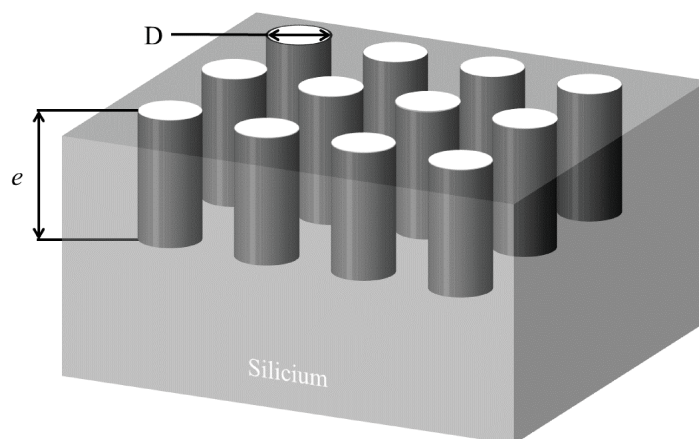


FIGURE A-1 – Schématisation d'une couche de silicium poreux composés de pores cylindriques.

La surface totale développée par les cristallites d'une couche poreuse A_c peut ainsi être exprimée par l'Équation (A-1) :

$$A_c = N\pi D e + A_s, \quad (\text{A-1})$$

avec N le nombre de pores dans la couche poreuse, D le diamètre moyen des pores, e l'épaisseur de la couche poreuse, et A_s la surface à l'interface entre l'air et le silicium

poreux. L'Équation (A-2) permet de relier le nombre de pores N et la porosité P de la couche poreuse, ce qui nous donne :

$$N = \frac{PA_s}{\pi \left(\frac{D}{2}\right)^2}. \quad (\text{A-2})$$

La surface spécifique S_s , correspondant à la surface développée par les parois des pores de la couche poreuse par unité de volume occupé par le silicium poreux, et est définie comme le rapport entre la surface totale développée par les cristallites d'une couche poreuse A_c et le volume occupé par la couche poreuse $V = A_s e$. On obtient alors, en négligeant A_s devant le premier terme de l'Équation (A-1), une relation entre la surface spécifique S_s , exprimée en m^2/cm^3 , la porosité P , comprise entre 0 et 1, et le diamètre des pores D , en nm :

$$S_s[\text{m}^2/\text{cm}^3] = \frac{4000P}{D[\text{nm}]}. \quad (\text{A-3})$$

Ainsi, en considérant une porosité d'environ 69,5 % pour la couche guidante des micro-résonateurs avant biofonctionnalisation et un diamètre moyen des pores estimé à 35 nm, nous pouvons estimer la surface spécifique S_s des micro-résonateurs que nous allons utiliser comme transducteurs optiques lors de l'évaluation de leur performance en terme de biocapteur :

$$S_s = \frac{4000P}{D} = \frac{4000 \times 0,695}{35} = 80 \text{ m}^2/\text{cm}^3. \quad (\text{A-4})$$

Lorsque qu'une molécule tapisse les parois des pores de la structure sur une épaisseur e_{mol} , sa fraction volumique f_{mol} , c'est-à-dire le volume de la couche par rapport au volume total de la structure, correspond au produit entre la surface spécifique S_s de la structure et l'épaisseur apportée par la molécule e_{mol} , soit :

$$f_{mol} = \frac{\text{Volume molécule}}{\text{Volume total}} = S_s \times e_{mol} = \frac{4P}{D[\text{nm}]} e_{mol}[\mu\text{m}]. \quad (\text{A-5})$$

- [1] Sensor market by type : Global opportunity analysis and industry forecast, 2021–2028. <https://www.alliedmarketresearch.com>. Consulté le 15/07/2021.
- [2] Taille du marché mondial des capteurs optiques 2021 par covid-19 : Impact sur la part de l'industrie, la croissance, les défis commerciaux, les opportunités d'investissement, la demande, les principaux fabricants et le rapport de recherche sur les prévisions 2024. <http://athleduweb.be>. Consulté le 15/07/2021.
- [3] Stewart E Miller. Integrated optics : An introduction. *Bell System Technical Journal*, 48(7) :2059–2069, 1969.
- [4] Weiyi Ma, Yi Jiang, and Hongchun Gao. Miniature all-fiber extrinsic fabry–pérot interferometric sensor for high-pressure sensing under high-temperature conditions. *Measurement Science and Technology*, 30(2) :025104, 2019.
- [5] Ying-gang Liu, Xin Liu, Cheng-ju Ma, and Yu-min Zhou. Micro-structured optical fiber sensor for simultaneous measurement of temperature and refractive index. *Optical Fiber Technology*, 41 :168–172, 2018.
- [6] Magnus Engholm, Krister Hammarling, Henrik Andersson, Mats Sandberg, and Hans-Erik Nilsson. A bio-compatible fiber optic ph sensor based on a thin core interferometric technique. In *Photonics*, volume 6, page 11. Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2019.
- [7] Ming Lei, Ya-Nan Zhang, Bo Han, Qiang Zhao, Aozhuo Zhang, and Dongxue Fu. In-line mach–zehnder interferometer and fbg with smart hydrogel for simultaneous ph and temperature detection. *IEEE Sensors Journal*, 18(18) :7499–7504, 2018.
- [8] C Jimenez-Durango, Erick Reyes-Vera, J Úsuga-Restrepo, J Montoya-Cardona, John F Restrepo, N Gómez-Cardona, B Huertas-Herrera, and M Varón. A novel interferometric sensor based on a dual-core transversally chirped microstructured optical fiber for measuring glucose concentration. In *2018 International Conference on Electromagnetics in Advanced Applications (ICEAA)*, pages 531–534. IEEE, 2018.
- [9] Pauline John, Nilesh J Vasa, and N Sujatha. Glucose sensing in the anterior chamber of the human eye model using supercontinuum source based dual wavelength low coherence interferometry. *Sensing and Bio-Sensing Research*, 23 :100277, 2019.
- [10] Zhen Zhang, Derek Schwanz, Badri Narayanan, Michele Kotiuga, Joseph A Dura, Mathew Cherukara, Hua Zhou, John W Freeland, Jiarui Li, Ronny Sutarto, et al.

-
- Perovskite nickelates as electric-field sensors in salt water. *Nature*, 553(7686) :68–72, 2018.
- [11] Fahimeh Tahernejad-Javazmi, Mehdi Shabani-Nooshabadi, and Hassan Karimi-Maleh. 3d reduced graphene oxide/feni3-ionic liquid nanocomposite modified sensor ; an electrical synergic effect for development of tert-butylhydroquinone and folic acid sensor. *Composites Part B : Engineering*, 172 :666–670, 2019.
- [12] Sen Qiu, Zhelong Wang, Hongyu Zhao, Kairong Qin, Zhenglin Li, and Huosheng Hu. Inertial/magnetic sensors based pedestrian dead reckoning by means of multi-sensor fusion. *Information Fusion*, 39 :108–119, 2018.
- [13] Chung Ming Leung, Jiefang Li, D Viehland, and X Zhuang. A review on applications of magnetoelectric composites : from heterostructural uncooled magnetic sensors, energy harvesters to highly efficient power converters. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 51(26) :263002, 2018.
- [14] Alfredo Güemes, Antonio Fernández-López, Patricia F Díaz-Maroto, Angel Lozano, and Julian Sierra-Perez. Structural health monitoring in composite structures by fiber-optic sensors. *Sensors*, 18(4) :1094, 2018.
- [15] Yi Bao, Ying Huang, Matthew S Hoehler, and Genda Chen. Review of fiber optic sensors for structural fire engineering. *Sensors*, 19(4) :877, 2019.
- [16] JAB Gripp and DA Rade. Vibration and noise control using shunted piezoelectric transducers : A review. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 112 :359–383, 2018.
- [17] Kevin Brenner, Arif Sanli Ergun, Kamyar Firouzi, Morten Fischer Rasmussen, Quintin Stedman, and Butrus Pierre Khuri-Yakub. Advances in capacitive micromachined ultrasonic transducers. *Micromachines*, 10(2) :152, 2019.
- [18] K Rohana Wijewardhana, Thilini K Ekanayaka, EN Jayaweera, Amir Shahzad, and Jang-Kun Song. Integration of multiple bubble motion active transducers for improving energy-harvesting efficiency. *Energy*, 160 :648–653, 2018.
- [19] J Silvio Gutkind and Evi Kostenis. Arrestins as rheostats of gpcr signalling. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 19(10) :615–616, 2018.
- [20] Chan-Yuan Tan and Yao-Xiong Huang. Dependence of refractive index on concentration and temperature in electrolyte solution, polar solution, nonpolar solution, and protein solution. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 60(10) :2827–2833, 2015.
- [21] David A Armbruster and Terry Pry. Limit of blank, limit of detection and limit of quantitation. *The clinical biochemist reviews*, 29(Suppl 1) :S49, 2008.
- [22] Measurement and uncertainty analysis guide. <https://physics.unc.edu/wp-content/uploads/sites/218/2018/07/Measurement-and-Uncertainty-Techniques.pdf>. Consulté le 13/10/2021.
- [23] What are biosensors? <https://www.news-medical.net/health/What-are-Biosensors.aspx>. Consulté le 13/10/2021.
- [24] Keiki-Pua S Dancil, Douglas P Greiner, and Michael J Sailor. A porous silicon optical biosensor : detection of reversible binding of igg to a protein a-modified surface. *Journal of the American Chemical Society*, 121(34) :7925–7930, 1999.
-

-
- [25] Saakshi Dhanekar and Swati Jain. Porous silicon biosensor : Current status. *Bio-sensors and bioelectronics*, 41 :54–64, 2013.
- [26] Bo Liedberg, Claes Nylander, and Ingemar Lundström. Surface plasmon resonance for gas detection and biosensing. *Sensors and actuators*, 4 :299–304, 1983.
- [27] Wenbo Wu, Zhiling Zhu, Bingjie Li, Zhuqing Liu, Lili Jia, Limin Zuo, Long Chen, Zhentai Zhu, Guangzhi Shan, and Shi-Zhong Luo. A direct determination of afbs in vinegar by aptamer-based surface plasmon resonance biosensor. *Toxicon*, 146 :24–30, 2018.
- [28] Jiří Homola. Surface plasmon resonance sensors for detection of chemical and biological species. *Chemical reviews*, 108(2) :462–493, 2008.
- [29] Marek Piliarik and Jiří Homola. Surface plasmon resonance (spr) sensors : approaching their limits? *Optics express*, 17(19) :16505–16517, 2009.
- [30] Firoz Haider, Rifat Ahmmed Aoni, Rajib Ahmed, and Andrey E Miroshnichenko. Highly amplitude-sensitive photonic-crystal-fiber-based plasmonic sensor. *JOSA B*, 35(11) :2816–2821, 2018.
- [31] Luigi Zeni, Chiara Perri, Nunzio Cennamo, Francesco Arcadio, Girolamo D’Agostino, Mario Salmona, Marten Beeg, and Marco Gobbi. A portable optical-fibre-based surface plasmon resonance biosensor for the detection of therapeutic antibodies in human serum. *Scientific reports*, 10(1) :1–9, 2020.
- [32] F Wu, PA Thomas, VG Kravets, HO Arola, M Soikkeli, K Iljin, G Kim, M Kim, HS Shin, DV Andreeva, et al. Layered material platform for surface plasmon resonance biosensing. *Scientific reports*, 9(1) :1–10, 2019.
- [33] Qi Wang and Bo-Tao Wang. Surface plasmon resonance biosensor based on graphene oxide/silver coated polymer cladding silica fiber. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 275 :332–338, 2018.
- [34] Martin Fleischmann, Patrick J Hendra, and A James McQuillan. Raman spectra of pyridine adsorbed at a silver electrode. *Chemical physics letters*, 26(2) :163–166, 1974.
- [35] Zhen-yu Wang, Wei Li, Zheng Gong, Pei-rong Sun, Tong Zhou, and Xiao-wei Cao. Detection of il-8 in human serum using surface-enhanced raman scattering coupled with highly-branched gold nanoparticles and gold nanocages. *New Journal of Chemistry*, 43(4) :1733–1742, 2019.
- [36] Min Hou, Dinggeng He, Hongchang Bu, HuiZhen Wang, Jin Huang, Jinqing Gu, Ri Wu, Hung-Wing Li, Xiaoxiao He, and Kemin Wang. Sandwich-type surface-enhanced raman scattering sensor using dual aptamers and gold nanoparticles for the detection of tumor extracellular vesicles. *Analyst*, 2020.
- [37] Peng Zheng, Sujana Kasani, Xiaofei Shi, Ashley E Boryczka, Feng Yang, Haibin Tang, Ming Li, Wanhong Zheng, Daniel E Elswick, and Nianqiang Wu. Detection of nitrite with a surface-enhanced raman scattering sensor based on silver nanopyramid array. *Analytica chimica acta*, 1040 :158–165, 2018.
- [38] Lin Yang, Shu Jun Zhen, Yuan Fang Li, and Cheng Zhi Huang. Silver nanoparticles deposited on graphene oxide for ultrasensitive surface-enhanced raman scattering immunoassay of cancer biomarker. *Nanoscale*, 10(25) :11942–11947, 2018.
-

-
- [39] Awatef Ouhibi, Amal Raouafi, Nathalie Lorrain, Mohammed Guendouz, Nouredine Raouafi, and Adel Moadhen. Functionalized sers substrate based on silicon nanowires for rapid detection of prostate specific antigen. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 330 :129352, 2021.
- [40] Jiajia Wang, Zhenhong Jia, and Changwu Lv. Enhanced raman scattering in porous silicon grating. *Optics express*, 26(6) :6507–6518, 2018.
- [41] Marko Škrabić, Marin Kosović, Marijan Gotić, Lara Mikac, Mile Ivanda, and Ozren Gamulin. Near-infrared surface-enhanced raman scattering on silver-coated porous silicon photonic crystals. *Nanomaterials*, 9(3) :421, 2019.
- [42] Daohan Ge, Jinxiu Wei, Jie Ding, Jin Zhang, Chao Ma, Minchang Wang, Liqiang Zhang, and Shining Zhu. Silver nano-dendrite-plated porous silicon substrates formed by single-step electrochemical synthesis for surface-enhanced raman scattering. *ACS Applied Nano Materials*, 3(3) :3011–3018, 2020.
- [43] Giancarlo C Righini and Silvia Soria. Biosensing by wgm microspherical resonators. *Sensors*, 16(6) :905, 2016.
- [44] Arun Kumar Mallik, Gerald Farrell, Dejun Liu, Vishnu Kavungal, Qiang Wu, and Yuliya Semenova. Silica gel coated spherical micro resonator for ultra-high sensitivity detection of ammonia gas concentration in air. *Scientific reports*, 8(1) :1–10, 2018.
- [45] Hanyang Li, Bo Sun, Yonggui Yuan, and Jun Yang. Guanidine derivative polymer coated microbubble resonator for high sensitivity detection of co 2 gas concentration. *Optics express*, 27(3) :1991–2000, 2019.
- [46] Albrecht Brandenburg and R Henninger. Integrated optical young interferometer. *Applied optics*, 33(25) :5941–5947, 1994.
- [47] Albrecht Brandenburg, Ralf Krauter, Christa Künzel, Monika Stefan, and Heinrich Schulte. Interferometric sensor for detection of surface-bound bioreactions. *Applied Optics*, 39(34) :6396–6405, 2000.
- [48] Katrin Schmitt, Bernd Schirmer, Christian Hoffmann, Albrecht Brandenburg, and Patrick Meyrueis. Interferometric biosensor based on planar optical waveguide sensor chips for label-free detection of surface bound bioreactions. *Biosensors and Bioelectronics*, 22(11) :2591–2597, 2007.
- [49] M Wang, Jussi Hiltunen, Christina Liedert, Leena Hakalahti, and R Myllylä. An integrated young interferometer based on uv-imprinted polymer waveguides for label-free biosensing applications. *Journal of the European Optical Society-Rapid publications*, 7, 2012.
- [50] Wei Ru Wong and Pierre Berini. Integrated multichannel young’s interferometer sensor based on long-range surface plasmon waveguides. *Optics express*, 27(18) :25470–25484, 2019.
- [51] Ana R Bastos, Carlos Vicente, Rui Oliveira-Silva, Nuno JO Silva, Marta Tacão, João P da Costa, Mário Lima, Paulo S André, and Rute AS Ferreira. Integrated optical mach-zehnder interferometer based on organic-inorganic hybrids for photonics-on-a-chip biosensing applications. *Sensors*, 18(3) :840, 2018.
- [52] Tatevik Chalyan, Romain Guider, Laura Pasquardini, Manuela Zanetti, Floris Falke, Erik Schreuder, Rene G Heideman, Cecilia Pederzoli, and Lorenzo Pavesi. Asym-
-

-
- metric mach–zehnder interferometer based biosensors for aflatoxin m1 detection. *Biosensors*, 6(1) :1, 2016.
- [53] Zhengyong Li, Changrui Liao, Danni Chen, Jun Song, Wei Jin, Gang-Ding Peng, Feng Zhu, Ying Wang, Jun He, and Yiping Wang. Label-free detection of bovine serum albumin based on an in-fiber mach-zehnder interferometric biosensor. *Optics express*, 25(15) :17105–17113, 2017.
- [54] Mohammed Sharif Murib, Daan Martens, and Peter Bienstman. Label-free real-time optical monitoring of dna hybridization using sin mach–zehnder interferometer-based integrated biosensing platform. *Journal of Biomedical Optics*, 23(12) :127002, 2018.
- [55] Tatevik Chalyan, Cristina Potrich, Erik Schreuder, Floris Falke, Laura Pasquardini, Cecilia Pederzoli, Rene Heideman, and Lorenzo Pavesi. Aflatoxin m1 detection in milk by fab’functionalized si3n4 asymmetric mach–zehnder interferometric biosensors. *Toxins*, 11(7) :409, 2019.
- [56] Eli Yablonovitch. Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics. *Physical review letters*, 58(20) :2059, 1987.
- [57] Harikesavan Thenmozhi, MuruganSenthil Mani Rajan, Veluchamy Devika, Dhasarathan Vigneswaran, and Natesan Ayyanar. D-glucose sensor using photonic crystal fiber. *Optik*, 145 :489–494, 2017.
- [58] Ayyanar Natesan, Kuppusamy Peramandai Govindasamy, Thavasi Raja Gopal, Vigneswaran Dhasarathan, and Arafa Hussein Aly. Tricore photonic crystal fibre based refractive index sensor for glucose detection. *IET Optoelectronics*, 13(3) :118–123, 2018.
- [59] Vladimir P Minkovich and Alexander B Sotsky. Tapered photonic crystal fibers coated with ultra-thin films for highly sensitive bio-chemical sensing. *Journal of the European Optical Society-Rapid Publications*, 15(1) :7, 2019.
- [60] Ghulam Murtaza, Aysha Sarfraz Rizvi, Muhammad Irfan, Dan Yan, Rizwan Ullah Khan, Bushra Rafique, Min Xue, Zi Hui Meng, and Feng Qu. Glycated albumin based photonic crystal sensors for detection of lipopolysaccharides and discrimination of gram-negative bacteria. *Analytica chimica acta*, 1117 :1–8, 2020.
- [61] Caterina Ciminelli, Clarissa Martina Campanella, Francesco Dell’Olio, Carlo Edoardo Campanella, and Mario Nicola Armenise. Label-free optical resonant sensors for biochemical applications. *Progress in Quantum Electronics*, 37(2) :51–107, 2013.
- [62] Rozalia Orghici, Peter Lützow, Jörg Burgmeier, Jan Koch, Helmut Heidrich, Wolfgang Schade, Nina Welschoff, and Siegfried Waldvogel. A microring resonator sensor for sensitive detection of 1, 3, 5-trinitrotoluene (tnt). *Sensors*, 10(7) :6788–6795, 2010.
- [63] Huaxiang Yi, David S Citrin, and Zhiping Zhou. Highly sensitive athermal optical microring sensor based on intensity detection. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 47(3) :354–358, 2011.
- [64] SF Wondimu, M Hippler, C Hussal, A Hofmann, S Krämmer, J Lahann, H Kalt, W Freude, and C Koos. Robust label-free biosensing using microdisk laser arrays with on-chip references. *Optics express*, 26(3) :3161–3173, 2018.
-

-
- [65] Michiel De Goede, Lantian Chang, Jinfeng Mu, Meindert Dijkstra, Raquel Obregón, Elena Martínez, Laura Padilla, Francesc Mitjans, and Sonia M Garcia-Blanco. Al 2 o 3 : Yb 3+ integrated microdisk laser label-free biosensor. *Optics letters*, 44(24) :5937–5940, 2019.
- [66] Yeseul Kim and Hansuek Lee. On-chip label-free biosensing based on active whispering gallery mode resonators pumped by a light-emitting diode. *Optics express*, 27(23) :34405–34415, 2019.
- [67] Emmanuelle Peter. *Couplage fort exciton-photon pour une boîte quantique de GaAs en microdisque*. PhD thesis, Université Paris Sud-Paris XI, 2006.
- [68] Pauline Girault, Paul Azuelos, Nathalie Lorrain, Luiz Poffo, Jonathan Lemaitre, Parastesh Pirasteh, Isabelle Hardy, Monique Thual, Mohammed Guendouz, and Joël Charrier. Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application. *Optical Materials*, 72 :596–601, 2017.
- [69] Yong Liu, Yang Li, Mingyu Li, and Jian-Jun He. High-sensitivity and wide-range optical sensor based on three cascaded ring resonators. *Optics Express*, 25(2) :972–978, 2017.
- [70] David Chauvin, Jérémy Bell, Isabelle Leray, Isabelle Ledoux-Rak, and Chi Thanh Nguyen. Label-free optofluidic sensor based on polymeric microresonator for the detection of cadmium ions in tap water. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 280 :77–85, 2019.
- [71] Xin Tu, Sung-Liang Chen, Chaolong Song, Tianye Huang, and L Jay Guo. Ultra-high q polymer microring resonators for biosensing applications. *IEEE Photonics Journal*, 11(2) :1–10, 2019.
- [72] Paul Azuelos, Pauline Girault, Nathalie Lorrain, Luiz Poffo, Mohammed Guendouz, Monique Thual, Jonathan Lemaitre, Parastesh Pirasteh, Isabelle Hardy, and Joël Charrier. High sensitivity optical biosensor based on polymer materials and using the vernier effect. *Optics Express*, 25(24) :30799–30806, 2017.
- [73] Soichiro Yoshida, Shintaro Ishihara, Taro Arakawa, and Yasuo Kokubun. Highly sensitive optical biosensor based on silicon-microring-resonator-loaded mach-zehnder interferometer. *Japanese Journal of Applied Physics*, 56(4S) :04CH08, 2017.
- [74] CY Zhao, JX Liao, and L Zhang. Vernier effect of cascaded dual microring sensor. *Pramana*, 91(6) :81, 2018.
- [75] Sébastien Reymond-Laruinaz. *Biomolécules et systèmes nanostructurés : Caractérisation par spectrométrie Raman exaltée de surface (SERS)*. PhD thesis, Université de Bourgogne, 2014.
- [76] Paul Azuelos, Nathalie Lorrain, M Guendouz, Parastesh Pirasteh, Jonathan Lemaitre, Isabelle Hardy, Joël Charrier, and Monique Thual. Toward hybrid polymer-porous silicon waveguides for vernier-effect optical biosensors. 2018.
- [77] Donald L Lee. *Electromagnetic principles of integrated optics*. Wiley, 1986.
- [78] AW Snyder and JD Love. Optical waveguide theory chapman and hall. *New York*, page 66, 1983.
- [79] Bahaa EA Saleh and Malvin Carl Teich. *Fundamentals of photonics*. John Wiley & Sons, 2019.
-

-
- [80] Arman B Fallahkhair, Kai S Li, and Thomas E Murphy. Vector finite difference modesolver for anisotropic dielectric waveguides. *Journal of Lightwave Technology*, 26(11) :1423–1431, 2008.
- [81] Clifford R Pollock and Michal Lipson. *Integrated photonics*, volume 20. Springer, 2003.
- [82] Masatoshi Saruwatari and Kiyoshi Nawata. Semiconductor laser to single-mode fiber coupler. *Applied Optics*, 18(11) :1847–1856, 1979.
- [83] Herwig Kogelnik. Coupling and conversion coefficients for optical modes. In *Microwave Research Institute Symposia Series*, volume 14, pages 333–347. Polytechnic Press, 1964.
- [84] Robert K Winn and Jay H Harris. Coupling from multimode to single-mode linear waveguides using horn-shaped structures. *IEEE Transactions on Microwave theory and Techniques*, 23(1) :92–97, 1975.
- [85] Dietrich Marcuse. *Theory of dielectric optical waveguides*. Elsevier, 2013.
- [86] Frank Sporleder and Hans-Georg Unger. *Waveguide tapers, transitions, and couplers*. Number 6. P. Peregrinus, 1979.
- [87] J Van Roey, J Van der Donk, and PE Lagasse. Beam-propagation method : analysis and assessment. *Josa*, 71(7) :803–810, 1981.
- [88] Enrique AJ Marcatili. Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics. *Bell System Technical Journal*, 48(7) :2071–2102, 1969.
- [89] SE Miller. Coupled wave theory and waveguide applications. *Bell System Technical Journal*, 33(3) :661–719, 1954.
- [90] WR McKinnon, D-X Xu, C Storey, E Post, A Densmore, A Del age, P Waldron, JH Schmid, and S Janz. Extracting coupling and loss coefficients from a ring resonator. *Optics express*, 17(21) :18971–18982, 2009.
- [91] Robert G Hunsperger. *Integrated optics*, volume 4. Springer, 1995.
- [92] P. Pirasteh. *Etude de guides d’onde en mat riaux nanocomposites   base de silicium poreux*. PhD thesis, Universit  de Rennes 1, 2005.
- [93] Patrick Ferrand and R Romestain. Optical losses in porous silicon waveguides in the near-infrared : Effects of scattering. *Applied Physics Letters*, 77(22) :3535–3537, 2000.
- [94] F Ladouceur, JD Love, and TJ Senden. Effect of side wall roughness in buried channel waveguides. *IEE Proceedings-Optoelectronics*, 141(4) :242–248, 1994.
- [95] PK v Tien. Light waves in thin films and integrated optics. *Applied optics*, 10(11) :2395–2413, 1971.
- [96] Eugene Hecht. Optics 2nd edition. *Optics 2nd edition by Eugene Hecht Reading*, 1987.
- [97] Amnon Yariv. Universal relations for coupling of optical power between microresonators and dielectric waveguides. *Electronics letters*, 36(4) :321–322, 2000.
- [98] Wim Bogaerts, Peter De Heyn, Thomas Van Vaerenbergh, Katrien De Vos, Shankar Kumar Selvaraja, Tom Claes, Pieter Dumon, Peter Bienstman, Dries Van Thourhout, and Roel Baets. Silicon microring resonators. *Laser & Photonics Reviews*, 6(1) :47–73, 2012.
-

-
- [99] Carole Arnaud. *Étude de fonctions actives et/ou passives à base de micro-résonateurs à modes de galerie*. PhD thesis, Université Rennes 1, 2004.
- [100] Yao Chen, Zhengyu Li, Huaxiang Yi, Zhiping Zhou, and Jun Yu. Microring resonator for glucose sensing applications. *Frontiers of Optoelectronics in China*, 2(3) :304–307, 2009.
- [101] Chung-Yen Chao, Wayne Fung, and L Jay Guo. Polymer microring resonators for biochemical sensing applications. *IEEE journal of selected topics in quantum electronics*, 12(1) :134–142, 2006.
- [102] Chung-Yen Chao. *Polymer microring resonator and its application as a biosensor*. University of Michigan, 2005.
- [103] Camille Delezoide. *Microrésonateurs en anneau polymères pour capteurs optofluidiques à champ évanescent*. PhD thesis, Thèse de doctorat de l’ENS Cachan, soutenue en décembre, 2012.
- [104] A Uhlir Jr. Electrolytic shaping of germanium and silicon. *Bell System Technical Journal*, 35(2) :333–347, 1956.
- [105] Dennis R Turner. Electropolishing silicon in hydrofluoric acid solutions. *Journal of the electrochemical Society*, 105(7) :402, 1958.
- [106] Leigh T Canham. Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers. *Applied physics letters*, 57(10) :1046–1048, 1990.
- [107] AG Cullis, LT Canham, and PDJ Calcott. The structural and luminescence properties of porous silicon. *Journal of applied physics*, 82(3) :909–965, 1997.
- [108] LT Canham, TI Cox, A Loni, and AJ Simons. Progress towards silicon optoelectronics using porous silicon technology. *Applied surface science*, 102 :436–441, 1996.
- [109] A Loni, LT Canham, MG Berger, R Arens-Fischer, H Munder, H Luth, HF Arrand, and TM Benson. Porous silicon multilayer optical waveguides. *Thin solid films*, 276(1-2) :143–146, 1996.
- [110] Farid A Harraz. Porous silicon chemical sensors and biosensors : A review. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 202 :897–912, 2014.
- [111] Pauline Girault. *Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs*. PhD thesis, Université Rennes 1, 2016.
- [112] XG Zhang, SD Collins, and RL Smith. Porous silicon formation and electropolishing of silicon by anodic polarization in hf solution. *Journal of the electrochemical society*, 136(5) :1561, 1989.
- [113] Gregory X Zhang. Porous silicon : morphology and formation mechanisms. In *Modern aspects of electrochemistry*, pages 65–133. Springer, 2006.
- [114] G Léron del, R Romestain, and S Barret. Roughness of the porous silicon dissolution interface. *Journal of applied physics*, 81(9) :6171–6178, 1997.
- [115] Joël Charrier. *Contribution à l’étude de guides optiques enterrés en silicium poreux*. PhD thesis, Rennes 1, 2000.
- [116] SM Prokes. Light emission in thermally oxidized porous silicon : evidence for oxide-related luminescence. *Applied physics letters*, 62(25) :3244–3246, 1993.
- [117] R Herino, A Perio, K Barla, and G Bomchil. Microstructure of porous silicon and its evolution with temperature. *Materials Letters*, 2(6) :519–523, 1984.
-

-
- [118] P Gupta, VL Colvin, and SM George. Hydrogen desorption kinetics from monohydride and dihydride species on silicon surfaces. *Physical Review B*, 37(14) :8234, 1988.
- [119] G Bomchil, A Halimaoui, and R Herino. Porous silicon : the material and its applications to soi technologies. *Microelectronic Engineering*, 8(3-4) :293–310, 1988.
- [120] EV Astrova and VA Tolmachev. Effective refractive index and composition of oxidized porous silicon films. *Materials Science and Engineering : B*, 69 :142–148, 2000.
- [121] Balint Fodor, Emil Agocs, Benjamin Bardet, Thomas Defforge, Frederic Cayrel, Daniel Alquier, Miklos Fried, Gael Gautier, and Peter Petrik. Porosity and thickness characterization of porous si and oxidized porous si layers—an ultraviolet–visible–mid infrared ellipsometry study. *Microporous and Mesoporous Materials*, 227 :112–120, 2016.
- [122] Von DAG Bruggeman. Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen. i. dielektrizitätskonstanten und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen. *Annalen der physik*, 416(7) :636–664, 1935.
- [123] Nathalie Lorrain, Mohamed Hiraoui, Mohammed Guendouz, and Lazhar Haji. Functionalization control of porous silicon optical structures using reflectance spectra modeling for biosensing applications. *Materials Science and Engineering : B*, 176(14) :1047–1053, 2011.
- [124] Mohamed Hiraoui, Lazhar Haji, Mohammed Guendouz, Nathalie Lorrain, A Moadhen, and Mehrezi Oueslati. Towards a biosensor based on anti resonant reflecting optical waveguide fabricated from porous silicon. *Biosensors and Bioelectronics*, 36(1) :212–216, 2012.
- [125] David E Aspnes. Optical properties of thin films. *Thin solid films*, 89(3) :249–262, 1982.
- [126] C Mazzoleni and L Pavesi. Application to optical components of dielectric porous silicon multilayers. *Applied Physics Letters*, 67(20) :2983–2985, 1995.
- [127] A Halimaoui. Determination of the specific surface area of porous silicon from its etch rate in hf solutions. *Surface science*, 306(1-2) :L550–L554, 1994.
- [128] A Halimaoui. Porous silicon : material processing, properties and applications. In *Porous silicon science and technology*, pages 33–52. Springer, 1995.
- [129] Paul Azuelos. *Développement de biocapteurs en optique intégrée*. PhD thesis, Rennes 1, 2018.
- [130] A Sv Sudbo. Film mode matching : a versatile numerical method for vector mode field calculations in dielectric waveguides. *Pure and Applied Optics-Journal of the European Optical Society Part A*, 3(3) :413–414, 1994.
- [131] Calvin D Salzberg and John J Villa. Infrared refractive indexes of silicon germanium and modified selenium glass. *JOSA*, 47(3) :244–246, 1957.
- [132] Berge Tatian. Fitting refractive-index data with the sellmeier dispersion formula. *Applied optics*, 23(24) :4477–4485, 1984.
- [133] Ampere A Tseng, Kuan Chen, Chii D Chen, and Kung J Ma. Electron beam lithography in nanoscale fabrication : Recent development. *IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRONICS PACKAGING MANUFACTURING*, 26(2) :141, 2003.
-

-
- [134] Nathalie Lorrain, Parastesh Pirasteh, Pauline Girault, Paul Azuelos, Jonathan Lemaitre, Mohammed Guendouz, Isabelle Hardy, Monique Thual, and Joël Charrier. Submicron gap reduction of micro-resonator based on porous silica ridge waveguides manufactured by standard photolithographic process. *Optical Materials*, 88 :210–217, 2019.
- [135] Daisuke Kato. Light coupling from a stripe-geometry gas diode laser into an optical fiber with spherical end. *Journal of Applied Physics*, 44(6) :2756–2758, 1973.
- [136] Monique Thual, Gautier Moreau, Julien Ribette, Philippe Rochard, Michel Gadonna, and Jean-Claude Simon. Micro-lens on polarization maintaining fibre for coupling with 1.55 μm quantum dot devices. *Optics communications*, 255(4-6) :278–285, 2005.
- [137] Joël Charrier, Yannick Dumeige, Parastesh Pirasteh, and Michel Gadonna. Effect of interface roughness and polarisation on the optical losses of porous silicon-based waveguides. *Micro & Nano Letters*, 7(3) :275–278, 2012.
- [138] Parastesh Pirasteh, Joël Charrier, Yannick Dumeige, Séverine Haesaert, and Pierre Joubert. Optical loss study of porous silicon and oxidized porous silicon planar waveguides. *Journal of Applied Physics*, 101(8) :083110, 2007.
- [139] Pauline Girault, Nathalie Lorrain, Jonathan Lemaitre, Luiz Poffo, Mohammed Guendouz, Isabelle Hardy, Michel Gadonna, Aldo Gutierrez, Loïc Bodiou, and Joël Charrier. Racetrack micro-resonators based on ridge waveguides made of porous silica. *Optical Materials*, 50 :167–174, 2015.
- [140] Paul Azuelos, Pauline Girault, Nathalie Lorrain, Yannick Dumeige, Loïc Bodiou, Luiz Poffo, Mohammed Guendouz, Monique Thual, and Joel Charrier. Optimization of porous silicon waveguide design for micro-ring resonator sensing applications. *Journal of Optics*, 20(8) :085301, 2018.
- [141] Jan Niehusmann, Andreas Vörckel, Peter Haring Bolivar, Thorsten Wahlbrink, Wolfgang Henschel, and Heinrich Kurz. Ultrahigh-quality-factor silicon-on-insulator microring resonator. *Optics letters*, 29(24) :2861–2863, 2004.
- [142] O Meskini, Adnane Abdelghani, A Tlili, R Mgaïeth, Nicole Jaffrezic-Renault, and Claude Martelet. Porous silicon as functionalized material for immunosensor application. *Talanta*, 71(3) :1430–1433, 2007.
- [143] Dirk G Kurth and Thomas Bein. Thin films of (3-aminopropyl) triethoxysilane on aluminum oxide and gold substrates. *Langmuir*, 11(8) :3061–3067, 1995.
- [144] A Tlili, M Ali Jarboui, A Abdelghani, DM Fathallah, and MA Maaref. A novel silicon nitride biosensor for specific antibody–antigen interaction. *Materials Science and Engineering : C*, 25(4) :490–495, 2005.
- [145] Mark H Lee, David A Brass, Ronit Morris, Russell J Composto, and Paul Ducheynea. The effect of non-specific interactions on cellular adhesion using model surfaces. *Biomaterials*, 26 :1721–1730, 2005.
- [146] Mohamed Dribek. *Étude et réalisation de nanostructures photoniques à base de silicium poreux chimiquement fonctionnalisé en vue d’une application biocapteur*. PhD thesis, Université Rennes 1, 2010.
- [147] Joël Charrier and Mohamed Dribek. Theoretical study of the factor of merit of porous silicon based optical biosensors. *Journal of Applied Physics*, 107(4) :044905, 2010.
-

-
- [148] L Tay, NL Rowell, D Poitras, JW Fraser, DJ Lockwood, and R Boukherroub. Bovine serum albumin adsorption on passivated porous silicon layers. *Canadian journal of chemistry*, 82(10) :1545–1553, 2004.
- [149] Ondrej Krivosudský, Pavel Dráber, and Michal Cifra. Resolving controversy of unusually high refractive index of a tubulin. *EPL (Europhysics Letters)*, 117(3) :38003, 2017.
- [150] F Luis González Flecha and Valeria Levi. Determination of the molecular size of bsa by fluorescence anisotropy. *Biochemistry and molecular biology education*, 31(5) :319–322, 2003.
- [151] Payam Rabiei, William H Steier, Cheng Zhang, and Larry R Dalton. Polymer micro-ring filters and modulators. *Journal of lightwave technology*, 20(11) :1968, 2002.
- [152] Laura M Lechuga. Optical biosensors. *Comprehensive analytical chemistry*, 44 :209–250, 2005.

Publications dans des revues internationales à comité de lecture :

F. Cassio, N. Lorrain, P. Pirasteh, L. Poffo, J. Lemaitre, I. Hardy, M. Guendouz.
“Porosity calibration in a 4-layer porous silicon structure to fabricate a micro-resonator with well-defined refractive indices and dedicated to biosensing applications”
Optical Materials, 110, 110468 (2020).

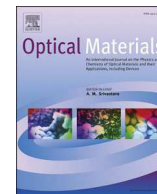
Conférences nationales sans acte :

P. Azuelos, **F. Cassio**, N. Lorrain, P. Pirasteh, J. Lemaitre, L. Poffo, I. Hardy, M. Thual, M. Guendouz, J. Charrier.
« Capteur optique intégré à effet Vernier en polymères »
Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), Paris-Saclay (juillet 2019).

F. Cassio, L. Poffo, N. Lorrain, P. Pirasteh, J. Lemaitre, M. Guendouz.
« Filtrage des modes de polarisation de la lumière dans des guides d’onde ridges passifs en silicium poreux »
Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), Dijon (juillet 2021).

Posters :

F. Cassio, L. Poffo, N. Lorrain, P. Pirasteh, J. Lemaitre, M. Guendouz.
« Filtrage des modes de polarisation de la lumière dans des guides d’onde ridges passifs en silicium poreux »
Congrès optique de la SFO, Dijon (juillet 2021).



Porosity calibration in a 4-layer porous silicon structure to fabricate a micro-resonator with well-defined refractive indices and dedicated to biosensing applications

F. Cassio^a, N. Lorrain^{a,*}, P. Pirasteh^a, L. Poffo^a, J. Lemaitre^a, I. Hardy^{a,b}, M. Guendouz^a

^a Université de Rennes 1, Institut Foton- UMR 6082, F22305, Lannion, France

^b IMT Atlantique, Institut Foton- UMR 6082, F29238, Brest, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Porous silicon
Multilayers
Porosity calibration
Micro-resonator

ABSTRACT

Calibration of the porosity as well as the electrochemical anodization rate in a 4-layer porous silicon (PSi) waveguide structure, including a guiding, a confinement and two technological barrier layers, is studied and validated. The objective is to process using standard photolithography a 4-layer PSi micro-resonator (MR) that will be butt-coupled with polymer waveguide and used for biosensing applications. The knowledge of the porosity and thus the refractive index of each PSi layer is then crucial to fabricate the hybrid optical component. The presence of the two PSi barrier layers is necessary to prevent the infiltration of polymers or resin during the process but influences the porosity and the anodization rate of both the guiding and the confinement PSi layers. Their porosity is lower than if these layers had been manufactured separately (one layer only) and the anodization rate is on the contrary higher.

Taking into consideration the calibration results to obtain the target thicknesses and refractive indices of the guiding and the confinement PSi layers respectively, a MR based on the 4-layer PSi structure is fabricated. The PSi MR experimental transmission spectrum well corresponds to the simulated one which has been calculated from porosity calibration results and from experimental dimensions of the component measured by scanning electron microscope observations. Finally, a promising theoretical surface sensitivity of 0.06 nm/(pg/mm²) for Bovin Serum Albumin detection with a limit of detection of 0.1 pg/mm² has been calculated for the PSi MR.

1. Introduction

Porous silicon (PSi) is a widely studied material that is used in many applications, particularly in the field of label free biosensors due to its large surface specific area and its biocompatibility [1]. In addition, the adequate functionalization of the surface of the internal pores introduces the ability to specifically detect molecules of interest, which is necessary for early diagnosis of diseases. Due to the electrochemical anodization used process, the porosity and the thickness of the PSi layers are tunable, making it possible to manufacture many components that have been used for biosensing applications [2–4]. Thus, double-layer structures for waveguides [5], interferometers [6,7], optical gratings [8], micro-resonators [9,10] and photonic crystals [11], or multi-layer structures for Bragg mirrors [12,13], micro-cavities [14,15] and rugate filters [16] have been fabricated for biosensing applications in integrated optic.

In the field of integrated optic, micro-resonators (MRs) are certainly the smallest structures to obtain very sensitive sensors with low limit of detection compared to interferometers for example [17]. Most MRs are geared toward classical detection based on refractive index variations where the probed molecules interact with the evanescent wave [17,18]. MRs biosensors based on PSi technology offer an enhancement of the sensitivity and so an improvement of the limit of detection compared to bulk MR biosensors, due to a direct interaction of specific biomolecules grafted on the internal surface of pores and the propagated light [11,19,20].

Waveguides made in PSi have higher optical losses than those made in a bulk material due to their porous nature. In order to reduce the losses in the whole optical biosensor, we planned to implement a hybrid structure by associating the PSi MR transducer with polymer waveguides that will ensure the transmission and recovery of the optical signal with lower optical losses [21,22]. For this aim, the PSi MR will be

* Corresponding author.

E-mail address: nathalie.lorrain@univ-rennes1.fr (N. Lorrain).

<https://doi.org/10.1016/j.optmat.2020.110468>

Received 26 June 2020; Received in revised form 17 September 2020; Accepted 23 September 2020

Available online 16 October 2020

0925-3467/© 2020 Elsevier B.V. All rights reserved.

butt-coupled to the polymer waveguides with the constraint that the refractive index of the PSi guiding layer corresponds to that of the polymer core waveguide. Moreover, to further fabricate this hybrid structure, a 4-layer PSi structure will be needed since guiding and confinement PSi layers will be subjected to a photolithography process inducing a resin deposit and then a polymer deposit. Consequently, both the guiding and the confinement layers have to be protected by a thin PSi barrier layers of low porosity to prevent from polymer or resin infiltration.

In PSi multilayer structures, the porosity and thus the refractive index of the guiding and confinement layers are often deduced from a calibration based on the elaboration and characterization of a single layer by assuming, as a first approximation, that the porosity of a single layer is the same than in a multilayer structure for the same fabrication parameters [5,23–26]. However, some authors mentioned that the so-determined refractive indices and also the anodization rate of PSi layers are modified in presence of a multilayer structure [27]. It was reported that the measured refractive indices and anodization rates were systematically lower for thin and extremely high porous layers in presence of a PSi multilayer structure compared to a thick layer one [28,29].

In this paper, a calibration of the porosity and the anodization rate of the guiding and confinement PSi layers is performed taking into consideration the presence of the thin PSi technological barrier layers. The objective is to define the current densities and anodization times that must be applied to obtain guiding and confinement PSi layers with well-defined refractive indices and thicknesses, in order to be able to manufacture a 4-layer PSi MR. We first present the technological steps to fabricate the MR based on 4-layer PSi ridge waveguides. Then we present the method we have used to determine the porosity and thus the refractive index of each layer. The calibration results are presented and discussed. The 4-PSi layer MR is fabricated and characterized using scanning electron microscope observations and using an optical bench to measure its optical transmission spectrum. Simulations results are presented and compared to the experimental optical characterizations. Finally, as the MR will be used for biosensing applications, a preliminary theoretical study of the surface sensitivity and the limit of detection of the PSi MR for Bovin Serum Albumin (BSA) is presented.

2. Experimental

To fabricate a PSi MR that will be butt-coupled with SU8 polymer waveguide, 4-PSi layers are needed since guiding and confinement PSi layers will be subjected to a photolithography process inducing a resin deposit and then SU8 deposit.

The refractive index of the SU8 polymer core waveguide is 1.57 at 1.55 μm . The refractive index at 1.55 μm of the porous confinement layer of both PSi and SU8 polymer waveguides has been chosen to 1.41 in relation to a previous work [21]. The target thickness of the confinement layer is about 5 μm . The target dimensions of the ridge core

waveguide are a width of 2 μm and a height of 1.7 μm to obtain a single-mode propagation for the TM polarization.

Fig. 1a shows the four consecutive layers of porous silicon prepared by electrochemical anodization of a heavily doped P (100) silicon substrate with a 5 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$ resistivity and using successive applied current densities for specific times. The electrolyte is a mixture of hydrofluoric acid (50%) with ethanol and deionized water in the ratio of 2-2-1 respectively. The room temperature is maintained at 18 $^{\circ}\text{C}$. The first and the third thin barrier layers with low porosities are obtained with a current density of 1 mA/cm^2 . The target thicknesses of the four layers are respectively of 30 nm, 1.7 μm , 50 nm and 5 μm . In the waveguide structure, the first and the third layers do not exceed 50 nm to ensure single-mode waveguide at 1550 nm.

To obtain the 4-layer PSi MR, a thin SiO_2 layer of about 30 nm is deposited on the first PSi barrier layer to further improve the impermeability of the porous structure. We have found that this thin SiO_2 layer directly deposited on the guiding PSi layer do not ensure the role of technological barrier to prevent from infiltration of resin in pores. Then, a positive S1805 photosensitive resin layer is deposited by spin coating on the technological barriers (SiO_2 layer and first PSi layer). Ridge waveguide patterns are then produced under UV exposure through a well-defined chrome mask designed using commercial Olympios software. The sample is immersed in the MF-319 to reveal the ridge PSi waveguide patterns. A trifluoromethane (CHF_3) Inductively Coupled Plasma (ICP) is performed in order to etch the first technological barrier layers and the guiding layer. The etching depth should be controlled to avoid the etching of the second PSi barrier layer. The photosensitive resin and the SiO_2 layers are then removed respectively with an oxygen (O_2) followed by a sulfur hexafluoride (SF_6) Reactive Ion Etching (RIE). The 4-layer PSi MR is then achieved as represented in Fig. 1b.

3. Porosity determination method

In a PSi multilayer structure, it is reported by some authors that the refractive index and the anodization rate of a PSi layer are modified compared to a single PSi layer [27]. In a first approximation, the porosity of a layer in a multilayer structure is generally considered identical to that determined on a single layer. This was particularly the case in our previous studies with a good agreement between simulation and experimental results [14,30] without any use of a technological PSi barrier of low porosity. In our 4-layer PSi structure, we must consider that the refractive index of the guiding and the confinement PSi layers may be affected by the PSi technological barrier layers.

To obtain refractive indices of the PSi guiding and confinement layers of 1.57 and 1.41 respectively, porosities of 69.6% and 76.3% are required. The current densities to be applied to produce these layers with well-defined porosities must be determined by a calibration taking into account the presence of the thin barrier layers.

We consider that changing the current density to perform another

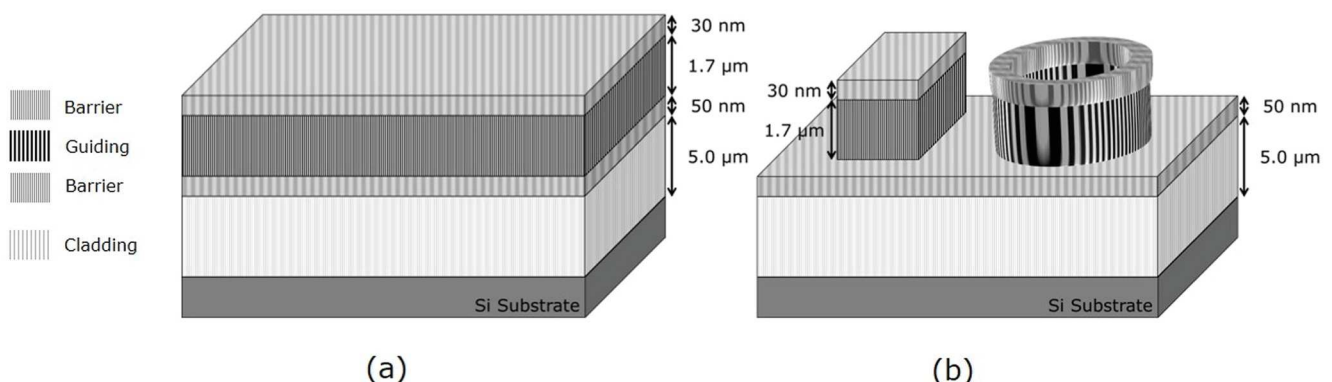


Fig. 1. (a) Schematic representation of the four PSi layers. (b) Schematic representation of the 4-layer PSi MR after a standard photolithographic process.

PSi layer does not affect the characteristics of the PSi layer previously formed because silicon dissolution occurs at the silicon electrolyte interface [31]. But we assume according to literature [28,29] that the porosity of a layer inside a multilayer structure is not the same as in a single layer.

In case of one single PSi layer (without any technological barrier layer) (Fig. 2 and Fig. 3a), the porosity and so the refractive index are determined by a well-established methodology using reflectance measurements and the Bruggeman model [14,32–35]. Reflectivity spectrum of the Air/PSi layer/Si substrate interference system is measured in the range 900–2000 nm using an Ocean Optics HR 400 spectrometer. The method consists in fitting on the experimental spectrum a theoretical spectrum calculated rigorously using a transfer matrix method [34]. The transfer matrix method allows the reflectivity of the layers to be calculated from data including refractive index and layer thickness. The thickness of the PSi layer is determined by scanning electron microscopy (SEM). The refractive index of the layer is calculated using the approximation of Bruggeman [35].

This method is commonly used in porous silicon [36] and can be applied in our case as the pores dimensions of 20–40 nm are smaller than the optical wavelength so that the medium behaves homogeneously. This is an effective model that allows to take into account the different medium constituents and their volume fraction. Applied to a PSi layer, the Bruggeman model relates the porosity P and the refractive indices of air, silicon n_{Si} and n , the effective index of the PSi layer according to following equation (1):

$$P \frac{(1 - n^2(\lambda))}{1 + 2n^2(\lambda)} + (1 - P) \frac{n_{Si}^2(\lambda) - n^2(\lambda)}{n_{Si}^2(\lambda) + 2n^2(\lambda)} = 0 \quad (1)$$

Thus, for a PSi layer, the refractive index dispersion curve is obtained by knowing its porosity. By this method, the theoretical reflectance spectrum is compared to the experimental spectrum of the sample. The calculations are continued, by varying the porosity of the layers, until the two experimental and theoretical curves are fitted. The porosity value of the single PSi layer is then deduced from the best fit between the theoretical and experimental reflectance spectra. An example of an experimental and the adjusted theoretical spectra are reported in Fig. 2a for a single layer; the thickness of the layer is obtained from the SEM cross section measurements (Fig. 2b) with an accuracy of 0.05 μm . The determined porosity of the PSi layer is $71.1 \pm 0.6\%$ for an applied anodization current density of 80 mA/cm^2 . Moreover, we have verified

that the porosity of a 4.75 μm thick-layer is the same as that of a 1.7 μm thick-layer. The porosity of one single layer has been also determined using this method for current densities of 1 mA/cm^2 corresponding to the PSi barrier layers and in the range of 50–110 mA/cm^2 corresponding to the guiding and the confinement PSi layers respectively.

In order to determine the porosities of the guiding and the confinement PSi layers in a 2 or 4-layer PSi structure, we used the following method described in Fig. 3b and 3c which consists in reducing the study to a single-layer.

Precisely, in order to determine the porosity of the guiding layer which follows the first thin barrier layer, a 2-layer structure is prepared by applying $J_1 = 1 \text{ mA}/\text{cm}^2$ for the barrier layer and another one for the guiding layer by applying a current density J_2 in the range of 50–110 mA/cm^2 . Then, a SF_6 RIE etching is performed on the sample to remove the thin barrier layer (Fig. 3b).

In the same way, to determine the porosity of the confinement layer, a 4-layer structure is performed by electrochemical anodization: current densities of $J_1 = 1 \text{ mA}/\text{cm}^2$, $J_2 = 85 \text{ mA}/\text{cm}^2$, $J_3 = 1 \text{ mA}/\text{cm}^2$ and $J_4 = 110\text{--}120 \text{ mA}/\text{cm}^2$ are applied successively.

In addition, in order to better identify the second 50 nm barrier layer both in the SEM images and in the RIE etch tracking, a larger thickness of about 300 nm was chosen for the calibration of the porosity of the confinement layer in the 4-layer structure. Then, a SF_6 RIE etching is performed on the sample to remove the three top layers: the two thin barrier layers and the guiding layer (Fig. 3c).

4. Results and discussions

4.1. Porosity and anodization rate calibrations

The objective is to determine the porosity (P) and also the electrochemical anodization rate (R_a) of a single layer obtained either just after anodization, or after etching of a 2-layer or a 4-layer structure using the method described in part 3 and to compare them. As an example, the results that have been obtained for the current density of 110 mA/cm^2 are reported in Fig. 4 with, in addition, the SEM cross-section observations that have been performed either just after electrochemical anodization (Fig. 4a, b or c) or after etching of the tops of the layers to keep only one single layer in case of the 2-layer (Fig. 4b) or the 4-layer (Fig. 4c) PSi structure.

In Fig. 4a, a beginning of electropolishing of the single PSi layer has

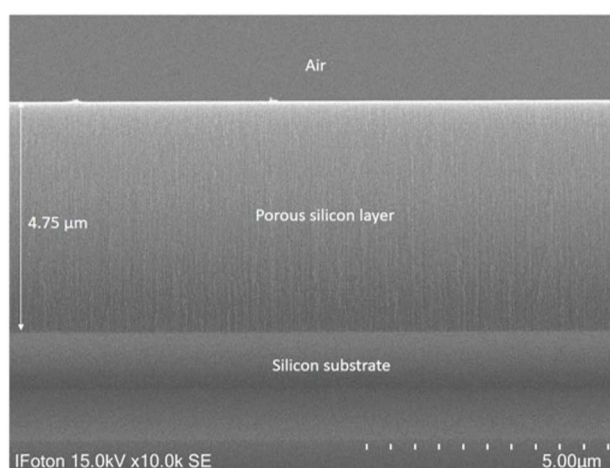
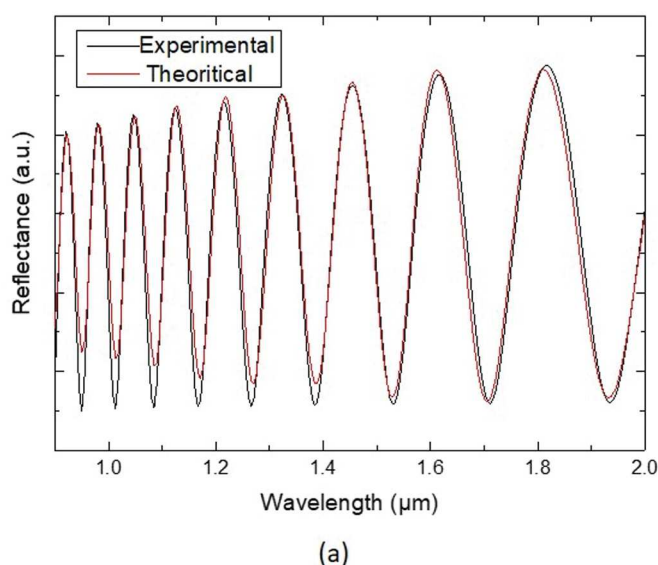


Fig. 2. Example of adjustment of the experimental and calculated spectra (a) for the as prepared porous silicon layer (b). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the Web version of this article.)

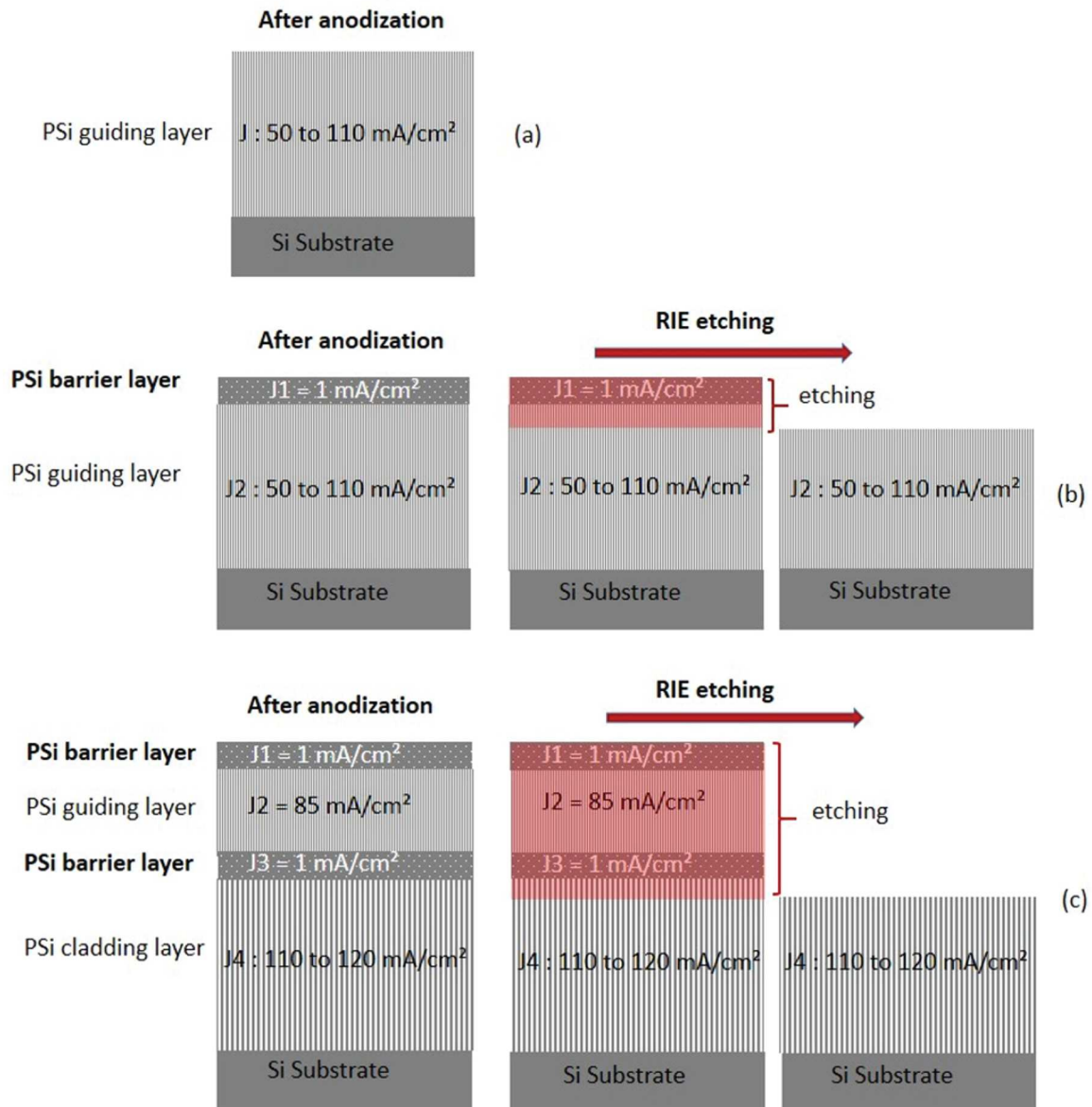


Fig. 3. (a) Study of the porosity of a single PSi layer: schema of the PSi layer corresponding to the guiding layer and prepared by electrochemical anodization by applying a current density J in the range of 50–110 mA/cm². (b) Study of the porosity of the guiding layer: schema of a 2-layer structure with the barrier layer in the top and the guiding layer prepared by electrochemical anodization by applying successively the current densities of $J_1 = 1$ mA/cm² and J_2 in the range of 50–110 mA/cm². Then a SF₆ RIE etching is performed to remove the first thin barrier layer. (c) Study of the porosity of the confinement layer: schema of a 4-layer structure with the barrier layer in the top, the guiding layer, the second barrier layer and the confinement layer prepared by electrochemical anodization by applying successively the current densities of $J_1 = 1$ mA/cm², $J_2 = 85$ mA/cm², $J_3 = 1$ mA/cm² and J_4 in the range of 110–120 mA/cm². Then a SF₆ RIE etching is performed to remove the three top layers in order to get only one layer corresponding to the confinement layer.

been observed. Nevertheless, the porosity P and the anodization rate R_a have been estimated around 80% around 45 nm/s respectively in a non-electro-polished area. In presence of an upper PSi barrier layer, electro-polishing has not been observed: the 2-layer (Fig. 4b) and the 4-layer (Fig. 4c) PSi structures are undamaged.

In the 2-layer PSi structure (Fig. 4b), after a RIE etching of the barrier layer and a part (about 500 nm) of the second layer performed with a current density of $J_2 = 110$ mA/cm², the porosity P_2 has been estimated to $75.5 \pm 1\%$. The 1% uncertainty on porosity is mainly due to the uncertainty on thickness and related to the roughness created during the RIE etching step. The anodization rate of the second layer for $J_2 = 110$ mA/cm² is $R_{a2} = 52.3 \pm 1.2$ nm/s when a first layer with a current density of 1 mA/cm² is performed.

Fig. 4c reports a 4-layer PSi structure that represents the multilayer

structure that is needed to fabricate the micro-resonator, except for the second barrier layer which is thicker in this case for SEM observations and RIE etching tracking. Apart from the first barrier layer which is very thin and not visible on the SEM image, the other three PSi layers are well defined: the guiding layer corresponding to a current density of 85 mA/cm², the second barrier layer of 280 nm and the confinement layer corresponding to a current density of 110 mA/cm². The RIE etching of the three top layers reducing the structure only to the confinement layer to be characterized, provided the determination of a porosity P_4 of $75.7 \pm 0.7\%$. This porosity P_4 is very similar to the porosity P_2 determined in the case presented in Fig. 4b for the same current density of 110 mA/cm². The anodization rate of this confinement layer is $R_{a4} = 51.6 \pm 1.1$ nm/s which is also similar to the R_{a2} in the case of Fig. 4b as the layer just above it is also a barrier layer performed with the same low current

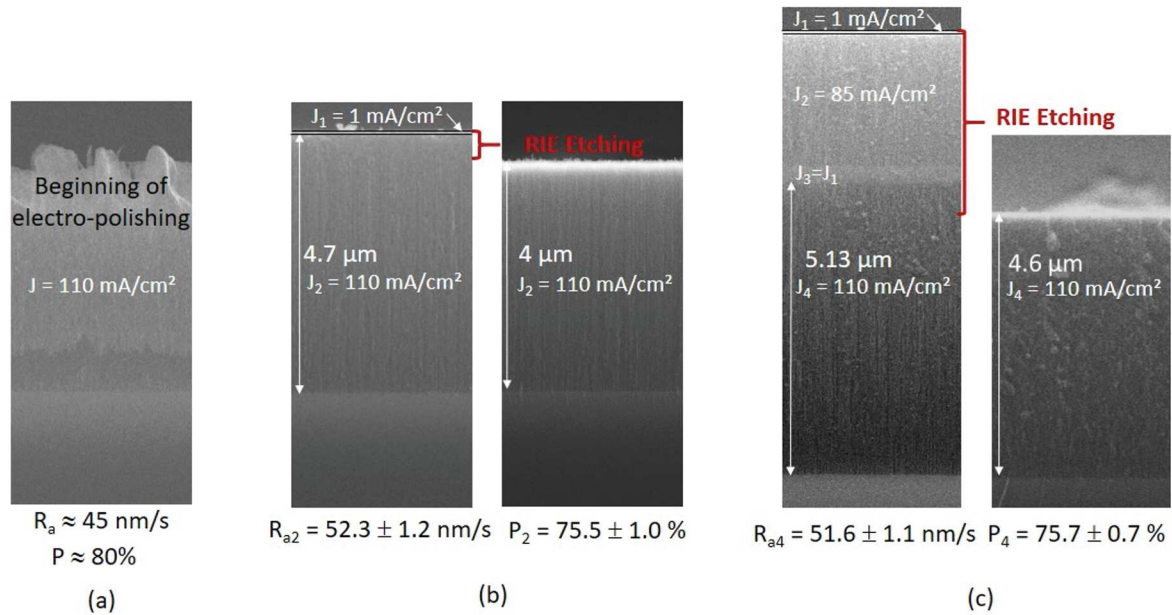


Fig. 4. SEM cross section micrographs of the PSI layers, anodization rate R_a , porosities P estimated by reflectometry adjustment method in a single layer for an applied current density of 110 mA/cm^2 : (a) in one single layer (b) in a 2-layer PSI structure constituted by the barrier layer ($J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$) and the studied guiding layer ($J_2 = 110 \text{ mA/cm}^2$) before and after RIE etching to reduce the structure to a single-layer study to determine the porosity P_2 . (c) In a 4-layer PSI structure constituted by the barrier layer ($J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$), a second layer $J_2 = 85 \text{ mA/cm}^2$, another barrier layer ($J_3 = J_1 = 1 \text{ mA/cm}^2$) and the confinement studied layer ($J_4 = 110 \text{ mA/cm}^2$) before and after RIE etching to reduce the structure to a single-layer study to determine the porosity P_4 .

density of 1 mA/cm^2 .

These first results confirm that in a PSI multilayer system, there is an influence of the previous formed low porous layer on the anodization rate and on the porosity of the following layer. Indeed, the porosity of the PSI single layer performed with a current density of 110 mA/cm^2 is higher than that performed with the presence of a thin top PSI barrier. The porosity and the anodization rate of the layer seem to only depend on the structural characteristics of the previously formed PSI layer because the porosity and the anodization rate are very similar in the cases of Fig. 4b and 4c for which the layer just above the studied one is a barrier layer performed with the current density of 1 mA/cm^2 .

Taking into account these results, the influence of the presence of a thin top barrier layer on the anodization rate and the porosity of the considered PSI layer has been studied for other current densities over 50 mA/cm^2 and up to electro-polishing. Fig. 5 compares anodization rate (Fig. 5a) and porosity (Fig. 5b) plotted as a function of the current density of the studied layer for three cases. In case A, the studied structure is a single PSI layer manufactured with a current density in the range of $50\text{--}100 \text{ mA/cm}^2$, without any barrier layer. Case B represents a 2-layer PSI structure constituted of the thin barrier and the studied guiding PSI layer performed with a current density in the range of $50\text{--}110 \text{ mA/cm}^2$. Case C concerns the 4-layer PSI waveguide structure constituted of the first barrier layer, the guiding layer prepared with a current density of 85 mA/cm^2 , another thin PSI barrier and the studied confinement PSI layer prepared with a current density in the range of $110\text{--}120 \text{ mA/cm}^2$.

Fig. 5a shows that for a current density of 50 mA/cm^2 , the anodization rate is substantially the same for the cases A and B. Then, the difference in anodization rate between the two cases A and B increases even more with the current density applied. A previously formed barrier layer increases the anodization rate of the porous layer under study.

As already observed in Fig. 4a, electropolishing phenomenon occurs on a single layer using current densities up to 110 mA/cm^2 (case A). It is not observed for the layer performed with the same current density of 110 mA/cm^2 in a 2-layer PSI structure (case B) or in a 4-layer PSI structure (case C) for which electropolishing occurs for higher current densities up to 120 mA/cm^2 .

The porosity calibration curve presented in Fig. 5b also shows that the porosity is almost similar for a current density of 50 mA/cm^2 for the cases A and B. But for increasing current densities and in contrast to the anodization rate, porosity gets higher in the single layer (case A) than in the studied layer in cases B or C. The closer the porosity of the studied and the barrier layers are to each other, the more negligible the influence of the previously formed layer, as shown in Fig. 5b. The diffusion of the reactive species responsible for pore formation is all the more limited through the barrier as its porosity is low. The composition of the electrolyte solution, in particular in hydroxide ion (pH), is therefore different in the underlying layers compared to a case without a barrier layer. The concentration of hydroxide ion would be higher in the presence of a barrier layer generating a less porous underlying layer [37,38]. In addition, as already observed in Fig. 4b and c, for the studied current densities, there is no difference in anodization rate and porosity between cases B and C. The characteristics of a PSI layer inside a multilayer structure would only depend on the porosity of the upper layer just previously formed and not on the other layers above it.

In Fig. 5c, refractive index of the PSI studying layer, in cases A, B or C has been deduced from the layer porosity using the Bruggeman model [35] and plotted as a function of the current density. From this plot, the current densities to be applied to obtain a guiding PSI layer with a refractive index of 1.57 and a PSI confinement layer with a refractive index of 1.41, both at $1.55 \mu\text{m}$, have been determined: they are respectively of $J_G = 85 \text{ mA/cm}^2$ and $J_C = 110 \text{ mA/cm}^2$.

To verify the porosity calibration which takes into consideration the presence of a thin barrier PSI layer, a reflectance measurement has been performed on the 4-layer PSI structure fabricated using these current densities J_G and J_C and using a thicker second barrier layer (280 nm) than in the waveguide structure presented in Fig. 1 in order to be able to make SEM measurements.

Then, the obtained experimental spectrum was adjusted to a theoretical one (Fig. 6a) calculated using matrix transfer formalism [34] from SEM thickness measurements (Fig. 6b) and from the guiding and confinement layer porosities previously determined by the calibration. To obtain the theoretical reflectance spectra, refractive index and thus porosity of the two thin barrier PSI layers had to be determined. A single

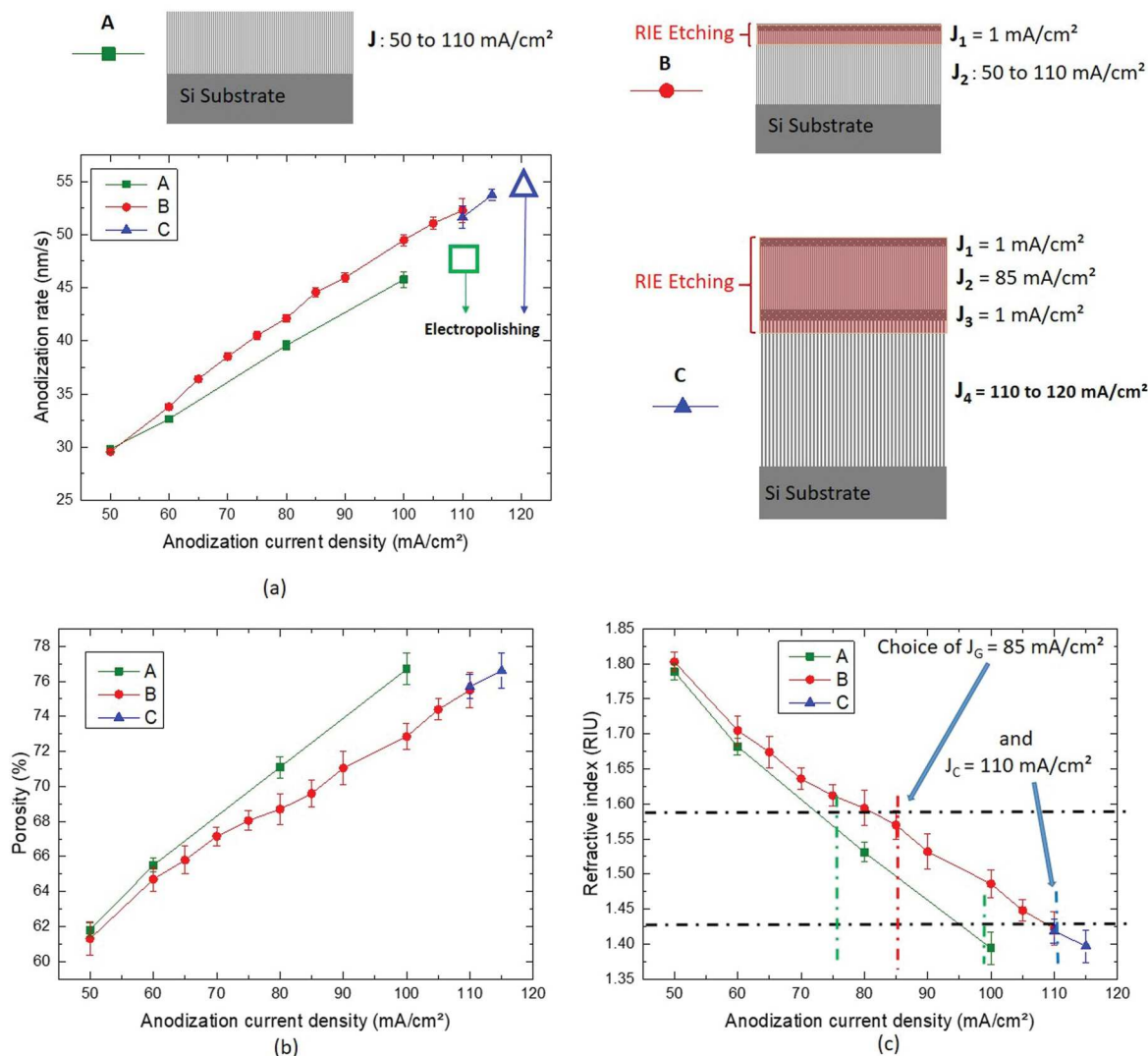


Fig. 5. PSi layer (a) anodization rate, (b) porosity and (c) corresponding refractive index versus anodization current density J , (A): for the case of one single layer; (B): for the case of the 2-layer structure with a barrier layer performed with 1 mA/cm^2 and the guiding layer with varying current densities in the range of $50\text{--}110 \text{ mA/cm}^2$; (C): for the case of the 4-layer structure with a barrier layer performed with 1 mA/cm^2 , the guiding layer performed with a current density of 85 mA/cm^2 , a second barrier layer of 1 mA/cm^2 and the confinement layer performed with a current density of 110 or 115 mA/cm^2 (for $J_4 = 120 \text{ mA/cm}^2$: electropolishing).

PSi layer performed with the low current density of 1 mA/cm^2 has been characterized to both estimate the anodization rate and the porosity using a $1.6 \text{ }\mu\text{m}$ layer, thicker than the one which is used in the 2 or 4-layer system in order to have enough interference fringes. The anodization rate is $1.3 \pm 0.1 \text{ nm/s}$ and the porosity is estimated to $43.5 \pm 1.5\%$. The uncertainty on porosity is mainly due to the low number of interference fringes, the thickness of the layer being thin due to the very low anodization rate.

Moreover, since the first barrier PSi layer thickness is difficult to measure precisely on SEM images in the 4-layer PSi structure, it has been adjusted so that the calculated spectrum corresponds as closely as possible to the experimental spectrum. We have verified that the obtained thicknesses of 30 and 280 nm for the first for the second barrier layer respectively well correspond to those that can be estimated from the anodization rate and time t . The adjustment parameters are reported on Table 1.

The fairly good adjustment of the experimental spectrum validates the PSi layer porosity calibration and thus of the refractive index as a function of the current density by taking into account the influence of the previously formed layers on the following ones. The slight mismatching could be due to inhomogeneous porosity through each layer

and the interface roughness which is around 10 nm [39]. Real improvement of quality and reproducibility of PSi layers could be obtained by performing the multilayers at low temperature [40] and by controlling the PSi formation in situ using for example photoacoustic method [41–43]. Moreover, improvement of the calculation of the theoretical reflectance spectra could be done taking into consideration interface roughness in the simulation [44]. More adaptive optical measurement could also be used to characterize the PSi layer both in single and multilayer system [45,46].

Table 1

PSi layer fabrication parameters (current density and anodization time), theoretical reflectance spectra adjustment parameters of the 4-layer PSi system (thickness in μm , porosity in % and refractive index in RIU (Refractive Index Unit) of each layer).

PSi layer	$J \text{ (mA/cm}^2\text{)}$	$t \text{ (s)}$	Thickness (μm)	Porosity (%)	Refractive index (RIU)
Barrier 1	1	25	0.030	43.5 ± 1.5	2.27 ± 0.04
Guiding	85	57	1.40	69.6 ± 1.0	1.57 ± 0.02
Barrier 2	1	200	0.280	43.5 ± 1.5	2.27 ± 0.04
Confinement	110	98	5.13	75.6 ± 1.0	1.41 ± 0.02

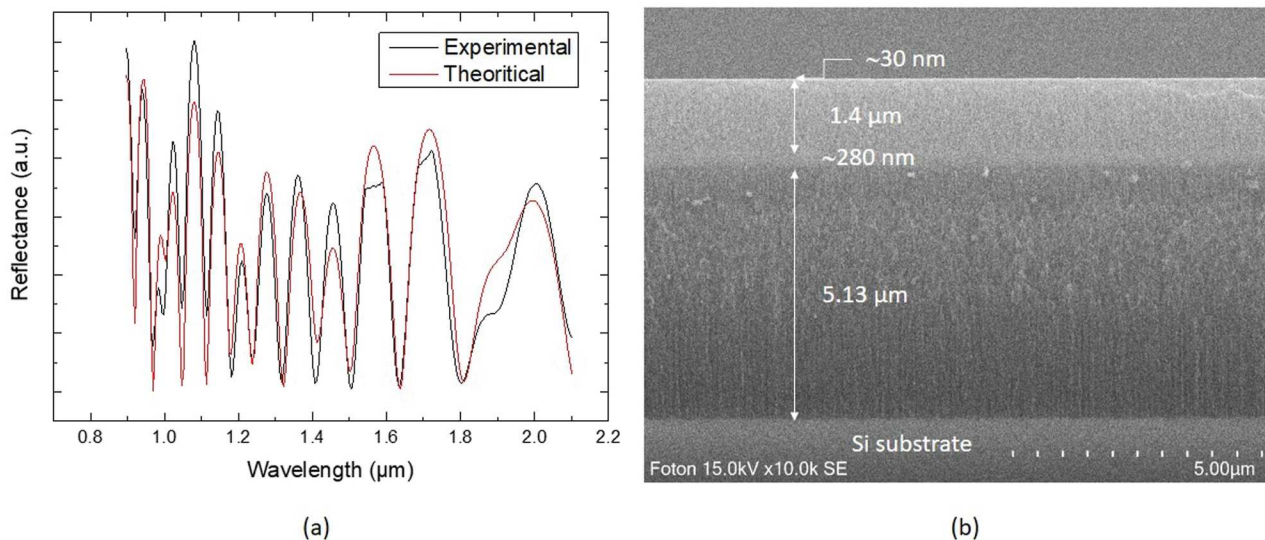


Fig. 6. (a) Experimental and theoretical adjusted spectra of a 4-layer PSi structure. (b) Cross section SEM image of the 4-layer PSi structure.

4.2. Porous silicon micro-resonator fabrication

MRs based on PSi ridge waveguides have been manufactured from the 4-porous silicon layer structure using the process described in Ref. [19]. Following the fabrication steps, SEM measurements have been performed in order to verify the implementation of the PSi MRs. Fig. 7 reports SEM images of a racetrack PSi MR with a radius R of 100 μm and a coupling length Lc of 70 μm. Moreover, in order to obtain a single-mode propagation for the TM polarization, the anodization time for the second barrier layer has been reduced to aim a thickness of 50 nm instead of the 280 nm previously chosen to facilitate its measurement by SEM observations and then to be able to adjust the experimental reflectance spectrum of the 4-layer system with the calculated one (Fig. 6).

The top view SEM image of the characterized MR is reported in Fig. 7a. The separation between the straight and the racetrack MR ridge waveguides, which appears in dark grey light (Fig. 7b), shows that the gap has been successfully made along the coupling length of the race-track. A mean waveguide width of 1.95 μm instead of the targeted 2 μm was measured. The gap between the access waveguide and the resonant cavity is 0.6 μm, which is slightly higher than expected (0.5 μm) due to low side etching during the photolithography steps and already observed in previous studies [10,19].

The cross section of the etched ridge waveguide is reported in Fig. 7c showing the PSi guiding and confinement layers with almost the aimed dimensions (1.7 μm and 4.7 μm respectively). The observation at a higher magnification allows to measure the thickness of the barrier layer between the guiding and the confinement PS layer at about 50 ± 10 nm

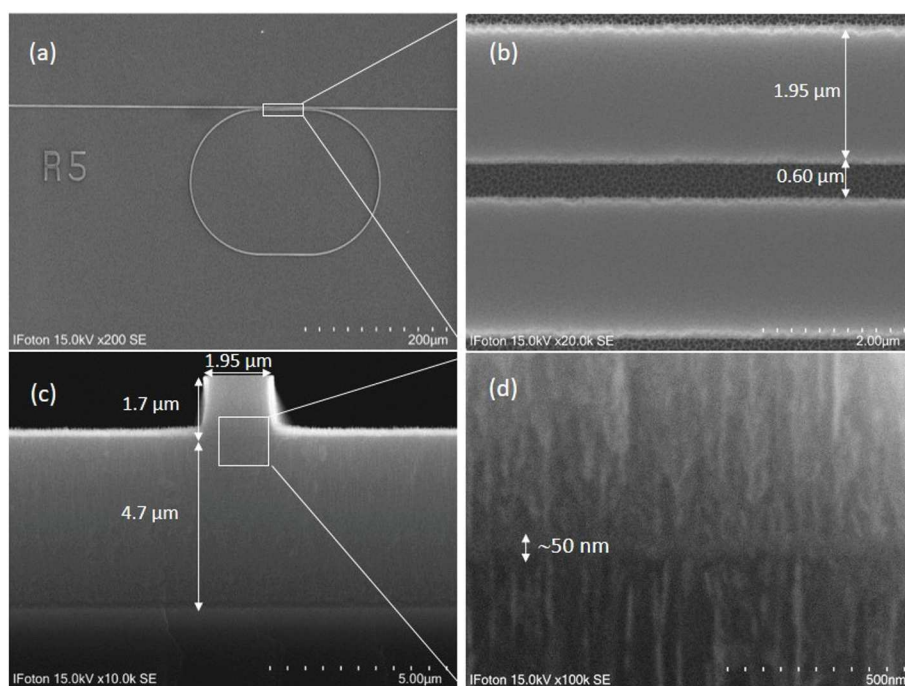


Fig. 7. SEM images of the racetrack micro-resonator: top views at different scales: (a) whole racetrack MR, (b) the gap separation between the straight and the cavity waveguides of the coupling area, (c) cross section of a PSi ridge waveguide, and (d) estimation of the second barrier layer thickness at higher magnification.

(Fig. 7d).

4.3. Optical simulations and characterizations

Before the optical characterizations of the fabricated PSi MR, some preliminary simulations of the waveguide schematized in Fig. 8. a have been carried out taking into consideration the experimental waveguide dimensions obtained by SEM observations. We have assumed a thickness of the first barrier layer of 30 nm with respect to the adjustment results of the theoretical and experimental reflectance spectra of the 4-layer PSi structure (Fig. 6). As the height of 1.7 μm of the guiding layer has been measured including the two barrier layers of 30 nm and 50 nm respectively (Fig. 7c and 7d), we deduced the real height of 1.62 μm for the PSi core waveguide with a width of 1.95 μm (Fig. 7c).

Knowing the porosity, the refractive index evolution of each layer constituting the PSi waveguide could be determined as a function of the wavelength from the data in Refs. [47,48]. Then, from these data and considering the 4-layer PSi waveguide represented in Fig. 8a, the effective index of the TM single propagated mode has been calculated with a FMM (Film Mode Matching) full vector Solver from FIMMWAVE software commercialized by Photon design. The FMM solver is a versatile numerical method for vector mode field calculations and particularly adapted for waveguide structures with a rectangular geometry [49]. The effective index variation as a function of the wavelength has been fitted by a linear function over the studied range (Fig. 8b) and the group index of the PSi waveguide has been deduced from equation (2) in the studied wavelength range: $n_g = 1.643 \pm 0.002$ RIU.

$$n_g(\lambda) = n_{eff}(\lambda) - \lambda \frac{dn_{eff}}{d\lambda} \quad (2)$$

Effective refractive index have also been calculated as a function of the wavelength using Matlab software from the effective refractive index method [50], method that only consider a simple ridge waveguide constituted of a guiding and a confinement layer. Thus, using this method, we have neglected the upper and the lower technological barrier layers. This method is simple and regularly used in the field of integrated optics in the case of rectangular waveguides with low refractive index contrast ($\Delta n < 1$) with a width/height ratio $R > 1$ [51–53]. We have taken into consideration experimental waveguide dimensions: a width of 1.95 μm and a height of 1.7 μm. A group index of 1.646 ± 0.001

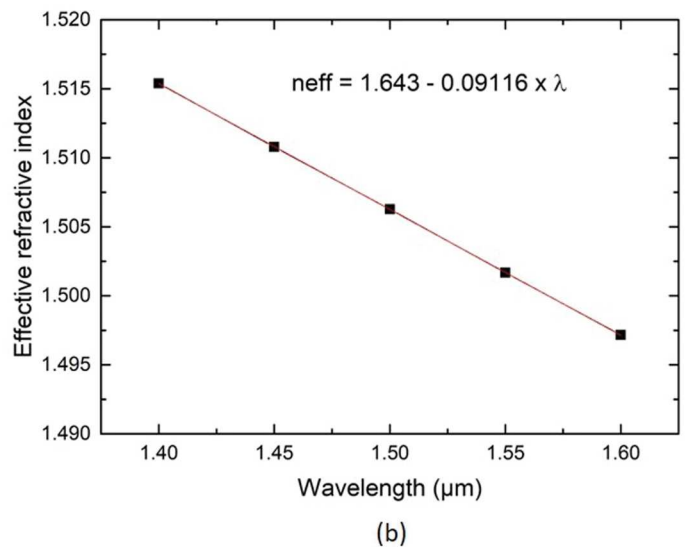
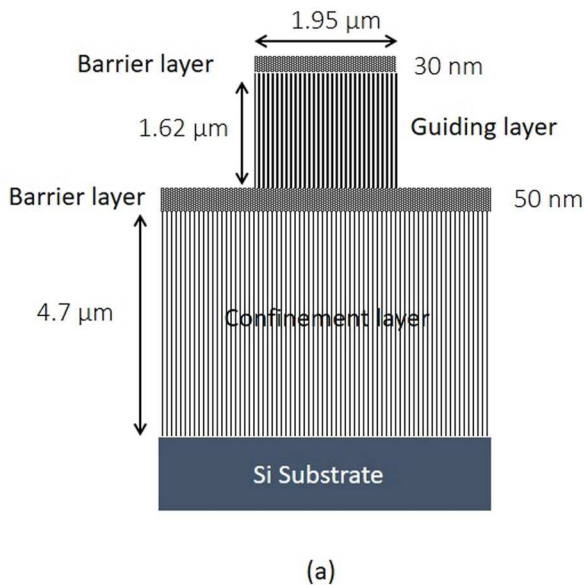


Fig. 8. (a) Representation used in FIMMWAVE simulations of the 4-layer PSi waveguide constituted by a guiding layer sandwiched by two barrier layers and a confinement layer. The experimental dimensions have been taken into consideration. (b) FIMMWAVE calculated effective index evolution of the 4-layer PSi waveguide as function of the wavelength.

RIU in the studied wavelength range from 1.4 to 1.6 μm has been calculated, which is very close to the value determined by the FMM method, meaning that the barrier layers can be neglected.

The coupling factor between the straight waveguide and the resonant cavity has been calculated at 1550 nm using Marcatili model [54]. This model is also regularly used in the field of integrated optics in the case of rectangular waveguides for low index contrast and dimensions for single mode propagation and not small enough compared to wavelength [55]. Precisions of the coupling factor determination method are given in Ref. [19]. The barrier layers are neglected again. The determined coupling factors for TE or TM modes are plotted as a function of the gap (separation distance between the access waveguide and the resonant cavity) in the range of 0.5–1 μm, that can be obtained from a process point of view (Fig. 9). We have taken into consideration experimental waveguide dimensions by neglecting the upper and the lower barrier layers: a width of 1.95 μm, a height of 1.7 μm, a coupling length $L_c = 70$

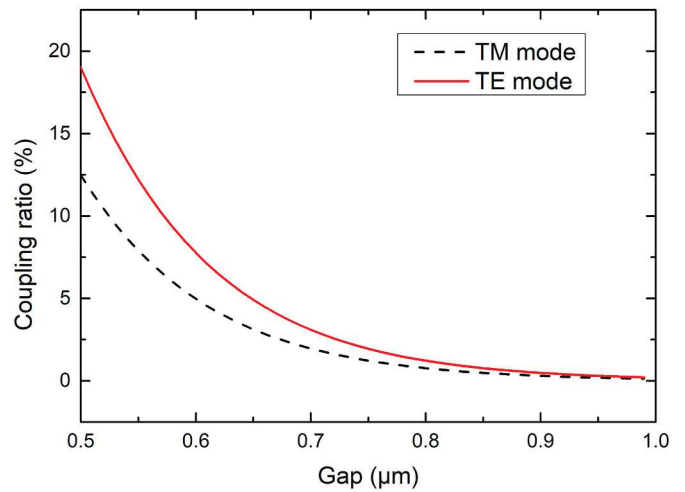


Fig. 9. Calculated coupling factor as a function of the gap between the straight waveguide and the cavity respectively for the TE and TM modes for a waveguide width of 1.95 μm, a height of 1.7 μm at 1550 nm and for the following cavity parameters $R = 100$ μm and $L_c = 70$ μm.

μm and a radius $R = 100 \mu\text{m}$.

For the mean gap of $0.6 \mu\text{m}$ that is experimentally obtained (Fig. 7b), a coupling factor of about 8% and 5% have been calculated respectively for the TE and TM modes (Fig. 9).

In order to verify that this fabricated PSI MR is optically operational, the spectral transmission was measured. Then, using the equations defined in our previous study on polymer micro-ring resonators [21], the theoretical transmission TM has been calculated and then adjusted to match the experimental one by varying the following parameters: group index, coupling ratio and optical losses.

Fig. 10 reports the experimental and the theoretical adjusted spectral transmission responses. The experimental spectrum TM shows three resonance wavelengths in the studied range that are separated by a Free Spectral Range (FSR) of 1.93 nm , with $\text{FSR} = \lambda^2 / (n_g \cdot L)$, where L is the cavity perimeter ($L = 2\pi R + 2 L_c$) and n_g is the group index.

To match the experimental FSR, the group index n_g was adjusted to $1.6551 \pm 0.0001 \text{ RIU}$ which is in good agreement with the previous group indices of 1.646 or 1.643 that have been calculated using Matlab or FIMMWAIVE simulations respectively.

The adjustment of the resonance shape is performed by varying the coupling factor and the propagation losses in the resonant cavity. A coupling factor κ^2 of $5 \pm 1\%$ and a field attenuation constant $a = 0.8835$, which corresponds to propagation losses per length unit (α) of $14.0 \pm 0.4 \text{ dB/cm}$, have been obtained in this case. The value obtained for the coupling factor well corresponds well to that estimated for the TM mode. As the minimum of normalized transmission at resonant wavelength is about 0.4 , the critical coupling is not reached.

A width at half-height ($\delta\lambda$) of 0.06 nm is obtained, with a corresponding quality factor Q of $2.5 \cdot 10^4$, which is better than those obtained in previous studies using another refractive indices [10,19]. Moreover, this quality factor could be yet improve by optimizing the coupling length to reach critical coupling and thus obtain a total extinction response at resonant wavelength.

A group refractive index and a coupling factor have been deduced from the theoretical adjustment of the experimental optical transmission of the PSI MR. The values are very close to those calculated using the refractive index of the PSI layers. These results validate the porosity calibration taking into consideration the thin barrier layer. They demonstrate again the influence of the barrier PSI layer on the porosities and so on the refractive indices of both the guiding and the confinement PSI layers.

As the PSI MR is dedicated to biosensing applications, an estimation of the surface sensitivity of the MR for a BSA (Bovine Serum Albumin) detection have been calculated using previous results [14,32]. For

biosensing, the PSI guiding layer has to be functionalised for specific grafting of BSA molecule. Functionalization process of the PSI internal surface described in Ref. [32] has been used. It includes a silanization step using Aminopropyltriethoxysilane (APTES) and a coupling step using Glutaraldehyde (GL) molecules. We have supposed a functionalization of the PSI internal surface with one monolayer of APTES and one monolayer of glutaraldehyde to get the volume fraction of each component. Then using Bruggeman relation and modelling of the PSI surface described in Ref. [14], the refractive index of the functionalized PSI guiding layer has been determined. After BSA grafting step, the refractive index of the PSI guiding layer can also be deduced from Bruggeman model from a volume fraction of BSA (f_{BSA}) which is correlated to M_{BSA} , the number of molecules grafted per surface unit of the functionalized PSI. M_{BSA} can be estimated taking into consideration the surface specific area (S_s) of $90 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ calculated from Ref. [56], the volume of BSA (V_{BSA}) of 125 nm^3 [57] and the BSA molar weight ($M_{\text{mol BSA}}$) of 66.43 kDa [57]. The quantity of BSA in pg/mm^2 grafted on the internal surface of pore (M_{BSA}) is equal to

$$M_{\text{BSA}} = \frac{f_{\text{BSA}} \cdot M_{\text{mol BSA}}}{S_s \cdot V_{\text{BSA}} \cdot \mathcal{N}_A} \quad (3)$$

Surface sensitivity S_{surf} depends on the variation of the effective refractive index of the propagated mode, taking into account the variation of the BSA mass per unit of surface (M_{BSA}) grafted onto the waveguide PSI internal surface. S_{surf} is defined as [20]:

$$S_{\text{surf}} = \frac{d\lambda}{dn_{\text{eff}}} \frac{dn_{\text{eff}}}{dM_{\text{BSA}}} = \frac{\lambda_{\text{res}}}{n_g(\lambda)} \frac{dn_{\text{eff}}}{dM_{\text{BSA}}} \quad (4)$$

The refractive index of the waveguide confinement layer is assumed not to be affected by the functionalization process because of the presence of the second PSI barrier layer. The effective index of the TM mode of the PSI waveguide has been calculated by Matlab software using the effective refractive index method before and after BSA grafting on the internal surface of the PSI guiding layer. The calculation was carried out for a f_{BSA} value of 0.1% corresponding to a M_{BSA} of $10 \text{ pg}/\text{mm}^2$ in order to get a corresponding wavelength shift inferior to the ISL of the MR.

A surface sensitivity of $0.06 \text{ nm}/(\text{pg}/\text{mm}^2)$ has been estimated which is slightly better than that estimated in a previous study [19,20] with other porosity of the PSI guiding layer. As the quality factor is also better than those previously obtained in Ref. [20,21], a lower limit of detection (LOD) could be obtained with the studied PSI MR. Taking into consideration a minimal shift corresponding to the width at half-height ($\delta\lambda$) of 0.06 nm , and a minimum wavelength resonant shift of $\delta\lambda/10$ [58], a promising LOD of $0.1 \text{ pg}/\text{mm}^2$ could be obtained.

5. Conclusion

In this paper, the porosity of the guiding and the confinement PSI layers have been determined by taking into consideration the influence of low porosity barrier layers required to fabricate a 4-layer PSI structure. This 4-layer PSI structure consisting of a guiding layer with a well-defined refractive index of 1.57 at $1.55 \mu\text{m}$ is required to subsequently fabricate a hybrid MR with of a PSI MR and a straight access waveguide made of SU8 polymer with the same refractive index. Two PSI barrier layers fabricated with a current density of $1 \text{ mA}/\text{cm}^2$ and sandwiching the guiding layer in the 4-layer waveguide structure are also necessary for the technological realization.

The presence of a barrier PSI layer influences the porosity and the anodization rate of the guiding and the confinement PSI layers: their porosities are lower than if these layers had been manufactured separately as a single layer and the anodization rate is on the contrary higher. This effect is amplified for higher current densities.

Taking into account the influence of a PSI barrier layer and the porosity calibration results, current densities of $J_G = 85 \text{ mA}/\text{cm}^2$ and $J_C = 110 \text{ mA}/\text{cm}^2$ have to be applied in the anodization process to obtain a guiding and confinement PSI layer with refractive index of 1.57 and 1.41

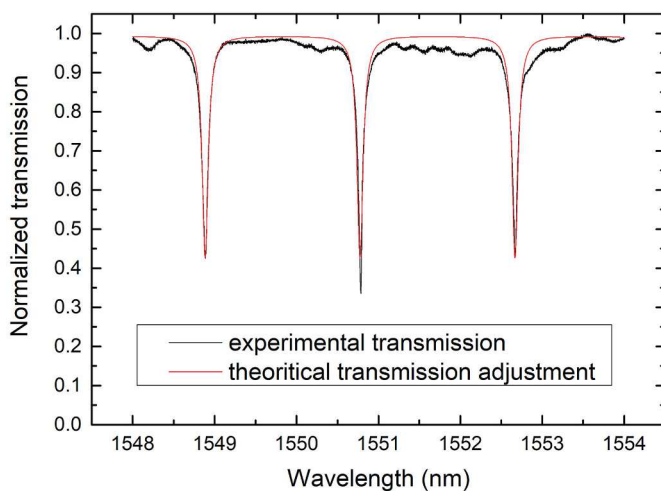


Fig. 10. Experimental and theoretical transmission spectra of the fabricated PSI MR and for the TM polarization.

respectively.

The good fit of the experimental reflectance spectrum of the 4-layer PSi structure with a theoretical spectrum calculated from the SEM measurements and the targeted refractive indices certifies the validity of the porosity calibration.

Then a 4-layer PSi MR has been fabricated using these current densities. The parameters deduced from the adjustment of the experimental and theoretical MR transmissions are well consistent with those previously simulated from the target indices of 1.57 and 1.41 corresponding to the guiding and confinement PSi layers respectively.

The calibration of both the porosity and anodization rate of PSi layers taking into account the presence of barrier PSi layers is necessary for the future technological realization of the hydride MR that will be based on PSi and SU8 polymer.

Work will continue in our laboratory to focus on the manufacture of the hybrid MR. In parallel, the PSi layers will be functionalized for a specific grafting of molecules for biosensing applications. The calibration method which have been validated in this paper will be used to study the index variations at each step of the functionalization process as was done in Refs. [14]. Preliminary theoretical results of sensitivity for BSA detection of 0.06 nm/(pg/mm²) and a LOD of 0.1 pg/mm² are very promising.

Credit author statement

F.-C., P.-P., J.L. and M.G. carried out the fabrication of the porous silicon (PSi) layers and PSi microresonator. I.H. carried out the design of the photolithography mask.

F.-C., N.L., P.P. and L.P. carried out the characterizations (physical and optical).

N.L. wrote the paper and prepared the original draft; N.L. L.P. and M. G. proposed the research directions.

All authors contributed to the organization of the paper, writing, and proofreading. All authors read and agreed to the published version of the manuscript.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgments

This work is funded by Lannion Trégor Community (LTC22), Région de Bretagne. Technological processing of ridge waveguides was performed in the CCLO-Renatech clean room facilities of Institut Foton. Equipment funding of Institut Foton and CCLO was partly provided by the CPER Sophie.

References

- [1] L. De Stefano, Porous silicon optical biosensors: still a promise or a failure? *Sensors* 19 (2019), 4476 <https://doi.org/10.3390/s19214776>.
- [2] A. Jane, R. Dronov, A. Hodges, N.H. Voelcker, Porous silicon biosensors on the advance, *Trends Biotechnol.* 27 (4) (2009) 230–239, <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2008.12.004>.
- [3] F.A. Harraz, Porous silicon chemical sensors and biosensors: a review, *Sensor. Actuator. B* 202 (2014) 897–912, <https://doi.org/10.1016/j.snb.2014.06.04>.
- [4] S. Arshavsky-Graham, N. Massad-Ivanir, E. Segal, S. Weiss, Porous silicon based photonic biosensors: current status and emerging applications, *Anal. Chem.* 91 (2019) 441–467, <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b05028>.
- [5] A. Loni, L.T. Canham, M.G. Berger, R. Arens Fischer, H. Munder, H. Luth, H. F. Arrand, T.M. Benson, Porous silicon multilayer optical waveguides, *Thin Solid Films* 276 (1996) 143–146, [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(95\)08075-9](https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)08075-9).
- [6] K. Kim, T.E. Murphy, Porous silicon integrated Mach-Zehnder interferometer waveguide for biological and chemical sensing, *Optic Express* 21 (17) (2013), 19488, <https://doi.org/10.1364/OE.21.019488>.
- [7] T.H. Talukdar, G.D. Allen, I. Kravchenko, J.D. Ryckman, Single-mode porous silicon waveguide interferometers with unity confinement factors for ultrasensitive adlayer sensing, *Optic Express* 27 (16) (2019), 22485, <https://doi.org/10.1364/OE.27.022485>.
- [8] X. Wei, S. Weiss, Guided mode biosensor based on grating coupled porous silicon waveguide, *Optic Express* 19 (2) (2011), 11330, <https://doi.org/10.1364/OE.19.011330>.
- [9] G. A. Rodriguez, H. Shuren, S.M. Weiss, Porous silicon ring resonator for compact, high sensitivity biosensing applications, *Optic Express* 23 (6) (2015) 7111–7119, <https://doi.org/10.1364/OE.23.007111>.
- [10] P. Girault, P. Azuelos, N. Lorrain, L. Poffo, J. Lemaitre, P. Pirasteh, I. Hardy, M. Thiual, M. Guendouz, J. Charrier, Porous silicon micro-resonator implemented by standard photolithography process for sensing application, *Opt. Mater.* 72 (2017) 596–601, <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2017.07.005>.
- [11] G.A. Rodriguez, P. Markov, A.P. Cartwright, M.H. Choudhury, F.O. Afzal, T. Cao, S. I. Halami, S.T. Retterer, I.I. Kravchenko, S.M. Weiss, Photonics crystal naobeam biosensors based on porous silicon, *Optic Express* 27 (7) (2019) 9536–9549, <https://doi.org/10.1364/OE.27.009536>.
- [12] M. Arroyo-Hernandez, R.J. Martin-Palma, V. Torres-Costa, J.M. Matinez Duart, Porous silicon optical filters for biosensing applications, *J. Non-Cryst. Solids* 352 (2006) 2457–2460, <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2006.02.075>.
- [13] L. Moretti, I. Rea, L. De Stefano, I. Rendina, Periodic versus aperiodic: enhancing the sensitivity of porous silicon based optical sensors, *Appl. Phys. Lett.* 90 (2007), 191112, <https://doi.org/10.1063/1.2737391>.
- [14] N. Lorrain, M. Hiraoui, M. Guendouz, L. Haji, Functionalization control of porous silicon optical structures using reflectance spectra modeling for bio sensing applications, *Mater. Sci. Eng. B* 176 (2011) 1047–1053, <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2011.05.040>.
- [15] F.S.H. Krismastuti, S. Pace, N.H. Voelcker, Porous silicon resonant microcavity biosensor for matrix metalloproteinase detection, *Adv. Funct. Mater.* 24 (2014) 3639–3650, <https://doi.org/10.1002/adfm.201304053>.
- [16] K.A. Kilian, T. Böcking, L.M.H. Lai, S. Ilyas, K. Gaus, M. Gal, Organic modification of mesoporous silicon rugate filters: the influence of nanoarchitecture on optical behaviour, *Int. J. Nanotechnol.* 5 (n°2/3) (2008) 170–178, <https://doi.org/10.1504/IJNT.2008.016914>.
- [17] C.Y. Chao, L.J. Guo, Design and Optimization of microring resonators in biochemical sensing applications, *J. Lightwave Technol.* 24 (3) (2006) 1395–1402, <https://doi.org/10.1109/JLT.2005.863333>.
- [18] N. Jakerst, M. Royal, S. Palit, L. Luan, S. Dhar, T. Tyler, Chip scale integrated microreactor sensing systems, *J. Biophot.* 2 (n°4) (2009) 212–226, <https://doi.org/10.1002/jbio.200910010>.
- [19] P. Girault, N. Lorrain, J. Lemaitre, L. Poffo, M. Guendouz, I. Hardy, M. Gadonna, A. Gutierrez, L. Bodiou, J. Charrier, Racetrack micro-resonators based on ridge waveguides made of porous silica, *Opt. Mater.* 50 (2015) 167–174, <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2015.10.017>.
- [20] P. Azuelos, P. Girault, N. Lorrain, Y. Dumeige, L. Bodiou, L. Poffo, M. Guendouz, M. Thual, J. Charrier, Optimization of porous silicon waveguide design for microring resonator sensing applications, *J. Optic.* 20 (8) (2018), 085301, <https://doi.org/10.1088/2040-8986/aad01b>.
- [21] P. Girault, N. Lorrain, L. Poffo, M. Guendouz, J. Lemaitre, C. Carré, M. Gadonna, D. Bosc, G. Vignaud, Integrated polymer micro-ring resonators for optical sensing applications, *J. Appl. Phys.* 117 (2015) 104504, <https://doi.org/10.1063/1.4914308>.
- [22] K.K. Tung, W.H. Wong, E.Y.B. Pun, Polymeric optical waveguides using direct ultraviolet photolithography process, *Appl. Phys. A* 80 (2005) 621–626, <https://doi.org/10.1007/s00339-003-2248-8>.
- [23] G. Vincent, Optical properties of porous silicon superlattices, *Appl. Phys. Lett.* 64 (1994) 2367–2369, <https://doi.org/10.1063/1.111982>.
- [24] R.J. Martin-Palma, V. Torres-Costa, M. Arroyo-Hernandez, M. Manso, J. Perez-Rigueiro, J.M. Martinez-Duart, Porous multilayers stacks for optical biosensing applications, *Microelectron. J.* 35 (2004) 45–48, [https://doi.org/10.1016/S0026-2692\(03\)00216-7](https://doi.org/10.1016/S0026-2692(03)00216-7).
- [25] V. Torres – Costa, R.J. Martin-Palma, J.M. Martinez-Duart, Optical characterization of porous silicon films and multilayer filters, *Appl. Phys. A* 79 (2004) 1919–1923, <https://doi.org/10.1007/s00339-004-2642-x>.
- [26] R. Nava, M.B. dela Mora, J. Tagüena-Martinez, J.A. del Rio, Refractive index contrast in porous silicon multilayers, *Phys. Status Solidi C* 6 (7) (2009) 1721–1724, <https://doi.org/10.1002/pssc.200881090>.
- [27] C. Mazzoleni, L. Pavesi, Application to optical components of dielectric porous silicon multilayers, *Appl. Phys. Lett.* 67 (20) (1995) 2983–2985, <https://doi.org/10.1063/1.114833>.
- [28] M.G. Berger, M. Thönissen, R. Arens-Fisher, H. Münder, H. Lüth, M. Arntzen, W. Theiß, Investigation and design of optical properties of porosity superlattices, *Thin Solid Films* 255 (1995) 313–316, [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(94\)05617-M](https://doi.org/10.1016/0040-6090(94)05617-M).
- [29] L. Pavesi, Porous silicon dielectric multilayers and microcavities, *Ricista del nuovo cimento* 20 (10) (1997) 1–76, <https://doi.org/10.1007/BF02877374>.
- [30] M. Hiraoui, L. Haji, M. Guendouz, N. Lorrain, A. Moadhen, M. Oueslati, Towards a biosensor based on anti resonant reflecting optical waveguide fabricated from porous silicon, *Biosens. Bioelectron.* 36 (2012) 212–216, <https://doi.org/10.1016/j.bios.2012.04.022>.
- [31] J.E. Lugo, H.A. Lopez, S. Chan, P.M. Fauchet, Porous silicon multilayers structures: a photonic band gap analysis, *J. Appl. Phys.* 91 (8) (2002) 4966–4972, <https://doi.org/10.1063/1.1461898>.
- [32] M. Hiraoui, M. Guendouz, N. Lorrain, A. Moadhen, L. Haji, M. Oueslati, Spectroscopy studies of functionalized oxidized porous silicon surface for biosensing applications, *Mater. Chem. Phys.* 128 (2011) 151–156, <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2011.02.052>.

- [33] C. Xiao, R. Boukherroub, J.T.C. Wojtyk, D.D.M. Wayner, J.H.T. Luong, Structure characterization of porous silicon layers based on a theoretical analysis, *Langmuir* 18 (2002) 4165. OCIS Codes: 230.7370, 160.4236, 220.4610.
- [34] D.S. Bethune, Optical harmonic generation and mixing in multilayer media: analysis using optical transfer matrix techniques, *J. Opt. Soc. Am.* 6 (1989) 910, <https://doi.org/10.1364/JOSAB.6.000910>.
- [35] D.A.G. Bruggeman, Berechnung verschiedene physikalischer konstanten von heterogenen substanzen, *Ann. Phys.* 5 (1935) 636, <https://doi.org/10.1002/andp.19354160705>.
- [36] A.M. Campos, J. Torres, J.J. Giraldo, Porous silicon dielectric function modeling from effective medium theories, *Surf. Rev. Lett.* 9 (2002) 1631–1635, <https://doi.org/10.1142/S0218625X02004116>, 5-6.
- [37] A. Halimaoui, Determination of the specific surface area of porous silicon from its etch rate in HF solutions, *Surf. Sci. Lett.* 306 (1994) L550–L554, [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(94\)91176-2](https://doi.org/10.1016/0039-6028(94)91176-2).
- [38] A. Halimaoui, in: J.C. Vial, J. Derrien (Eds.), "Porous Silicon: Material Processing, Properties and Applications" in *Porous Silicon: Science and Technology*, Berlin, Springer – Verlag, and Les Ulis, Les Editions de Physique, 1995, pp. 33–52.
- [39] J. Charrier, Y. Dumeige, P. Pirasteh, M. Gadonna, Effect of interface roughness and polarization on the optical losses of porous silicon-based waveguides, *IET Micro&Nano Letters* 7 (3) (2012) 275–278, <https://doi.org/10.1049/mnl.2012.0027>.
- [40] S. Setzu, G. Lerondel, R. Romestain, Temperature effect on the roughness of the formation interface of p-type porous silicon, *J. Appl. Phys.* 84 (1998) 3129–3133, <https://doi.org/10.1063/1.368467>.
- [41] C.F. Ramirez-Gutierrez, J.D. Castaño-Yepes, M.E. Rodriguez-Garcia, In situ photoacoustic characterization for porous silicon growing: detection principles, *J. Appl. Phys.* 119 (2016) 185103, <https://doi.org/10.1063/1.4948946>.
- [42] C.F. Ramirez-Gutierrez, J.D. Castaño-Yepes, M.E. Rodriguez-Garcia, Optical interferometry and photoacoustics as in-situ techniques to characterize the porous silicon formation: a review, *Open Mater. Sci.* 4 (2018) 23–32, <https://doi.org/10.1515/oms-2018-0003>.
- [43] C.F. Ramirez-Gutierrez, H.D. Martinez-Hernandez, Y.A. Lujan-Cabrera, M. E. Rodriguez-Garcia, Design, fabrication, and optical characterization of one dimensional photonic crystals based on porous silicon assisted by in-situ photoacoustics, *Sci. Rep.* 9 (2019), 14732, <https://doi.org/10.1038/s41598-019-51200-1>.
- [44] I.A. Lujan-Cabrera, C.F. Ramirez-Gutierrez, J.D. Castaño-Yepes, M.E. Rodriguez-Garcia, Effects of the interface roughness in the optical response of one dimensional photonic crystals of porous silicon, *Phys. B Condens. Matter* 560 (2019) 133–139, <https://doi.org/10.1016/j.physb.2019.02.010>.
- [45] Y.-S. Ghim, H.-G. Rhee, A. Davies, Simultaneous measurements of top surface and its underlying film surfaces in multilayer film structure, *Sci. Rep.* 7 (2017) 11843, <https://doi.org/10.1038/s41598-017-11825-6>.
- [46] R. Santbergen, A.H.M. Smets, M. Zeman, Optical model for multilayer structures with coherent, partly coherent and incoherent layers, *n°S2, Optic Express* 21 (2013) A267, <https://doi.org/10.1364/OE.21.00A262>. A2462.
- [47] C.D. Salzberg, J.J. Villa, Infrared refractive indexes of silicon, germanium and modified selenium glass, *J. Opt. Soc. Am.* 47 (1957) 244–246, <https://doi.org/10.1364/JOSA.47.000244>.
- [48] B. Tatian, Fitting refractive-index data with the Sellmeier dispersion formula, *Appl. Opt.* 23 (1984) 4477–4485, <https://doi.org/10.1364/AO.23.004477>.
- [49] A.Sv Sudbo, Film mode matching : a versatile numerical method for vector mode filed calculations in dielectric waveguides, *Pure Appl. Opt.* 2 (1993) 211–233, <https://doi.org/10.1088/0963-9659/2/3/007>.
- [50] A.B. Fallahkhair, K.S. Li, T.E. Murphy, Vector finite difference mode solver for anisotropic dielectric waveguides, *J. Lightwave Technol.* 26 (11) (2008) 1423–1431, <https://doi.org/10.1109/JLT.2008.923643>.
- [51] K.S. Chiang, Performance of the effective-index method for the analysis of dielectric waveguides, *Optic Lett.* 16 (10) (1991) 714–716, <https://doi.org/10.1364/OL.16.000714>.
- [52] D. V. Batrack, S.A. Plisyuk, Applicability of the effective index method for sumilatinf ridge optical waveguides, *Quant. Electron.* 36 (n°4) (2006) 349–352, <https://doi.org/10.1070/QE2006v036n04ABEH013149>.
- [53] W.M. Berrouane, M. Anani, A. Chama, C. Mathieu, Effective index method applied on a GaN/InxGa1-xN integrated optics waveguide, *Int. J. Nanoelectron. Mater.* 11 (3) (2018) 311–320.
- [54] E.A.J. Marcetili, Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics, *Bell Syst. Tech. J.* vol. 48 (7) (1969) 2071–2102, <https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1969.tb01166.x>.
- [55] R.G. Hunsperger, *Integrated Optics: Theory and Technology*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1995, <https://doi.org/10.1007/978-3-662-13521-1>.
- [56] M. Dribek, J. Charrier, Theoretical study of the factor of merit of porous silicon based optical biosensors, *J. Appl. Phys.* 107 (2010), 044905, <https://doi.org/10.1063/1.3295906>, 1 – 044905-10.
- [57] F.L.G. Flecha, V. Levi, Biochem. "Determination of the molecular size of BSA by fluorescence anisotropy," *Mol. Biol. Educ.* 31 (5) (2003) 319–322, <https://doi.org/10.1002/bmb.2003.494031050261>.
- [58] L.M. Lechuga, *Biosensors and Modern Biospecific Analytical Techniques*, Elsevier, 2005, p. 209, chap. Optical biosensors.

CAPTEUR OPTIQUE INTEGRE A EFFET VERNIER EN POLYMERES

Paul Azuelos¹, Fabien Cassio¹, Nathalie Lorrain¹, Parastesh Pirasteh¹, Jonathan Lemaitre¹, Luiz Poffo¹, Isabelle Hardy¹⁻², Monique Thual¹, Mohammed Guendouz¹ et Joël Charrier¹.

¹ UMR FOTON, CNRS, Université de Rennes 1, Enssat, F22305, Lannion, France

² UMR FOTON, CNRS, IMT Atlantique, F29238, Brest, France

mohammed.guendouz@univ-rennes1.fr

RÉSUMÉ

Un biocapteur optique intégré à effet Vernier à base de matériaux polymères SU8/PMATRIFE ultrasensible est réalisé en utilisant un procédé photolithographique standard. Le capteur est basé sur un micro-résonateur intégré sur chaque bras d'un interféromètre Mach-Zehnder. Les performances du transducteur sont ensuite caractérisées et la limite de détection est estimée par la méthode de Monte-Carlo et les incertitudes liées au système de mesure. Une sensibilité du capteur de 17558 nm/RIU a été mesurée et la limite de détection a été estimée à $4,6 \cdot 10^{-7}$ RIU.

MOTS-CLEFS : *polymères, capteur optique, effet Vernier, sensibilité, limite de détection*

1. INTRODUCTION

La demande croissante de capteurs ultra-sensibles et compacts pour la détection rapide et spécifique de divers analytes biochimiques a induit le développement d'un grand nombre de capteurs optiques intégrés sans marquage. Contrairement aux capteurs à fibre optique, les capteurs optiques intégrés peuvent être facilement miniaturisés et peuvent donc être intégrés en grand nombre sur une petite surface afin d'implanter des laboratoires sur puce [1]. Plusieurs configurations de capteurs optiques intégrés utilisant des matériaux massifs ont été démontrées dans le but d'augmenter la sensibilité et de réduire la limite de détection comme, par exemple, les interféromètres Mach-Zehnder (MZ), les micro-résonateurs (MR), ...[2,3] Une solution pour augmenter la sensibilité d'un capteur optique intégré basé sur un interféromètre tel que le Mach-Zehnder est d'augmenter la longueur d'interaction entre les molécules cibles et la lumière, mais cela réduit cependant la capacité de miniaturisation. Pour augmenter encore la sensibilité d'un tel capteur optique intégré, les configurations à effet Vernier basées sur des MRs mis en cascade ou utilisant à la fois des MZs et des MRs, sont maintenant largement reconnues dans les applications optiques intégrées non seulement pour le filtrage [4] mais aussi de plus en plus pour la détection de diverses substances [5]. Les sensibilités sont augmentées d'un facteur allant jusqu'à plusieurs centaines de fois celui d'un seul MR, ce qui peut alors réduire la limite de détection du capteur et faciliter la détection d'analytes à faible concentration. Diverses configurations à effet Vernier en silicium sur isolant (SOI) ou en nitrure de silicium (SiN) ont été proposées expérimentalement. Une structure avec un MR intégré sur chaque bras d'un MZ a également été étudiée théoriquement [6]. Dans ce travail, l'avantage de la dernière configuration est étudié théoriquement et expérimentalement en utilisant des matériaux polymères qui offrent à la fois une production de masse à faible coût avec des procédés standards de photolithographie en salle blanche et de faibles pertes de propagation [7]. Le polymère PMATRIFE (poly(2,2,2,2 méthacrylate de TRIFluoro-éthyle)) est utilisé comme couche de confinement optique pour la gaine et le superstrat, alors que le polymère SU8 est utilisé pour le cœur du guide d'onde. La nouveauté de ce travail consiste à tirer parti de ces matériaux polymères à faible coût pour mettre en œuvre un biocapteur à effet Vernier, basé sur un MR intégré sur chaque bras d'un MZ, ultrasensible et présentant une très faible limite de détection.

2. DESIGN

Le transducteur est fabriqué par un procédé classique de photolithographie. La figure 1a présente la vue de dessus du capteur optique intégré à base de polymères. Le polymère SU8 est utilisé pour le cœur de la structure optique et le polymère PMATRIFE comme couche de confinement inférieure et aussi comme superstrat pour la partie de référence du capteur. Pour réaliser la partie sensible du capteur, une gravure de la couche de confinement supérieur en PMATRIFE est gravée afin d'obtenir un réservoir (partie plus claire de la figure 1a). La zone de couplage est représentée sur la figure 1b, avec un gap de $0,6 \mu\text{m}$ entre le guide d'accès et la cavité sur une longueur de $34 \mu\text{m}$. La figure 1c présente une vue en coupe du guide d'onde dans la partie de référence : le cœur du guide, en SU8, de dimension $1,5 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$, entre deux couches de confinement inférieure et supérieure en PAMTRIFE.

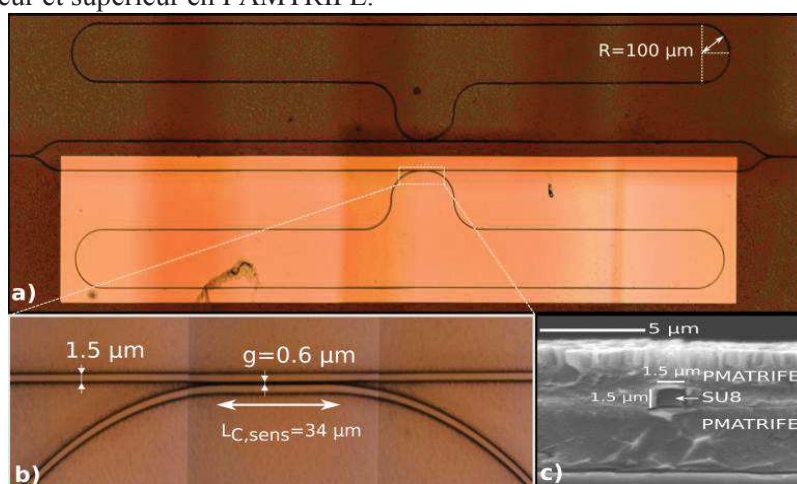


Figure 1 – a) Vue de dessus au microscope optique d'un transducteur à effet Vernier en polymères. b) Zoom sur la zone de couplage dans le réservoir du MR sensible. c) Vue transversale au MEB d'un guide SU8/PMATRIFE avec superstrat de PMATRIFE.

3. CARACTERISATIONS OPTIQUES

Des solutions contenant différentes concentrations de glucose (de 0 à 7,5 g/L) sont déposées successivement dans le réservoir du transducteur et la puissance en sortie du transducteur est acquise (figure 2a); une mesure de référence à l'eau désionisée est réalisée entre chaque solution.

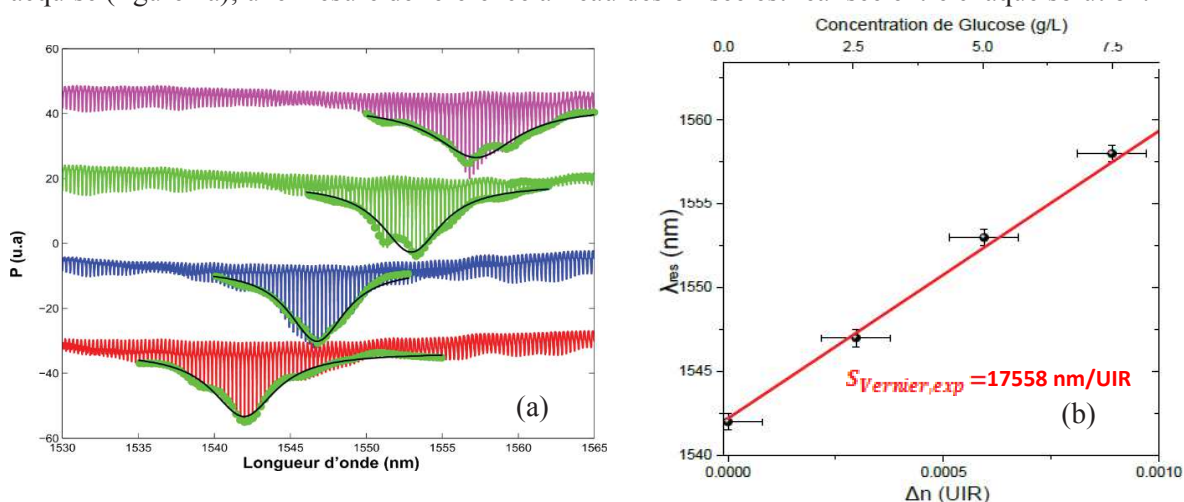


Figure 2 – (a) Fonction de transfert expérimentale du transducteur à effet Vernier pour différentes concentrations d'eau glucosée. Les fonctions de transfert sont décalées en ordonnée de 25 dB pour faciliter la lecture. (b) Position du maxima de l'enveloppe du transducteur à effet Vernier en fonction de la concentration de la solution de glucose, la sensibilité du transducteur correspond à la pente de cette courbe.

Afin de mesurer précisément le décalage de l'enveloppe, celle-ci est extraite par l'ajustement d'une fonction Lorentzienne avec les maxima de la réponse du transducteur en longueur d'onde à l'aide de la méthode des moindres carrés. La sensibilité peut alors être estimée par la pente du décalage de l'extremum de l'ajustement Lorentzien avec la concentration de glucose à $S_{\text{Vernier,exp}} = 17558$ nm/UIR (unité d'indice de réfraction) avec une incertitude relative de 5% sur la mesure résultant d'une incertitude thermique de $\Delta th = 1^\circ\text{C}$ ($\Delta\lambda = 1$ nm) et de l'incertitude sur la concentration de glucose dans les solutions $\Delta C_{\text{glucose}} = 0,25$ g/L (figure 2b). Le gain Vernier correspondant au rapport de la sensibilité obtenue grâce à l'effet Vernier par rapport à un MR seul [7] est de 152, au meilleur de l'état de l'art. La limite de détection (LD) du transducteur à effet Vernier en polymères peut être calculée à l'aide de la sensibilité expérimentale $S_{\text{Vernier,exp}}$ mesurée et de l'intervalle spectral libre (ISL) du MR de référence $\text{ISL}_{\text{ref}} = 0,19$ nm ; $\text{LD}_{\text{Vernier}}$ est alors de $1,1 \cdot 10^{-5}$ UIR.

Afin d'optimiser la LD, un filtre passe-bas a été appliqué afin d'extraire l'extrema de l'enveloppe et de détecter ainsi le décalage de l'enveloppe de manière continue entraînant une amélioration de la précision de la mesure. En utilisant cette méthode, un décalage minimum détectable de 8 pm est obtenu permettant d'atteindre une limite de détection du transducteur estimée à $4,6 \cdot 10^{-7}$ UIR, ce qui correspond à une concentration en glucose de $3,7 \cdot 10^{-3}$ g/L.

CONCLUSION

Un nouveau transducteur optique basé sur l'effet Vernier a été développé pour la détection du glucose. Le transducteur est fabriqué en matériaux polymères en utilisant un procédé photolithographique standard. Ce transducteur est constitué d'un MR intégré sur chaque bras d'un interféromètre MZ. La sensibilité du transducteur développé dans ce travail est de plus de 152 fois plus élevée que celle d'un capteur à MR simple en polymères SU8/PMATRIFE avec un procédé de fabrication similaire, ce qui démontre l'avantage du capteur à effet Vernier par rapport à un capteur à un MR seul pour l'amélioration de la sensibilité [7], et une limite de détection faible de l'ordre de $5 \cdot 10^{-7}$ UIR. La sensibilité expérimentale du transducteur obtenue de 17558 nm/UIR est fortement augmentée par rapport à d'autres transducteurs à effet Vernier basés sur des MR en cascade développés par Y.Liu.et.al [8] utilisant des matériaux SOI ou par V.Zamora.et.al [9] utilisant du SiN. La limite de détection obtenue a été améliorée grâce à l'application d'un filtre sur le traitement des maxima de l'enveloppe.

RÉFÉRENCES

- [1] M. C. Estevez, M. Alvarez, and L. M. Lechuga, "Integrated optical devices for lab-on-chip biosensing applications", *Lasers & Photonics Review* 6(4), 463-487 (2012).
- [2] 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", *Sensors and Actuators B* 188, 681-688 (2013).
- [3] C. Ciminelli, F. Dell'Olio, D. Conteduca, C. M. Campanella, and M. N.Armenise, "High performance SOI microring resonator for biochemical sensing", *Optics and Laser Technology* 59, 60-67 (2014).
- [4] 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).
- [5] M. La Notte, B. Troia, T. Muciaccia, C. E. Campanelle, F. De Leonardis, and V. M.N. Passaro, "Recent advances in gas and chemical detection by Vernier effect-based photonic sensors", *Sensors* 14(3), 4831-4855 (2014).
- [6] H. Yi, D.S. Citrin, Y. Chen, and Z. Zhou, "Dual-microring-resonator interference sensor", *Applied Physics Letters* 95(0), 191112 (2012).
- [7] 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).
- [8] 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* 25(2), 972-978 (2017).
- [9] 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).

FILTRAGE DES MODES DE POLARISATION DE LA LUMIERE DANS DES GUIDES D'ONDE RIDGES PASSIFS EN SILICIUM POREUX

Fabien Cassio, Luiz Poffo, Nathalie Lorrain, Parastesh Pirasteh, Jonathan Lemaitre et Mohammed Guendouz

UMR FOTON, CNRS, Université de Rennes 1, Enssat, F22305, Lannion, France

prenom.nom@univ-rennes1.fr

RÉSUMÉ

Le silicium poreux est un matériau nanostructuré utilisé en optique intégrée. Nous montrons l'impact de ses caractéristiques (morphologie et structuration) sur la polarisation dans le domaine spectral du proche infra-rouge. Nous mettons en évidence un filtrage des modes de polarisation pour différentes longueurs de guides d'onde en silicium poreux.

MOTS-CLEFS : *silicium poreux ; optique intégrée ; polarisation ; filtrage.*

1. INTRODUCTION

Le silicium poreux (SiP) est un matériau structuré dont le procédé de fabrication [1] permet de contrôler la porosité (et donc l'indice de réfraction), la taille des pores et l'épaisseur des couches poreuses [2-4]. Peu d'études traitent de l'impact de la structuration du SiP sur la polarisation de la lumière. Des pertes optiques plus faibles pour les modes transverses magnétiques (TM) que pour les modes transverses électriques (TE) ont été mesurées dans des guides d'onde planaires multimodes en SiP qui pourraient être liées à la morphologie du SiP [5]. Une autre étude concernant des guides d'onde actifs a permis de mettre en évidence que les modes de polarisation (TE et TM) influent sur le guidage de la lumière [6]. Une corrélation entre la photoluminescence visible et le degré de polarisation a été déterminée dans des structures optiques SiP excitées par une lumière polarisée, mais indépendamment de la morphologie [7, 8]. Dans cet article, nous présentons l'effet de la polarisation du signal d'entrée sur la propagation de la lumière dans des guides d'onde ridges passifs en SiP.

2. CONDITIONS EXPERIMENTALES

Les guides d'onde ridges en SiP, représentés en Fig. 1(a), ont été fabriqués par un procédé de photolithographie standard à partir de quatre couches consécutives de SiP, préparées par anodisation électrochimique, à une température ambiante maintenue à 18 °C. Le substrat de silicium utilisé est fortement dopé de type P, avec une orientation cristalline (100) et une résistivité de 5 mΩ.cm. Dans ces conditions, une morphologie mésoporeuse colonnaire est obtenue [9].

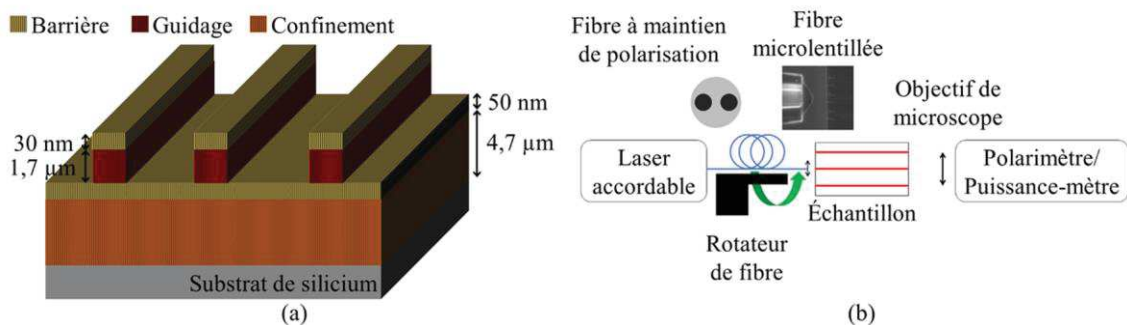


Fig. 1 : Représentation schématique de guides d'onde ridges en SiP (a) et banc optique utilisé pour la caractérisation optique en fonction de la polarisation d'entrée.

Deux fines couches (appelées couches barrières) à faible porosité ont été nécessaires pour le procédé de photolithographie afin d'empêcher l'infiltration de la résine à l'intérieur des couches de guidage et de confinement. Les porosités des couches de guidage et de confinement ont été choisies pour obtenir des indices de réfraction respectivement de 1,57 et 1,41.

L'étalonnage de la polarisation a été effectué à l'aide du banc optique présenté sur la Fig. 1(b). Le signal optique d'entrée provenant d'une source laser accordable et à large bande de 1400 à 1625 nm (Yenista Tunics T100S-HP) est injecté dans l'échantillon de SiP à l'aide d'une fibre à maintien de polarisation microlentillée. La polarisation d'entrée est réglée à l'aide d'un rotateur de fibre monté sur un banc de micro-alignement qui permet d'injecter dans un guide d'onde ridge en SiP soit le mode TE, soit le mode TM, soit une distribution égale ou non des deux polarisations. La modification de la polarisation induite par la microlentille est considérée comme négligeable [10]. Le signal optique de sortie est focalisé vers un polarimètre, servant également de puissance-mètre, grâce à un objectif de microscope.

3. RESULTATS

La Fig. 2 présente la puissance en sortie pour différentes longueurs de guides d'onde ridges en SiP pour trois configurations de polarisation d'entrée différentes : linéaire verticale (TM), linéaire à 45° (50 % TM/50 % TE) et linéaire horizontale (TE). La longueur des guides d'onde a été réduite par clivage et les tranches des échantillons ont été polies afin d'optimiser le couplage en entrée et en sortie du guide. Nous pouvons remarquer la présence de deux zones distinctes, notées A et B sur la figure. En exploitant les courbes de tendance des trois configurations dans la zone A, les pertes de propagation sont de l'ordre de 18 dB/cm pour les polarisations linéaires verticale (TM) et à 45° (50 % TM/50 % TE). Pour la polarisation linéaire horizontale (TE) la puissance détectée en sortie correspond au bruit du détecteur, autrement dit, aucun signal n'est détecté. L'atténuation de 3 dB entre les ordonnées à l'origine des deux premières configurations illustre l'extinction complète de la composante horizontale de la polarisation (mode TE). Dans la zone B, en deçà d'une longueur de 2,3 mm, propre aux conditions de l'expérience, la composante horizontale de la polarisation (mode TE) n'est pas totalement atténuée.

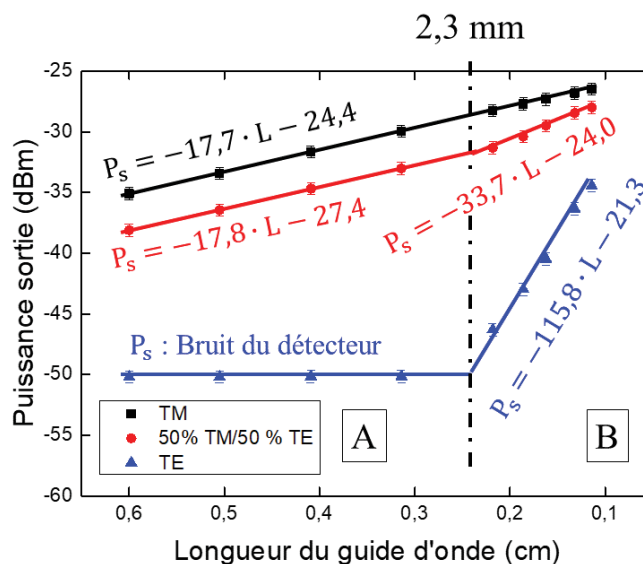


Fig. 2 : Évolution de la puissance de sortie pour différentes longueurs de guides pour les trois configurations étudiées : TM, 50 % TM/50 % TE et TE.

L'exploitation des courbes de tendance dans la zone B ont permis d'estimer des pertes de propagation de l'ordre de 18 dB/cm, 34 dB/cm et 116 dB/cm pour les polarisations linéaires verticale (TM), à 45° (50 % TM/50 % TE) et horizontale (TE) respectivement. Ces résultats montrent une atténuation 6,5 fois supérieure du mode TE par rapport au mode TM.

CONCLUSION

Dans cet article, nous avons présenté la caractérisation optique de guides d'onde ridges en SiP. Les couches de SiP ont été réalisées par anodisation électrochimique à partir d'un substrat de silicium fortement dopé de type P orienté (100), donnant une morphologie mésoporeuse colonnaire des pores. Nous avons mis en évidence un filtrage de 116 dB/cm de la polarisation TE du signal d'entrée que nous avons attribué à la morphologie du SiP. Ce phénomène pourrait trouver un intérêt dans les dispositifs d'optique intégrée pour réduire les pertes de propagation dues à un mauvais contrôle de la polarisation. Il serait par conséquent nécessaire d'injecter un signal optique contrôlé en polarisation dans la couche de guidage du SiP, afin de réduire les pertes optiques déjà élevées dans ce matériau qui sont inhérentes à sa nature poreuse.

Remerciements : Ces travaux de thèse sont financés par la région Bretagne et Lannion Trégor Communauté. Les travaux de fabrication et de caractérisation des guides d'onde ridges ont été réalisés au sein de la plateforme technologique, le CCLO, de l'institut Foton.

REFERENCES

- [1] X. G. Zhang, S. D. Collins and R. L. Smith, "Porous Silicon Formation and Electropolishing of Silicon by Anodic Polarization in HF Solution", *J. Electrochem. Soc.* 136, 1561-1565 (1989). <https://doi.org/10.1149/1.2096961>
- [2] A. Jane, R. Dronov, A. Hodges and N. H. Voelcker, "Porous silicon biosensors on the advance", *Trends in Biotechnol.* 27, 230-239 (2009). <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2008.12.004>
- [3] S. Arshavsky-Graham, N. Massad-Ivanir, E. Segal and S. Weiss, "Porous silicon-based photonic biosensors: current status and emerging applications", *Anal. Chem.* 91, 441-467 (2018). <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b05028>
- [4] L. De Stefano, "Porous silicon optical biosensors: still a promise or a failure?", *Sensors* 19, 4776-4784 (2019). <https://doi.org/10.3390/s19214776>
- [5] J. Charrier, Y. Dumeige, P. Pirasteh and M. Gadonna, "Effect of interface roughness and polarization on the optical losses of porous silicon-based waveguides", *Micro. Nano. Lett.* 7, 275-278 (2012). <https://doi.org/10.1049/mnl.2012.0027>
- [6] S. Escobar, R. Nava, E. Flores-Romero and J.A. Reyes-Esqueda, "Light polarization in active photonic waveguides of porous silicon", *Photonic. Nanostruct.* 31, 44-51 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.photonics.2018.05.009>
- [7] A. V. Andrianov, D. I. Kovalev, N. N. Zinov'ev and I. D. Yaroshetskii, "Anomalous photoluminescence polarization of porous silicon", *JETP Lett.* 58, 427-430 (1993). [1993JETPL..58..427A](https://doi.org/10.1007/978-0-387-31701-4_2)
- [8] H. Koyama and N. Koshida, "Polarization retention in the visible photoluminescence of porous silicon", *Phys. Rev. B* 52, 2649-2655 (1995). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.52.2649>
- [9] G. X. Zhang, "Porous silicon: morphology and formation mechanisms", *Mod. Aspect. of Electroc.* 39, 65-133 (2005). https://doi.org/10.1007/978-0-387-31701-4_2
- [10] M. Thual, G. Moreau, J. Ribette, P. Rochard, M. Gadonna and J.C. Simon, "Micro-lens on polarization maintaining fibre for coupling with 1.55 μm quantum dot devices", *Opt. Commun.* 255, 278 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.optcom.2005.06.040>

Titre : Circuits photoniques intégrés hybrides à base de silicium poreux et de polymères pour des applications de biocapteurs

Mots clés : Biocapteurs ; Optique intégrée ; Micro-résonateurs ; Silicium poreux ; Biofonctionnalisation ; Structure hybride.

Résumé : Les biocapteurs sont des dispositifs servant à détecter la présence de biomolécules dans un milieu de détection, qui peut être un liquide ou un gaz. L'utilisation de l'optique intégrée permet d'exploiter diverses interactions des biomolécules avec la lumière propagée dans des structures guidantes compactes et facilement réalisables, comme le sont les micro-résonateurs. Dans cette thèse, nous utilisons du silicium poreux dans la fabrication de nos transducteurs optiques composant les biocapteurs. Il s'agit d'un matériau biocompatible présentant une surface spécifique importante sur laquelle peuvent être greffées des molécules. Il permet aussi d'exploiter la détection surfacique de biomolécules directement dans le volume du matériau de par sa nature poreuse. Le matériau a au préalable besoin de subir un procédé de

biofonctionnalisation pour permettre l'infiltration de molécules dans les pores qui le compose. En utilisant un procédé de photolithographie, des micro-résonateurs sont fabriqués pour être utilisés comme transducteurs pour la détection surfacique de BSA. La présence de la protéine dans le milieu de détection va induire une modification quantifiable des propriétés des transducteurs et liée à la concentration de la BSA. Une sensibilité de plus de 1000 nm/UIR a pu être obtenue et se révèle meilleure que l'état de l'art. La réalisation d'une structure hybride à base de silicium poreux et de polymères est étudiée. L'avantage de l'utilisation couplée du silicium poreux et des polymères est de permettre la réduction des pertes de propagation tout en améliorant les performances de ce type de biocapteur.

Title: Hybrid photonic integrated circuit based on porous silicon and polymers materials for sensing application

Keywords: Biosensors; Integrated optics; Micro-resonators; Porous silicon; Biofunctionalization; Hybrid structure.

Abstract: Biosensors are devices used to detect the presence of biomolecules in a sensing field, which can be a liquid or a gas. The use of integrated optics allows to exploit various interactions of biomolecules with propagated light in compact and easily realizable guiding structures, such as micro-resonators. In this thesis, we use porous silicon in the fabrication of our optical transducers for biosensors. It is a biocompatible material with a large specific surface on which molecules can be grafted. It also allows to exploit the surface detection of biomolecules directly in the volume of the material because of its porous nature. The material must first get a biofunctionalization process to allow the infiltration of molecules in

the pores that compose it. Using a photolithography process, micro-resonators are fabricated to be used as transducers for the surface detection of BSA. The presence of the protein in the detection field will induce a quantifiable change in the properties of the transducers related to the concentration of BSA. A sensitivity of more than 1000 nm/RIU could be obtained and is better than the state of the art. The realization of a hybrid structure based on porous silicon and polymers is studied. The advantage of the coupled use of porous silicon and polymers is to allow the reduction of propagation losses while improving the performances of this type of biosensor.