

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4 Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u>

3/158C-14

sité de Metz supélec Centre Lorrain d'optique et d'Electronique des Solides (Cloes)

Thèse

Présentée par

Jean Boudiombo

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Metz

Mention

PHYSIQUE

(Spécialité : Opto-électronique)

tude et Caractérisation Optique Linéaire et Non-Linéaire de Films Minces de Nitrure de Bore (BN) par Ondes Guidées

Soutenue le 26 Mai 1998

Devant la commission d'examen constituée de :



Université de Metz et Supélec

Ecole Doctorale PROMEMA

	BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE
SOMMAIRE	Nº inv. 19980585
Introduction	Cote S/M3 98 28 6
Chapitre 1 : Le Nitrure de bore (BN). Propriétés en Couches Minces et caractérisatio	Loc Magazin Physiques, Elaboration on structurale
1.1 Structures et Propriétés Physiques de BN (Rappe	els)
1.1.1 Structures	
1.1.2 Quelques domaines d'applications	
1.2 Méthodes d'élaboration de nitrure de bore (BN) en d	ouches minces22
1.2.1 Le Dépôt Ionique Réactif (Reactive Ion Plating)	
1.2.2 Le Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Pla	sma (PECVD)25
1.2.3 Résultats et Caractérisation Structurale	28
1.3 Conclusion	35

2.1 Rappels	41
2.1.1 Guides Plans Asymétriques à Saut et à gradient d'Indice	41
2.1.2 Mécanisme de Guidage	43
2.1.3 Déphasage à la Réflexion Totale et Coefficients de Fresnel	45
(a) Structure Simple	
(b) Structure Multicouches	
2.1.4 Coefficients de Réflexion	52
2.1.5 Guides à Modes Fuyants (Leaky wave-guides)	54
(a) Guides creux (Hollow wave-guides)	
(b) Quasi-guides d'ondes	
2.2 Equation de Propagation et Approximation BKW (Brillouin-Kramers-Wentzel	57
2.2.1 La Méthode BKW inverse (iWKB)	60
2.2.2 La méthode iWKB modifiée	61
2.3 Propagation guidée dans les milieux uniaxes	63
2.3.1 Ellipsoide des Indices d'un Cristal Anisotrope Rapporté à ses Axes Principaux	63
2.3.2 Ellipsoide des Indices dans un Repère Quelconque et Détermination de l'Axe	63
Optique d'un Film Mince Uniaxe	
2.3.3 Les Pertes Optiques	66

Chapitre 3 : Caractérisation Optique Linéaire o	le Films Minces par
la Spectroscopie des Lignes Noires (m-Li	nes)74

			75
3.1	Pres	entation de la Spectroscopie des Lignes Nonce (m 2000)	75
	3.1.1 L	Dispositif Expérimental Dispositif Expérimental	81
	3.1.2 3 3.1.3 (Calcul des paramètres Opto-géométriques des guides d'ondes	85
			87
3.2	Résul	tats Expérimentaux	87
	3.2.1 ł	n-BN Elaboré par RIP sur Verre	
	3.2.21	n-BN Elaboré par PECVD sur Verre	
	(a)	Influence de la Nature du Substrat	
	(-) (h)	Influence des Paramètres du Réacteur de Dépôt	
	(D) (C)	Mesure des Pertes Optiques à partir des modes guidés	
	(0)	a Etude de l'Anisotropie des Couches Minces et Détermination de l'Axe Optique	91
	3.7		101
	3.2	2.4 Précision des mesures	

Chapitre 4 : Caractérisation Non-Linéaire. Mesure des Coefficients Electro-Optiques de Films Minces de h-BN......108

4.1	
Introduction	
4.2 L'Effet Electro-Optique	109
4.3 Evaluation des Coefficients Electro-Optiques en Optique Guidee	115
4.3.1 Matériau pris en Sandwich entre deux Electrodes	117
4.3.2 Electrodes Coplanaires	
4.4 Calcul du Champ Electrique Produit par Deux Electrodes Copianaires	123
4.4.1 Variation de l'Indice de Réfraction et Coefficients Electro-optiques Associes	
4.4.2 Variation de l'Indice de Réfraction et Coefficients Elasto-Optiques	120
4.5 Etude Expérimentale et Résultats	IZI
4.5.1 Effet de la Tension Appliquée su ΔR	
4.5.2 Analyse et Interprétation	
4.5.3 Conclusion	138
Conclusion Générale et Perspectives	141
	142
Annexes	
Guides à Modes Fuyants : Méthode de calcul de l'indice et de l'épaisseur	142
Publications	

-Avant Propos-

Je remercie

M. M. Fontana, directeur du MOPS pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire dont il à la charge pendant ces années de recherche.

laboratoire aoni u a la charge perturni ces annoco do robre della B. Lepley, directeur du LICM pour la collaboration engagée entre les deux laboratoires du CLOES.

laboratoires au CLOED. G. Kugel, directeur du Cloes pour son soutiens. Dans les moments difficiles, il m'a encouragé et écouté.

M. Loulergue qui m'a proposé ce sujet de thèse après mon DEA. Il a tout mis en œuvre pour que je puisse travailler dans des conditions correctes. Il m'a encouragé et conseillé régulièrement.

encourage et conseille regulierement. M. A. Bath qui est à l'origine du projet Nitrure de Bore au sein du Cloes. Ce travail a été rendu possible grâce au dispositif performant d'élaboration de films minces qu'il a mis en place.

Mme Bessaudou, Stéphane Malhouitre de l'Université de Limoges qui m'ont permis de travailler sur leur couches minces. Ce fut une expériences très riches.

nous a permis de mieux comprendre la structure des couches de BN grâce aux clichés de MBE qu'il a réalisé.

cucres de MDE qu'une realise. M J. Maufoy qui m'a encadré lors de mon stage à Supélec.. Ses conseils et les nombreuses discussions chez lui m'ont aidé à comprendre certaines réalités et les multiples enjeux de la recherche.

M. Dominiac de l'ISGMP qui a aussi réalisé des clichés de MEB sur des échantillons de BN. De même, M. M. Goetz pour les discussions fructueuses...

P. Thévenin qui s'est occupé de l'élaboration des couches par PECVD et pour son aide et sa disponibilité pendant toutes ces années.

R. Kremer, P. Bindner qui ont été les compagnons de tous les jours. Leur aide et nos multiples conversations m'ont permis de mieux «supporter» les durs moments passés au Labo.

Et, sans oublier tout le personnel du Cloes et de Supélec qui s'investissent tous pour le bon fonctionnement de l'Institut.

Sincères remerciements à **Manu** pour son aide pendant la rédaction de cette thèse.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à :

M. le professeur P. Alnot pour avoir accepter de présider le jury de cette thèse. M. le professeur François Flory, qui a rapporté et critiqué ce travail. Sa bonne connaissance des méthodes de caractérisation optique des couches minces et ses conseils sur « le coupleur à prisme » m'ont permis de mieux présenter ce manuscrit. M. le professeur Alain Cachard, qui a aussi jugé et rapporté cette thèse. Son « regard » critique, son expérience concernant les techniques de l'optique intégrée et l'optique non-linéaire ont été pour moi une source importante pour une meilleure interprétation des résultats exposés ici.

Je n'oublie pas non plus

Mme M. C. Barroche conservateur à la bibliothèque de l'Université de Metz. Les nombreux contacts instructifs (Limoges par exemple) c'est elle. Le monitorat et tous les encouragements pour que je ne «baisse pas les bras» ... c'est encore elle.

les encouragements pour que je ne "buisse pas les bhastine du Technopole qui m'ont H. Collainmaire, et tout le personnel de la bibliothèque du Technopole qui m'ont encouragé ; tout comme mes amis de la mission étudiante du centre R. Schumann

ae Meiz. La liste est très longues et, j'ai sans nul doute oublié beaucoup d'autres, qu'ils acceptent mes excuses.

Dédicaces

A mon père,

A Jeanine et Thérèse, et tous mes frères et sœurs,

ce travail est aussi le votre...

A Raymonde,

qui a subi ce travail, car ayant connue elle aussi, la pression qui s'exerce sur un thésard

A Sorrel,

que ce travail te serve un jour d'exemple.

« Alors, dit un Professeur, Parlez-nous d'enseignement. Et il dit : Aucun homme ne peut rien vous révéler sinon ce qui repose déjà à demi endormi dans l'aube de votre connaissance. Le maître qui marche à l'ombre du temple, parmi ses disciples, ne donne pas de sa sagesse mais plutôt de sa foi et de son amour. S'il est vraiment sage, il ne vous invite pas à entrer dans la maison de sa sagesse, mais vous conduit plutôt au seuil de votre propre esprit. L'astronome peut vous parler de sa compréhension de l'espace, mais il ne peut pas vous donner sa compréhension. Le musicien peut chanter pour vous la mélodie qui est en tout espace, mais il ne peut vous donner l'oreille qui saisit le rythme, ni la voix qui lui fait écho. Et celui qui est versé dans la science des nombres peut parler du domaine des poids et des mesures, mais ne peut vous y conduire. Car la vision d'un homme ne prête pas ses ailes à un autre homme. Et de même que chacun de vous se tient seul dans la connaissance de Dieu, de même chacun de vous doit être seul dans sa connaissance de Dieu et dans sa compréhension de la terre ».

K. Gibran, Le Prophète.

Introduction

«... Et ce qu'il ne sait pas comment peut- il le chercher ne sachant pas quoi chercher » (Platon, <u>Le Menon</u>)

A l'ère des communications par voie optique, l'augmentation des débits d'informations, passe par la maîtrise de nouveaux matériaux pouvant permettre l'obtention de sources laser émettant dans l'UV ou le proche UV. Divers matériaux obtenus suivant différentes techniques d'élaboration sont ainsi utilisés pour, d'une part, fabriquer ces sources laser et d'autre part, pour servir de «media» pouvant véhiculer l'information.

La maîtrise de la croissance des matériaux en couches minces à base de semiconducteurs III-V ou II-VI de bonne qualité cristalline en vue d'une intégration hybride ou monolithique des composants optoélectroniques, présente beaucoup plus d'avantages que les matériaux férroélectriques. Selon les objectifs visés, les applications, un type de matériau constituera ainsi le meilleur média. La silice (SiO₂) a permis de fabriquer des fibres optiques et ainsi d'atteindre des débits de l'ordre de 100 Mbits sur de grandes distances et de supplanter ainsi le câble en cuivre.

En optique et optoélectronique intégrée, les guides d'ondes plans constituent les cellules de base d'une chaîne optoélectronique. Ils permettent l'interconnections entre différents composants : émetteurs, modulateurs, filtres, coupleurs, détecteurs etc....

Depuis les années 70, le LiNbO₃ est le matériau de référence en optique intégrée. Des composants optoélectroniques à base de semi-conducteurs III-V et II-VI comme GaAs, GaN, InP, InGaAs ont été fabriqué eux aussi et fonctionnent dans l'infrarouge pour des applications dans le domaine des télécommunications optiques. Cependant, le fonctionnement des dispositifs fabriqués à base de ces matériaux, dans des conditions sévères, à savoir : hautes températures, environnement corrosif, atmosphère irradiante, se heurte à une limitation de leurs propriétés physiques (cas des transistors MISFET avec des courants de fuite importants). Il faut donc trouver de nouveaux matériaux pouvant se substituer aux filières existantes.

En optique intégrée, les polymères, avec de forts coefficients non-linéaires (χ_{IJ} supérieurs à ceux de LiNbO₃) ont suscité beaucoup d'intérêt. Mais leur application dans certains domaines industriels demeure restreinte...

Les semi-conducteurs à grande bande d'énergie interdite (gap ~1.6 – 6.4 eV) et surtout les composés faisant parti du groupe dit «Diamond-Like (DL) » offrent beaucoup d'avantages.

Parmi ces nouveaux matériaux, les nitrures du groupe III ont retenu l'attention de plusieurs groupes de chercheurs. Dans ce groupe, le nitrure de bore (BN) qui présente une bonne transparence - du proche infrarouge à l'ultraviolet – élaboré en couches minces est un candidat potentiel. Il semble répondre aux multiples exigences posées en termes d'applications industriels. Le polymorphisme de ce composé - résultat de l'existence de plusieurs phases : amorphe, hexagonale, wurtzite, cubique - est à l'origine des propriétés physiques remarquables qui peuvent être exploités pour des applications en optique, en optoélectronique ou acousto-optique intégrées.

Des diodes électroluminescentes (DEL) émettant dans le bleu ont été fabriquées en laboratoire avec du nitrure de bore cubique^(*). La longueur d'onde de ce type d'émetteurs étant très petite, une diode laser (DL) émettant dans le bleu permettrait d'augmenter la capacité de données pouvant être stockées sur un disque compact par exemple.

De plus, les hétérostructures de GaBN ont été élaborées et étudiées^(**). Elles pourraient permettre la fabrication des structures laser à base de puits quantiques de c-BN avec un dopage approprié.

Par ailleurs, la phase hexagonale de ce composé présente une anisotropie des propriétés optiques qui peut être exploitée pour la fabrication de modulateurs électro ou acousto-optiques.

Enfin, les composants à onde acoustique de surface (SAW) utilisent les propriétés piézoélectriques des matériaux déposés en couche mince.

En optique intégrée, les films de LiNbO₃, ZnO sur silicium ou diamant, AIN sont largement étudiés. Or, pour générer des ondes acoustiques, on utilise un transducteur fabriqué en déposant des électrodes inter-digités ou «peignes». Le rôle de ce «peigne» est de transformer l'énergie électrique en énergie mécanique. Le paramètre qui est alors important pour un tel dispositif est la fréquence de fonctionnement. Si «d» est par exemple la distance inter-électrodes, cette fréquence est liée à la vitesse de propagation du son par la relation :

 $f = \frac{v_s}{2d}$.

(*) E. Yamaguchi, pp. 329-352, dans « Synthesis & Properties of Boron Nitride », Mat. Sci. Forum 54/55 ed. J.J. Pouch & S. A. Alterovitz, Trans Tech Pub. (1990)

> (**) T. Sugino, K. Tanioka, S. Kawasaki & J. Shirafuji, Jpn. J. Appl. Phys. 30, (1997) L 463-L 466

A titre d'exemple, le nitrure de bore avec une vitesse du son $v_s = 7000 \text{ ms}^{-1}$ et une distance d = 1µm, fournirait des fréquences de fonctionnement de l'ordre de 3,5 GHz. Un tel dispositif pourrait servir au développement du réseau de téléphone cellulaire (GSM). En effet, les dispositifs utilisés actuellement se heurtent aux limitations technologiques puisque pour atteindre de telles fréquences sur des matériaux utilisés, il faut des distances de l'ordre de 0.1 µm. Pour contourner cet obstacle, l'utilisation des matériaux présentant de grandes vitesses acoustiques comme de Diamant ou le Nitrure de bore pourrait améliorer les performances de ces dispositifs

L'idée est donc d'utiliser le nitrure de bore comme générateur d'ondes acoustiques. Dans ce but, la connaissance des propriétés optiques linéaires et non-linéaires de ce matériau par des techniques d'optique intégrée est donc indispensable.

Dans ce travail, consacré à l'étude de ces propriétés optiques, nous utiliserons la spectroscopie des lignes noires. L'avantage de cette méthode réside dans le fait que l'optique guidée permet des interactions importantes entre l'onde guidée et le film mince sur de faibles épaisseurs de l'ordre de 1 μ m.

- dans un premier chapitre nous présenterons les propriétés de BN et les méthodes d'élaboration en couches minces utilisées dans le cadre de cette étude à savoir le Dépôt lonique Réactif (RIP) et le Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Plasma micro-onde (PECVD).
- nous rappellerons les aspects théoriques concernant l'optique guidée dans un deuxième chapitre. L'outil de simulation des structures multicouches ou milieux stratifiés basés sur le calcul matriciel sera présenté.
- le troisième chapitre sera consacré aux résultats concernant l'analyse des propriétés optiques linéaires des films de BN. L'anisotropie des films sera prise en compte en ondes guidées.
- □ Enfin, la caractérisation non-linéaire et la mesure du coefficient électro-optique r₃₃ par utilisation d'électrodes coplanaires, configuration souvent utilisée en acousto-optique intégrée, clôturera cette étude.

Chap. I

Le Nitrure de Bore (BN) : Propriétés Physiques, Elaboration en Couches Minces et Caractérisation Structurale.

1.1 Structures et Propriétés Physiques de BN (Rappels)

Le Nitrure de bore (BN) est un matériau aux propriétés physiques exceptionnelles. Il est formé par l'association d'atomes de bore (B) et d'azote (N) pouvant présenter des états d'hybridation tetragonal sp³ ou trigonal sp². Il en résulte un polymorphisme qui se traduit par une isoélectronicité observée entre les différentes phases du BN et celles du carbone. Ainsi, le nitrure de bore hexagonal (h-BN) par exemple, qui est appelé graphite blanc (Fig. 1.1a) est semblable au carbone graphite ($C_{(g)}$) dans les conditions normales de température et de pression.



Fig.1.1 : Transformation de h-BN (a) en c-BN (b) et w-BN (c). d'après McKenzie et al. [1]

Les autres phases du nitrure de bore c'est-à-dire, la phase cubique (c-BN) (Fig.1.1b), wurtzite (w-BN) (Fig.1.1c), rhomboédrique (r-BN) et turbostratique (t-BN), se retrouvent aussi dans les différentes étapes de transformation du carbone lorsqu'on passe de la phase graphitique à la phase diamant ($C_{(d)}$) suivant la température et la pression comme le montre le diagramme de phase (Fig. 1.2). Notons cependant aussi la possibilité d'existence d'une phase amorphe.



Fig. 1.2 Diagramme de phase du nitrure de bore.

En pointillé (1) diagramme proposé par Solozhenko d'après la référence[3]. Sujet à controverse, ce diagramme est l'objet de nombreuses études actuellement.

La figure 1.2 montre le diagramme de phase du BN. Ce diagramme fait l'objet d'études supplémentaires. Cependant, on peut déjà retenir les caractéristiques suivantes : le nitrure de bore cubique (c-BN) est la phase stable à haute température et haute pression; la phase hexagonale (h-BN) est stable à basse pression et pour des températures relativement plus basses. La température de liquéfaction est de l'ordre de 3000 K.

En 1957, ce fut Wentorf [2] qui réussit pour la première fois à synthétiser pour la première fois le nitrure de bore cubique (c-BN) à partir d'une poudre de nitrure de bore hexagonale (h-BN). Il montrait alors le lien direct qui existe entre les deux phases, et ouvrait ainsi les voies vers un domaine de recherche sur le nitrure de bore qui n'a cessé depuis lors de susciter de nombreuses questions et applications...

Actuellement un travail important porte sur les questions suivantes : quels sont les mécanismes physico-chimiques qui régissent le passage d'une phase à l'autre, ou les paramètres de dépôt qui favorisent la croissance d'une phase particulière, entre autre pour fabriquer des films ou des cristaux de nitrure bore cubique (c-BN) pouvant remplacer avantageusement le diamant pour certaines applications...

Dans ce chapitre, nous allons rappeler les différentes structures cristallographiques du Nitrure de Bore (BN), les principales propriétés mécaniques, électroniques et optiques dans un premier temps. Puis, dans la deuxième partie, nous exposerons les deux méthodes qui ont été utilisées dans le cadre de cette étude pour l'élaboration du nitrure de bore en couches minces. Et enfin, la troisième partie sera consacrée à la caractérisation physicochimique des films minces ainsi obtenus.

1.1.1 Structures

A l'état naturel, le nitrure de bore hexagonal h-BN est une poudre blanche hygroscopique qui s'oxyde à l'air en dessous de 1000°C. Selon l'Encyclopaediae Universalis, ce composé est appelé «graphite blanc» à cause de la similitude avec le carbone graphite, et qui se traduit par les mêmes étapes de passage à la forme cubique[1-5]. Car en effet, soumis à des températures élevées (1800°C) et des pressions fortes (8500 bar), le h-BN se transforme en c-BN, fune substance très dure et transparente présentant une structure de type zinc-blende « ZnS ». Elle est aussi connue sous le nom de Borazon et possède une dureté comparable à celle du diamant.

La phase hexagonale est la forme la plus stable et la plus répandue à température ambiante. Elle présente une structure lamellaire constituée par un empilement de plans parallèles (Fig.1.3). Dans chaque plan, les atomes d'azote et de bore sont disposés aux nœuds d'un réseau hexagonal. Placés aux sommets d'hexagones réguliers qui s'emboîtent les uns sur les autres, les atomes ainsi assemblés forment une structure en nid d'abeille très connue sous la dénomination anglo-saxonne « honey-comb » (Fig.1.4). La cellule de base (hexagone) dans un plan a pour formule chimique B₃N₃. Les atomes appartenant au même plan sont reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes fortes puisqu'elles résultent de la mise en commun des deux électrons ; tandis que les atomes des différentes strates sont liés par des forces de type Van-der-walls faibles qui sont des liaisons entre dipôles.



Fig. 1.3 : Maille élémentaire de h-BN (A) montrant la superposition d'hexagones constitué d'atomes de bores et d'azotes (B_3N_3) dans chaque plan de la maille, selon Aita [1]. La figure 1.3 (B) représente une projection du plan (001) d'un hexagone par rapport au paramètre de maille a_0



Fig. 1.4 : Exemple de structure en nid d'abeilles d'après [6] vue au microscope à haute résolution (diamètre des cellules 0.14 µm).

Les forces du type Van-der-Waals étant faibles, l'empilement d'atomes formant le cristal de h-BN présente une grande compressibilité suivant l'axe c perpendiculaire aux plans des strates. Conséquence : le cristal pourra être déformé assez facilement le long de l'axe c par application d'une pression ou d'un champ électrique.

Par ailleurs, la maille élémentaire est une maille hexagonale compacte de type « carbone-graphite ». Si \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 représentent les vecteurs directeurs de la maille élémentaire du réseau, les atomes d'une telle maille occupent les sites ioniques définis selon les relations [7] (Fig. 1.4a) :

atomes de bore **B** : (0,0,0) ; $\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2) + \frac{1}{2}\vec{a}_3$ atomes d'azote **N** : $\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2)$; $\frac{1}{2}\vec{a}_3$

et la séquence d'empilement des feuillets est de type ABABAB... La distance entre feuillet est de l'ordre de $\frac{c_0}{2} = 0.3331$ nm, tandis que dans le même plan la distance séparant les atome de bore et d'azote est de a₀ = 0.144 nm. Le groupe d'espace est D_{3h} (6mm).



Fig. 1.4a : Structure hexagonale de BN. L'axe c est perpendiculaire aux plans dans lesquels se trouvent les hexagones (B₃N₃). Suivant cet axe, l'empilement des plans se fait selon la séquence ABAB....[7]. Un atome d'azote est suivi d'un atome de bore et inversement.



Fig. 1.4b : Structure hexagonale de BN. L'empilement des strates se fait selon la séquence ABCABC...[7]

Une autre maille cristallisant dans le système hexagonal a été rapportée dans la littérature [7]. La séquence d'empilement est du type ABCABC...Les atomes d'azote et de bore se trouvent aussi dans l'état d'hybridation sp² : dans une telle maille les atomes occupent alors les sites ioniques définis par (Fig. 1.4b):

atomes de bore **B**: $\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2) + \frac{1}{4}\vec{a}_3$; $-\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2) - \frac{1}{4}\vec{a}_3$; atomes d'azote **N**: $-\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2) + \frac{1}{4}\vec{a}_3$; $\frac{1}{3}(\vec{a}_1 + 2\vec{a}_2) - \frac{1}{4}\vec{a}_3$;

Le groupe d'espace est $D_{6h}=D_{3h} \times C_i$. Cette structure résulte d'un décalage des plans hexagonaux de la première structure de BN [7].



Fig.1.5 : Passage du h-BN (ABCABC...) au c-BN et du h-BN (ABAB...) au w-BN selon Lam et al.[1].

Lam et al.[1] ont étudié les mécanismes de formation de c-BN ou w-BN à partir de la transformation du r-BN et h-BN. Les figures 1.5a et b résument ce passage. Ils ont montré

le lien direct qui existe entre ces différentes phases suivant la température, la pression et le type de liaison mis en jeu.

→	Paramètres de maille(nm)	١	Masse volumique (g/c	m ³)	Constantes é (GP	lastiques a)
Matériaux	a ₀	C ₀	ρ	C44	C ₃₃	C ₁₁
h-BN ⊰(E _g ≈ 5.8 eV)	0.2504)	0.6661	2.28	2.52	31.2	750 -
w-BN (E _g ≈ 5.8 eV	0.2556)	0.4175	3.47	346	916	876
c-BN (E _g ~ 6.4 eV)	0.3615		3.48	450		831
Diamant (E _g ∼ 5.5 eV)	0.375)		3.52		~ !	900

Tableau 1 : Quelques propriétés physiques de BN comparées au diamant [3,5]

A l'opposé du graphite qui, lui est un sémimétal donc conducteur, le BN est un bon isolant à température ambiante; ce matériau peut être considéré comme un semiconducteur III-V à large bande interdite car constitué d'un atome appartenant à la colonne III (bore) et l'autre appartenant à la colonne V (azote) du tableau périodique.

Celà lui confère des propriétés remarquables tant en mécanique, de par sa dureté exceptionnelle, qu'en électronique et en optique, par la largeur de sa bande interdite qui lui donne une bonne transparence dans le domaine de l'ultraviolet au proche infrarouge [3-5].

Il présente une température de fusion de l'ordre de 3000°C, possède une conductivité thermique élevée de l'ordre de 13 W.cm⁻¹.K⁻¹ [5] et une grande tenue à la température. Des applications potentielles pour l'intégration de ce matériau dans des dispositifs d'échange de chaleur sont à l'étude. La structure cubique présente une dureté comparable à celle du diamant. Une valeur de 47 GPa est rapportée dans la référence [9]. Quelques caractéristiques physiques de hBN, cBN, C(g) et C(d) sont données dans le tableau cidessous.

1.1.2 Quelques domaines d'applications [10]

De nombreuses applications font de ce matériau l'un des plus prometteurs dans les années à venir. Le silicium ou les hétérostrucrures de semiconducteurs formées à partir des composés III-V (AsGa) ou II-VI (ZnSe) sont les matériaux les plus utilisés en microélectronique. Or il a été constaté que ces matériaux ne gardent pas les mêmes performances à haute température ($n_i = \sqrt{N_c N_v} \exp(-\frac{E_g}{2kT})$) en présence de rayonnements cosmiques ionisant dans la haute atmosphère. Il y a alors augmentation des courants de fuites dans les transistors. Un dopage approprié introduit dans le réseau cristallin du c-BN (Be, S, Al, P...) pourrait offrir une alternative aux limitations de ces semiconducteurs (baisse des courants de fuites dans des transistors et bonne résistance à la montée en température par exemple).

lci, se profilent les enjeux économiques qui entourent la maîtrise des techniques d'élaboration de la phase cubique du nitrure de bore. Ainsi, on observe déjà les applications suivantes :

• <u>En électronique</u>, ce matériau a été étudié pour la stabilisation des surfaces des semiconducteurs. Des études sur h-BN comme isolant de grille en vue de la réalisation des structures MISFET sur InP ont été réalisée par A. Bath et al. [11-12].

L'étude des propriétés électriques fait l'objet de nombreux travaux à l'Institut de recherche CLOES. Par ailleurs, comme tout semiconducteur [13] à large bande interdite (5.8 eV pour h-BN, cf tab. 1), la structure cubique avec un gap ~ 6 eV a permis de réaliser une diode électroluminescente émettant dans le proche UV [14].

• <u>En mécanique</u> [15-16] (cf tab1), le BN est utilisé comme abrasif et lubrifiant (¤) et comme revêtement pour la protection des coques en aéronautique, car il est inerte et très stable chimiquement ; et il possède une bonne résistance à la corrosion. A noter que dans

l'industrie des céramiques, tout comme le carbure de silicium (SiC), ce matériau intervient dans la protection des creusets et des moules utilisés pour le travail de l'acier fondu.

" http://www.zypcoattings.com/hardcoat.htm

• **En optique**, le BN a été utilisé comme support de masque pour la photolithographie aux rayons-X [17]. Selon la méthode de fabrication, les valeurs des indices varient entre 1.6 et 1.9 pour les phases hexagonales et amorphes. Alors que la structure cubique a un indice qui est compris entre 1.9 et 2.1[20]. h-BN et c-BN présentent en outre une bonne transparence dans une large gamme de longueur d'onde (UV-IR). La structure hexagonale présente une anisotropie optique qui se manifeste par deux indices de réfraction n_o dans le plan des feuillets [18-19] - ce qui entraîne que le matériau est alors optiquement isotrope - et n_e suivant l'axe *c* qui représente ici l'axe optique du cristal et qui est perpendiculaire au plan des feuillets. h-BN est un cristal uniaxe.

Matériaux (λ = 0.6328 μm)	indice	Vitesse du son (m/s)	Fréquence (GHz) IDT(1µm)
LiNbo ₃	$\begin{cases} n_o = 2.286 \\ n_e = 2.200 \end{cases}$	3500	0.9
SiO ₂	$\begin{cases} n_o = 1.457 \end{cases}$	3200	0.8
ZnO/diamant	$ \begin{cases} n_o = 1.990 \\ n_e = 2.015 \end{cases} $	10000	2.5
AIN	$\begin{cases} n_o = 2.08 \\ n_e = 2.12 \end{cases}$	6000	
h-BN	$\begin{cases} n_o \approx 1.65 \\ n_e \approx 1.71 \end{cases}$	~7000	

Tableau 2 : Propriétés optiques et acoustiques de quelques matériaux utilisés en Acousto-optique [5] Ainsi, de toutes les applications énumérées précédemment, nous remarquons que les propriétés optiques linéaires dépendent beaucoup des méthodes de fabrication. De plus, les propriétés optiques non-linéaires sont mal connues. Comme la vitesse du son dans un

matériau est donnée par $v_s = \sqrt{\frac{c}{\rho}}$ où c représente la constante élastique du matériau, une

vitesse de l'ordre de 7 km/s pour le nitrure bore (la plus élevée après celle du diamant), pourrait permettre de développer des dispositifs pour des applications en acousto-optique intégrée [34].

Malgré toutes les informations citées précédemment on peut remarquer que les propriétés physiques du nitrure de bore et plus particulièrement les propriétés optiques non-linéaires sont mal connues.

L'étude de ce matériau par des techniques de l'optique intégrée pour d'éventuelles applications dans des dispositifs intégrés pouvant fonctionner dans des conditions sévères présente un grand intérêt. La connaissance des propriétés optiques linéaires et non linéaires et piézoélectriques ou acoustiques des couches minces de BN suivant la technique de dépôt (CVD, PVD) [21-26] est de ce fait essentielle.

Matériaux	d ₃₃ (10 ⁻⁹ esu)	d ₃₁ (10 ⁻⁹ esu)	d ₁₁ (10 ⁻⁹ esu)
LiNbo ₃	30	15	
ZnO	21.5	7.1	
AIN	18.5	~0.7	
SiO ₂			0.8

Tableau 3 : Constantes piézo-électriques de quelques matériaux utilisés dans des dispositifsà ondes acoustiques de surface [5]

Une bonne maîtrise de la structure des couches déposées nécessite une caractérisation de celles-ci par diverses techniques comme par exemple la spectroscopie FTIR, le microscope électronique à balayage (MEB), l'ESCA ou XPS.

Dans le travail qui suit, la spectroscopie infra-rouge que nous utiliserons entre autre, offre une connaissance assez bonne du type de liaison (sp² ou sp³) comme le rapportent plusieurs auteurs [27-29].



Fig.1.6 : Modes actifs de h-BN en spectroscopie d'absorption IR d'après [1,2] : Le mode E_{1u} correspond à la vibration d'élongation dans le plan. Il est situé entre 1300-1400 cm⁻¹. Le mode A_{2u} correspond à la vibration de déformation « Bending » hors du plan située entre 780-800 cm⁻¹ [7].

Ainsi, les principales caractéristiques du BN qui se déduisent des spectres d'absorption infrarouge sont les suivantes : pour le h-BN la liaison sp² entre les atomes de bore et d'azote B-N correspondant à la vibration d'élongation « Stretching »(E_{1u}) dans le plan est situé vers 1400 cm⁻¹ et la liaison B-N-B est associée au mode de vibration de déformation A_{2u} hors du plan de type « Bending » vers 800 cm⁻¹ (Fig. 1.6). La structure cubique (c-BN) présente quant à elle un seul pic d'absorption situé entre 1070 et 1100 cm⁻¹.

L'utilisation du microscope à balayage électronique permet en outre d'identifier l'ordre dans lequel s'organise les couches déposées. Ce qui permettra une identification rapide de la phase des couches minces de BN. Ainsi les chercheurs qui ont essayé d'obtenir la phase cubique, ont généralement mis en évidence, avec cette technique, une stratification du matériau qui se dépose d'après la séquence BN amorphe (a-BN), BN hexagonal (h-BN) et enfin BN cubique (c-BN) comme l'ont montré Watanabe et al.[30].

Cette méthode de caractérisation dévoile aussi une organisation colonnaire de nos couches qui se retrouve généralement dans de nombreux matériaux obtenus par dépôt comme le montrent les études faites par Horrowitz et al.[31], Flory et al.[32] et comme nous le montrerons par la suite pour nos couches [33]. Une discussion des mécanismes physiques gouvernant la croissance colonnaire des couches minces pourra être trouvée dans les articles de Macleod [34]

1.2 Méthodes d'élaboration de nitrure de bore (BN) en couches minces

Les travaux qui s'inscrivent dans le cadre de cette étude sur le nitrure de bore sont une poursuite des investigations menées par A. Bath et al. [11-12] qui ont débuté à l'université de Delft aux Pays-Bas. Ces premières études consacrées à la caractérisation des structures MIS sur InP pour des applications en microélectronique et optoélectronique. Compte tenu des potentialités en optique du BN nous avons entrepris l'élaboration et la caractérisation de ce diélectrique. L'acquisition d'un dispositif PECVD micro-onde a donc permis d'entreprendre cette étude au sein de l'institut de recherche CLOES.

Il existe plusieurs méthodes d'élaboration des couches minces suivant les applications visées. Parmi ces méthodes, les dépôts assistés par plasma sont devenus depuis quelques années un important outil d'élaboration des couches minces et du traitement des surfaces. Ils permettent de fabriquer différentes sortes de matériaux suivant diverses phases à des températures relativement basses pour des applications tribologiques (résistance à l'usure), microélectroniques, optiques, acoustiques etc...

L'étude qui suit présente deux « process » de fabrication du nitrure de bore utilisant le plasma comme processus d'activation et de production des espèces excitées et donc réactives. La première est une méthode de dépôt physique, c'est le Dépôt lonique Réactif (Reactive lon Plating ou RIP) du LMCTS de l'université de Limoges [36] et l'autre, est une méthode chimique c'est le Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Plasma micro-onde (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition ou PECVD). La température est généralement le paramètre le plus déterminant pour un dépôt donné. De basses températures favorisent une fine cristallisation, et la formation de couches amorphes tandis que des températures élevées prédisposent à la formation de gros cristaux. La figure 1.7 montre un diagramme qui résume l'apparition des différentes phase en fonction de la pression d'argon et de la température relative du substrat en CVD classique.



Fig.1.7 Structure des couches en fonction de la pression d'argon et de la température relative du substrat [39]

Nous allons, dans les paragraphes qui suivent présenter ces deux méthodes de dépôt et dégager les principales caractéristiques du matériau obtenu.

1.2.1 Le Dépôt lonique Réactif (R.I.P)

L'élaboration des couches de BN par RIP a fait l'objet d'une thèse faite au laboratoire LMCTS de l'université de Limoges [36]. Nous rappellerons ici les principaux résultats obtenus.

Les dépôts ioniques réactifs (Reactive Ion Plating, ou RIP) regroupent différentes techniques de dépôt sous vide dans lesquelles le matériau à déposer est obtenu en vaporisant la source (lingot de bore) en présence d'un gaz (azote) avec une décharge électrique.

Une installation classique de dépôt ionique comprend en général :

-une enceinte à vide et son groupe de pompage,

-une source de mise en phase vapeur,

-les alimentations électriques de la cathode et de la source de mise en phase vapeur.

La figure 1.8 montre schématiquement le réacteur de dépôt utilisé pour l'obtention des films minces de nitrure de bore (BN) par le groupe LMCTS de l'université de Limoges. Le bore est évaporé dans la nacelle (4) au canon à électrons par bombardement ionique (énergie 10 keV) en présence d'une décharge électrique amorçée dans l'azote pur. Les substrats silicium ou verre (7) sont polarisés en RF (13.56 MHz) et peuvent être chauffés jusqu'à 600°C. Dans notre cas la température de 400°C suffit. L'introduction du gaz permet de faire remonter la pression dans l'enceinte et d'amorcer une décharge électrique entre la cathode porte - substrats et le reste de l'enceinte. Afin d'augmenter la réactivité du plasma, une décharge auxiliaire à cathode chaude est amorcée entre un filament en tungstène (11) qui émet des électrons par effet thermoélectronique et une électrode polarisée positivement (10).



Fig.1.8 : Réacteur de dépôt utilisé au LMCTS de l'université de Limoges

La décharge qui prend alors naissance est une décharge luminescente de type anormale. Elle permet de produire des particules énergétiques (ions) et des particules excitées. Les particules énergétiques créées dans la zone de lumière négative sont accélérées dans la chute de tension cathodique; elles acquièrent par la suite de l'énergie et pulvérisent le substrat avant le début du dépôt. Ce qui permet un nettoyage in-situ des substrats utilisés. En effet, le processus de dépôt s'effectue ici en deux étapes :

- avant de commencer la mise en phase vapeur du matériau à déposer, on amorce la décharge. Les ions pulvérisent alors directement le substrat permettant de le nettoyer.
- ensuite pendant l'étape de dépôt, on maintient toujours la décharge et c'est le dépôt en croissance qui est soumis au bombardement ionique. La vitesse de croissance est de 1.1 nm/s. Notons que la pression joue un rôle déterminant pour amorcer cette décharge. Une pression de l'ordre de 2 Pa, permet aux atomes de diffuser à travers le gaz support de la décharge, et d'arriver sur le substrat où ils s'adsorbent. Le porte substrat est fixe et ne subit aucune rotation.

1.2.2 Le Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Plasma (PECVD)

La technique PECVD est une méthode d'élaboration de couches minces appropriée pour des substrats fragiles tels que l'InP [11,12], puisqu'il permet des dépôts à des températures relativement basses (t < 300°C pour l'InP).

Les processus mis en jeu par la PECVD [34-37] peuvent être modélisés à partir des étapes bien connues de la CVD thermique avec une étape supplémentaire faisant intervenir une décharge luminescente basse pression : le plasma. L'énergie d'activation thermique dans les procédés CVD classiques est remplacée par une activation sous champ électrique permettant ainsi de réduire les températures de dépôt.

L'élaboration du nitrure de bore par cette technique se fait à partir du Borane Diméthyl Amine ou BDMA (BH₃NH(CH₃)₂). Ce précurseur, solide à température ambiante, devient liquide lorsque la température est supérieure à 36°C. Les vapeurs vont alors réagir avec de l'Azote au voisinage de la surface à recouvrir de façon à provoquer une réaction chimique donnant au moins un produit solide. L'énergie d'activation fournie par le plasma peut favoriser, dans certains cas, la diffusion des espèces chimiques dans le substrat. Cette diffusion à l'état solide entraîne une modification des produits de la réaction et assure généralement une bonne adhérence du revêtement.

L'appareillage utilisé pour l'obtention de ces dépôts varie considérablement suivant le type de dépôts que l'on désire. Les propriétés des matériaux déposés (adhérence, porosité, stoechiométrie, pureté, cristallinité, etc...) dépendent non seulement des paramètres et de la géométrie du réacteur de dépôt mais également des précurseurs employés.



de l'université de METZ.

Les principales caractéristiques du réacteur de Dépôt Chimique en Phase Vapeur (PECVD) utilisé pour l'obtention de couches minces de BN sont données sur la figure 1.9. Une telle installation comprend :

(1) une enceinte en quartz où se forme dans des proportions adéquates le mélange gazeux : gaz vecteur, Azote et composé volatil du matériau à déposer (BDMA + N_2 + Ar). Un circuit de refroidissement (circulateur d'eau) qui permet de maintenir une température constante dans l'enceinte en acier. De plus, un groupe de pompage moléculaire est utilisé pour éliminer les gaz après réaction.

(2) un porte-échantillons circulaire et dont le diamètre utile est de 10cm muni d'une résistance chauffante permettant de fixer la température de dépôt (350-450°). Il est situé à une distance réglable verticalement sous l'injecteur du précurseur et peut être polarisé. En

outre, le réacteur est configuré de tel sorte qu'aucune rotation n'est permise. Il est donc fixe pendant toute la durée du dépôt.

(3) un bâti muni d'un sas d'introduction d'échantillons et possédant une partie servant à contrôler l'entrée des gaz, avec des systèmes de réglage des débits (robinets, débîmètres) et permettant de fixer les débits des gaz (100cm³). Ces gaz (N₂ et Ar) sont introduits par le sommet de l'enceinte en quartz. La pression dans l'enceinte est régulée automatiquement.

(4) un générateur micro-onde (2.45 GHz) qui permet de créer le plasma par application d'un champ électrique alternatif. La décharge ainsi créée est entretenue par une onde électromagnétique (Magnétron) pour augmenter la densité électronique (3.10¹¹ cm⁻³).

A noter que l'injection des gaz permettant la production du plasma (Argon et Azote) se fait par la partie supérieure du tube de réaction. Tandis que les vapeurs de BDMA sont transportées à l'aide d'un flux d'azote et d'argon dans la zone réactive par un coude en pyrex, mobile suivant l'axe verticale. Ce ci permet d'ajuster la hauteur d'injection des vapeurs de BDMA par rapport au porte - échantillons et la zone où se créeent les espèces réactives.

Après stabilisation des températures et des débits, on « allume » le plasma pour commencer le dépôt.

La mise en oeuvre du phénomène de dépôt dans ce réacteur PECVD nécessite plusieurs étapes de travail :

- la création du vide total dans l'enceinte par pompage (10⁻¹ < pression < 10² Pa)
- l'ionisation des gaz de manière à attirer un flux d'ions important par polarisation de la cible.
- après stabilisation des températures et des débits, on allume alors le plasma. La vitesse de croissance du matériau, pour des dépôts « doux » est varie entre 0.3 et 1.5 nm/h.

Préparation des Substrats Avant Dépôt

Avant l'opération de dépôt, les substrats subissent deux types de traitement :

un traitement de nettoyage avant chargement et un autre traitement de dégazage et éventuellement décapage. Cette opération comprend deux étapes : un traitement de nettoyage avant chargement et un autre traitement de dégazage et éventuellement décapage. Cette opération comprend deux étapes :

(1) le dégraissage des substrats qui consiste à éliminer des contaminants organiques à l'aide de solvants organiques comme l'alcool et l'acétone.

En plus du traitement décrit ci-dessus nous avons effectué un dégraissage par ultrasons : le substrats (verre(BK 7), Silicium ou quartz) est immergé dans une cuve munie d'un générateur de vibrations ultrasoniques contenant le bain de dégraissage (HCI).

Enfin cette dernière étape est suivie d'un rinçage à l'eau désionisée des échantillons afin de procéder à une élimination systématique des acides et des produits des réactions de la surface du substrat.

> Dans certains cas, le décapage nous a permis d'éliminer des couches de dépôts d'origine minérale, d'oxydes natifs qui se forment au contact de l'atmosphère ambiante (SiO₂ sur Si par exemple). On l'effectue en phase liquide à l'aide de certains acides forts comme HNO₃.

1.2.3 Résultats et Caractérisation Structurale

La composition et les caractéristiques des couches peuvent être déterminées à l'aide de différentes techniques d'analyse physico-chimique. Ainsi, pour connaître la structure des couches déposées nous avons utilisé deux méthodes : la spectroscopie infra-rouge (FTIR) et le microscope électronique à balayage (MEB).

La caractérisation par spectroscopie infra-rouge (FTIR) est un moyen rapide de distinction des phases cubique et hexagonale et de détermination de la nature des couches de BN déposées. Les pics d'absorption vers 800 cm⁻¹ et 1400 cm⁻¹ sont caractéristiques de la phase hexagonale alors qu'un pic situé au voisinage de 1065 cm⁻¹ est révélateur de la présence de l'hybridation Sp³ synonyme de la présence de la phase cubique.

Chapitre 1



Fig.1.11 : Spectre IR obtenu sur l'échantillon 228 BN/Si par Dépôt lonique Réactif (RIP, Limoges). Les modes de vibration A_{1u} vers 800 cm⁻¹ et E_{1U} vers 1400 cm⁻¹ sont actifs en IR. Epaisseur de la couche ~ 1,7µm





Cette analyse montre que les couches obtenues présentent les caractéristiques de la phase hexagonale du nitrure de bore (hBN). En effet, sur la figure 1.11 les pics d'absorption à 800 cm⁻¹ et 1400 cm⁻¹ montrent la prédominance de la phase hexagonale dans les couches obtenues par RIP.

La figure 1.12 représente un spectre de transmission (UV-visible) de BN obtenu par RIP et déposé sur un substrat de verre (BK 7). On peut constater une assez bonne transmission de 400 à 950 cm⁻¹. Ce qui est d'un grand intérêt pour des applications en optique. Une transmission de l'ordre de 80% pour ce film a été obtenue.



Fig. 1.13 : Spectre IR typique des films obtenus par PECVD

La figure 1.13 ci-dessous représente un spectre IR typique des films obtenus par PECVD. Les mêmes caractéristiques sur les pics d'absorption se retrouvent sur ce spectre à savoir : au voisinage de 800 cm⁻¹ le mode de vibration A_{1u} correspondant à la vibration B- N-B, et le pic proche de 1400 cm⁻¹ correspondant à la vibration E_{1U} du nitrure de bore hexagonal.

Cependant, dans certaines couches, il faut signaler parfois la présence d'un pic d'absorption vers 1065 cm⁻¹ qui pourrait révéler la présence des atomes dans l'état d'hybridation Sp³ qu'il faudrait confirmer par d'autres méthodes de caractérisation. Avec les deux méthodes d'élaboration des films minces, PECVD ou RIP, on obtient des films de h-BN de structure hexagonale de bonne qualité optique.

Pour mieux cerner la structure microscopique des films, nous avons utilisé le Microscope Electronique à Balayage (MEB). Cette analyse permet d'étudier la morphologie et la topographie des couches (Fig.1.14-15).



Fig. 1.14 : BN/Verre(BK 7) par RIP (épaisseur~1.7 μ m). La structure colonnaire avec une légère déviation par rapport à la normale au plan du substrat est visible sur cette photographie prise au MEB. La croissance inhomogène de la couche sur le substrat s'organise suivant la séquence : a-BN et h-BN.

Dans le cas des substrats chauffés à plus de 400°C (procédé RIP), dévoile l'existence d'une couche intermédiaire entre le dépôt et le substrat (Fig. 1.14) formée pendant les premiers instants de dépôt.

Un examen de cette couche, en accord avec le spectre FTIR obtenu, montre que la couche intermédiaire amorphe est suivie de la phase hexagonale.

Cette observation a été rapporté par Watanabe et d'autres auteurs [30] qui ont montré en particulier par le MEB à haute résolution (HRTEM) que la couche intermédiaire correspond à la phase amorphe.

La croissance inhomogène de la couche sur le substrat s'organise suivant la séquence : a-BN et h-BN. En outre, la structure colonnaire avec une légère déviation par rapport à la normale au plan du substrat est visible sur la photographie prise au MEB (Fig. 1.14). Ce fait a été rapporté par Flory et al.[38].

Nous montrerons par la suite que cette configuration peut être décrite complètement par la méthode des ondes guidées que nous allons utiliser par la suite pour caractériser nos couches minces.

Les figures 1.15 montrent les dépôts obtenus par PECVD où nous pouvons remarquer ausssi la structure colonnaire.



Fig.1.15a : Photographie de la couche de h-BN/SiO₂/Si (dépôt n°172) fabriqué par PECVD. Notons l'homogénéité de la couche de SiO₂ ^{**} et la porosité de la couche de h-BN (1.1 μ m) du à la structure «colonnaire».



Fig.1.15b : Photographie d'une tranche de BN/SiO₂ obtenue au M.E.B et montrant l'interface entre les deux couches.

(**) : La couche de SIO₂ sur Si élaborée par PECVD a été fournie par Mr Prouteau du Laboratoire LETI (CNRS) de l'Université de Grenoble. En fait, les processus au niveau de l'interface BN-substrat sont mal connus. Les phénomènes sont très complexes en ce qui concerne cette interface: lorsque le substrat est chauffé avec une température suffisamment élevée, on constate qu'il y a formation d'une interface dépôt/substrat dont la nature cristallographique n'est pas toujours bien définie.

Nos expériences de guidage optique sont aussi conditionnées par l'état de la surface. Le bon état de la surface de l'échantillon évite les pertes par diffusion lors du couplage de l'onde à l'aide d'un prisme.

La figure 1.16 montre un exemple de la surface des échantillons obtenus par PECVD, mettant en évidence une surface propre, lisse et homogène.



Fig. 1.16 : Photographie au MBE de la surface de l'échantillon V5147, BN/Si. **Les photographies au MEB ont été effectuées au LPMM (ISGMP) de l'université de Metz..
Les spectres XPS ont permis d'établir que les couches obtenues présentent un rapport B/N voisin de 1. D'autres techniques comme la diffraction au RX à l'aide d'un goniomètre 0-20 vont ultérieurement préciser l'orientation des axes cristallographiques. En général, pour h-BN les plans de diffraction (002) dans de telles structures colonnaires, en accord avec l'analyse IR, montrent que l'axe optique est perpendiculaire au plan du substrat comme le rapportent T. Sugino et al. et d'autres chercheurs [29]. D'après ces observations, nous pouvons déjà conclure à partir des spectres FTIR que les échantillons qui seront utilisés dans notre étude ont une structure hexagonale avec l'axe optique perpendiculaire au substrat. Ce fait est important pour la caractérisation optique des couches minces par la spectroscopie des lignes noires.

En général, les dépôts obtenus par bombardement ionique, sont très denses et de porosité faible. C'est une conséquence du bombardement ionique continu et énergétique (10 keV) de la couche en croissance. Celle-ci joue en effet plusieurs rôles : entre autre, il provoque la pulvérisation des atomes mal intégrés dans la couche en croissance. Dans le cas des dépôts PECVD obtenus dans des conditions basses pressions et températures relativement faibles on obtient des couches plus poreuses comme le montrent les figures 1.15 a et b.

1.3 Conclusion

La nature des dépôts dépend du mode d'élaboration et des caractéristiques du réacteur de dépôt et des réactions chimiques qui interviennent, et du type de substrat utilisé (chauffé ou non). Dans le cas du BN obtenu par RIP [22] le dépôt est formé par réactions hétérogènes et comme il y a diffusion à l'état solide dans le substrat à cause des atomes qui pulvérisent ce dernier, il peut être le résultat d'une juxtaposition de plusieurs couches de structures différentes : a-BN, h-BN et parfois, dans certaines conditions, c-BN [30]. En ce qui concerne les dépôts obtenus par PECVD notons que les dépôt de BN sont formés directement à partir de la phase gazeuse sans réactions des précurseurs avec le substrat ni diffusion à l'état solide car les énergies des ions sont plus faibles. Pour des épaisseurs de l'ordre du micromètre on constate que le dépôt se compose d'une couche homogène d'indice constant. Les conditions expérimentales : température, pression partielle des précurseurs volatils, durée de vie des gaz dans la zone réactionnelle, géométrie de l'enceinte réactionnelle, énergie des ions incidents etc... peuvent influer sur la pureté et la stoechiométrie des matériaux déposés; ces paramètres influent également sur la cristallisation, l'uniformité et l'adhérence des dépôts. De plus, les films obtenus présentent une bonne adhérence. Ce ci étant dû d'une part à la préparation de la surface du substrat avant dépôt, et d'autre part à la formation d'une interface dépôt - substrat qui sert de substrat aux autres couches en croissance.

Références bibliographiques (Chapitre 1)

[1] C. R. Aita, pp. 1-20; P.K. Lam, R.M. Wentzcovitch & M.L. Cohen, pp 165-192; Mc Kenzie (p.194) 313-328; E. Yamaguchi, pp. 329-352, dans « Synthesis & Properties of Boron Nitride », Mat. Sci. Forum 54/55 ed. J.J. Pouch & S. A. Alterovitz, Trans Tech Pub. (1990)

[2] R. H. Wentorf, Jr., J. Chem. Phys., 26 (1957) 956.

[3] Properties of Group III Nitrides , ed. J. H. Edgar, Inspec pub. (1994).

[4] C. Oshima & A. Nagashima, J. Phys. : Condens. Matter 9 (1997) 1-20.

[5] Diamond Films & Coatings, Developpements, properties, and Applications,

ed. R. F. Davis (1993) 7-28. Voir aussi S. Yoshida, S. Misawa, Y. Fujii, S. Takada, H. Hayakawa, S. Gonda, et A. Itoh J. Vac. Sci. Techno., 16(4) (1979) 990;

H. Nishihara, M. Haruna, T. Suhara, « Optical Integrated Circuits », pp. 132-137, (ed. Mc Graw-Hill, New-York)(1985).

[6] Application de la supraconductivité, «Observatoire français des techniques avancées», (Masson, Paris) (1990).

[7] R. S. Pease, Acta Cryst. 5, (1952) 536; voir aussi : R. Geick, C. H. Perry and G. Rupprecht, Phys., Rev. 146 (2) 1966 ; J. F. Nye, «Physical Properties of crystal», (Oxford Science Publications, 1957).

[8] V. Z-H. Chan, J. B. Rothman, P. Palladino, L. G. Sneddon, R. J. Composto, J. Mater. Res., 11 (2) (1996) 373.

[9] T. A. Friedmann, L. J. Bernadez, K. F. McCarty, E. J. Klaus, D. K. Ottesen, H. A. Johnsen, & W. M. Clift, Appl. Phys. Lett. 63 (10) (1993) 1342.

[10] R. F. Davis, Proc. IEEE, vol. 79 (5) (1991) 702.

[11] A. Bath, P. J. van der Put, J. G. Becht, and J. Schoonman, J. Appl. Phys. 70 (8) (1991) 4366.

[12] A. Bath & al. Thin Solid Films, 241 (1994) 278.

[13] S. V. Nguyen, J. Vac. Sci. Technol. B 4 (5) (1986) 1159.

[14] O. Mishima, Mat SC. For., 54&55 (1990) 313 p.111-140, « in Mat. Sci. Forum vol. 54 & 55 (1990).

[15] T. Ichiki, T. Yoshida, Appl. Phys. Lett. 64 (7) (1994) 851

[16] T. Ichiki, T. Momose, T. Yoshida, J. Appl. Phys., 75 (3) (1994) 1330.

[17] R. F Davis, K. Nakamura, p.111-140, « in Mat. Sci. Forum vol. 54 & 55 (1990).

[18] M. J. paisley, L. P. Bourger & R. F. Davis, Thin Solid Films, 235 (1993) 30.

[19] A. J. Gatesman, R. H. Giles, & J. Waldman, J. Appl. Phys. 73 (8) (1993) 3962.

[20] S. L. Ren, A. M. Rao, P. C. Eklund, G. L. Doll, Appl. Phys. Lett. 62 (15) (1993) 1760 ; voir aussi : W. Baronian, Mater. Res. Bull., 7 (1972) 119 ; M. J. Rand, J. F. Roberts, J. Electrochem. Soc. 115 (1968) 423.

[21] R. T. Paine, C. K. Narula, Chem. Rev., 90 (1990) 73.

[22] I. Grenier & al. 4th International Symp. on Trends and new appl. in thin films Dresden 1993 in Thin Films Ed. by G. Hecht, F. Richter & J. Hahn, DGM D 61440 Oberursel (Allemagne).

[23] D. J. Kester, & R. Messier, J. Appl. Phys. 72 (2) (1992) 504-512

[24] T. A. Friedmann, L. J. Bernadez, K. F. McCarty, E. J. Klaus, D. K. Ottesen, H. A. Johnsen, & W. M. Clift, Appl. Phys. Lett. 63 (10) (1993) 1342.

[25] V. Z-H. Chan, J. B. Rothman, P. Palladino, L. G. Sneddon, R. J. Composto, J. Mater. Res., 11 (2) (1996) 373.

[26] M. Z. Karim, D. C. Cameron, M. J. Murphy & M. S. J. Hashmi, Surf. Coatings Technology, 49 (1991) 416.

[27] R. J. Nemanich, S. A. Solin, R. M. Martin, Phys. Rev. 23 (12) (1981) 6348.

[28] H. Herchen & M. A. Cappelli, Phys. Rev. B (47) 21 (1993) 14193.

[29] T. Sugino, K. Tanioka, S. Kawasaki & J. Shirafuji, Jpn. J. Appl. Phys. 30, (1997) L 463-L 466. Voir aussi Y. Osaka, N. Nakagawa & K. Kohno, Jpn. J. Appl. Phys. 36, (1997) L 334-L 336.

[30] S. Watanabe, S. Miyake, W. Zhou, Y. Ikuhara, T. Suzuki, M. Murakawa, Appl. Phys. Lett. 66 (12) 1478. Voir aussi R. F. Davis, K. S. Ailey, R. S. Kern, D. J. Kester, Z. Sitar, S. Tanaka, & C. Wang, "Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 339 (351) Materials Research Society (1994)

[31] F. Horrowitz, PhD Thesis, Université d'Arizona, Tucson (1983).

[32] F. Flory, G. Albrand, D. Endelma, N. Maythaveekulchai, E. Pelletier, H. Rigneault, Opt. Engeen. 33 (5) (1994) 1669.

[33] J. Boudiombo, A. Boudrioua, J. C. Loulergue, S. Malhouitre, J. Machet, à paraître dans Opt. Mat. (1998) 1665.

[34] H. A. Macleod, SPIE 325, "Optical Thin Films" (1982) 21; voir aussi M. Sikkens, I. J. Hodgkinson, F. Horowitz, H. A. Macleod and J. J. Wharton, Opt. Engeen. 25 (1) (1986) 142. Voir aussi K. H. Guenther, B. Loo, D. Burns, J. Edgell, D. Windham, K. H. Muller, J. Vac. Sci. Technol. A 7 (3) (1989) 1436.

[35] P. Aubert, Thèse de Doctorat, Univ. P. M. Curie (1996).

[36] S. Malhouitre, Thèse de Doctorat, Univ. de Limoges (1997).

[37] S. Audiscio, Monographie CAST n°8. Masson (1969).

R. Knoche & al. Proc. of the Eight International Conference on Chemical Vapor Deposition p. 653 Electrochemical Soc. (1981)

[38] R. Knoche & al. Proc. of the Eight International Conference on Chemical Vapor Deposition p. 653 Electrochemical Soc. (1981)

[39] J.J. Bessot - Coloque Avrires Dijon (1968) Le Vide, 136, (1968) 57

Chap.2

Propagation d'Ondes Electromagnétiques

dans les Guides d'Ondes Plans

a 2.1 Rappels

Les guides optiques sont des systèmes servant à guider et à confiner la lumière le long d'une direction. Dans le cas des guides plans, on peut distinguer deux grands groupes : les guides à saut d'indice et les guides à gradient d'indice. Ils sont les cellules de base des composants utilisés en optique et en opto-électronique intégrées.

2.1.1 Guides Plans Asymétriques à Saut et à Gradient d'Indice [1-3]

Un guide d'onde plan peut être schématiquement représenté par une couche diélectrique homogène et transparente d'indice n_g , prise en sandwich entre deux milieux présentant des faces infinies et parallèles d'indices constants. Le milieu sur lequel repose la couche diélectrique est appelé substrat et son indice sera noté n_s ; l'autre milieu recouvrant la couche est appelé superstrat et son indice réel sera noté n_c comme le montre la figure 1.1. Lorsque le substrat et le superstrat sont identiques ($n_c=n_s$) alors nous avons le cas particulier d'un guide symétrique comme dans le cas d'une fibre optique en géométrie cylindrique.



Fig. 1.1 Exemple de structure guidante

Plus généralement, les guides plans peuvent être formés d'un substrat homogène sur lequel on empile une succession de couches d'indices optiques constants, le tout étant recouvert d'un superstrat. Ce type d'empilement peut être obtenu par diverses techniques de dépôt.

Considérons à titre d'exemple la structure guidante représentée sur la figure 1.2. La direction de propagation de l'onde électromagnétique étant **Ox**, la direction **Oy** sera considérée comme étant infinie par rapport à la longueur d'onde et de ce fait, $\partial/\partial y=0$. Ce type de guide d'onde est appelé guide à saut d'indice.

Le deuxième groupe de guides plans utilisés en optique intégrée sont les guides à gradient d'indice. Ils sont obtenus à partir d'un matériau optiquement transparent dans lequel on forme une couche guidante par divers procédés [4]:

 par implantation d'ions on crée une zone de dommages agissant comme une barrière optique, d'indice faible (∆n~0.01) par rapport au reste du matériau alors considéré comme substrat. C'est le cas par exemple de LiNbO₃ : He⁺ et H⁺

• par exo (endo)-diffusion d'une espèce chimique (Ti par exemple) dans le cristal hôte.

Dans les deux cas en général contrairement au guide à saut d'indice, il n'y a pas de frontière nette entre la couche guidante et le substrat, mais une distribution continue de l'indice de réfraction qui varie suivant l'épaisseur du guide de manière décroissante à partir d'un indice qui correspond à l'indice du matériau à la surface du guide, jusqu'à l'indice du substrat.



Fig. 1.2 Propagation d'un faisceau lumineux par réflexion totale

Dans ce chapitre, la première partie sera consacrée à la description du phénomène de guidage à l'aide des lois de l'optique géométrique. Pour cela nous utiliserons les notions d'ondes évanescentes et de l'indice effectif du guide, puis nous généraliserons cette étude par l'utilisation de structures multicouches à l'aide du formalisme matricielle décrit par F.

Abeles [5] et F. Flory [6] à partir des équations de Maxwell. Enfin, nous présenterons le cas particulier d'une onde se propageant dans un guide constitué par un matériau anisotrope uniaxe.

2.1.2 Mécanisme de Guidage et Modes Guidés

Le fonctionnement d'un guide peut être expliqué simplement de la manière suivante : si l'indice n_g de la couche guidante est supérieur à l'indice n_c , du superstrat à et l'indice n_s du substrat, alors un rayon lumineux se propageant dans le guide sous un angle tel que

 $\sin(\theta) > \frac{n_s}{n_g}$ et $\sin(\theta) > \frac{n_c}{n_g}$ subit des réflexions totales sur les interfaces guide/substrat et

guide/superstrat . La puissance associée à l'onde reste alors piégée dans la couche intermédiaire prise en sandwich entre les deux milieux extrêmes. A partir des lois de Descartes, on définit alors les deux angles limites de réflexion totale par la relation (cf Fig. 1.2) :

$$\theta_{i,g} = \arcsin(\frac{n_i}{n_g}) \qquad \text{où i = c, s}$$
(1.1)



Fig. 1.3 : Onde évanescente à la surface de séparation de deux milieux d'indices n_g et n_c tel que $n_g > n_c$

Par ailleurs, à tout phénomène de réflexion totale est associé une onde évanescente à la surface de séparation des deux milieux. C'est une onde plane inhomogène dont une

composante du vecteur est imaginaire pur et l'autre, réelle s'atténue très rapidement avec la coordonnée d'espace (*Oz*) perpendiculaire aux interfaces (Fig. 1.3). On définit alors une profondeur de pénétration de l'onde dans les deux milieux extrêmes par la relation [7] :

$$d_{p} = \frac{\lambda_{0}}{2\pi n_{g}^{2} \left(\sin^{2}(_{g}\theta) - \sin^{2}(\theta_{ig})\right)^{\frac{1}{2}}}$$
(1.2)

En physique quantique, ce phénomène d'une onde traversant une barrière de potentiel est connu sous le nom «d'effet tunnel», et par la suite nous utiliserons la dénomination effet tunnel optique en particulier pour décrire le phénomène de couplage de la lumière dans un guide à l'aide d'un prisme [4].

Dans le cas des guides plans, on peut aussi expliquer le guidage de la lumière par une image de rayons se propageant en «zig-zag» dans un plan perpendiculaire au substrat (Fig.1.4). Ce qui signifie que l'énergie de l'onde incidente est confinée dans la couche guidante suivant *Oz*, mais pas suivant *Oy*.



Fig. 1.4 : Mécanisme de guidage. Le rayon optique progresse par "zig-zag" en procédant par réflexion successive sur chaque interface.

Soit k_i et k_r les vecteurs d'ondes, de l'onde incidente et de l'onde réfléchie :

$$\vec{k_i} \begin{cases} k_z = k n_g \cos(\theta) \\ k_x = k n_g \sin(\theta) \end{cases}$$
(a) et $\vec{k_r} \begin{cases} k'_z = -k n_g \cos(\theta) \\ k'_x = k n_g \sin(\theta) \end{cases}$ (b) (1.3)

Pour qu'il y ait propagation, il faut que la somme des déphasages subis par les composantes verticales soit égales à 2π . Appelons $2\Phi_{gs}$ et $2\Phi_{gc}$ les déphasages à la réflexion totale guide - substrat et guide - superstrat. Lors d'un «aller et retour» l'onde subit un déphasage supplémentaire qui est de : $2k h n_g \cos(\theta)$

Si h est représente l'épaisseur de la couche guidant, la condition de guidage est réalisée si les ondes interfèrent constructivement. Ce qui conduit à l'équation caractéristique des modes guidés plus connus sous la dénomination d'équation de dispersion c'est - à - dire :

$$2khn_g \cos(\theta) = \Phi_{gs} + \Phi_{gc} + 2m\pi \tag{1.4}$$

m =0,1,2...désigne ici l'ordre du mode de propagation. Il faut noter que l'entier «m» exprime que les états d'énergie et les fonctions d'ondes, solutions de l'équation de propagation dans un guide d'indice «n_g», et d'épaisseur «h», ne peuvent prendre que des valeurs discrètes, comme dans le cas très connu d'un électron piégé dans un puits quantique.

On appelle alors indice effectif pour le mode d'ordre «m», la quantité $N_m = \frac{K_x}{k} = n_g \sin(\theta_m)$

(1.5).

C'est l'indice que voit l'onde dans la direction de propagation **Ox**, c'est à dire parallèlement à l'axe du guide. Cette grandeur, mesurable dans le cadre de notre étude par la spectroscopie «m-Lines» est plus connue sous le nom «d'invariant de Descartes». Les expressions des déphasages guide-substrat et guide-superstrat seront explicitées dans la suite.

2.1.3 Déphasages à la Réflexion Totale et Coefficients de Fresnel

(a) Structure Simple

A la surface de séparation de deux milieux d'indices n_q et n_g , une onde optique se propageant dans le milieu incident d'indice « n_g » tel que n_g > n_q subit une réflexion totale. Le rapport entre l'intensité réfléchie et l'intensité incidente est donné par les coefficients de réflexion ou encore coefficients de Fresnel suivant les relations Chapitre 2

$$r_{gq} = \frac{\sqrt{n_g^2 - N_m^2} - i\sqrt{N_m^2 - n_q^2}}{\sqrt{n_g^2 - N_m^2} + i\sqrt{N_m^2 - n_q^2}} \quad en \quad polarisation \quad TE$$

$$r_{gq} = \frac{\frac{n_q}{n_g}\sqrt{n_g^2 - N_m^2} - i\frac{n_g}{n_q}\sqrt{N_m^2 - n_q^2}}{\frac{n_q}{n_g}\sqrt{n_g^2 - N_m^2} + i\frac{n_g}{n_q}\sqrt{N_m^2 - n_q^2}} \quad en \quad polarisation \quad TM$$
(1.5)
(1.6)

avec q = c, s les milieux extrêmes de part et d'autre du guide. Compte tenu du fait que nous sommes en réflexion totale on a bien $|r_{gq}| = 1$, les déphasages correspondant sont alors donnés par :

$$\Phi_{gq} = Arctan \left[\left(\frac{n_g}{n_q} \right)^{2\sigma} \left(\frac{N_m^2 - n_q^2}{n_g^2 - N_m^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \qquad \sigma = 0 \quad en \quad TE$$
$$\sigma = 1 \quad en \quad TM$$
$$q = a, s \tag{1.7}$$

On reconnaît dans ces expressions l'invariant de Descartes $N_m = n_g \sin(\theta)$

(b) Structures Multicouches [5]

Plus généralement, considérons un empilement de p couches diélectriques minces transparentes. Ces couches sont linéaires, homogènes, isotropes ($\varepsilon = \varepsilon_r \quad \varepsilon_0$), non magnétique ($\mu = \mu_0$) et non absorbantes. Dans un tel empilement chaque strate (j) sera

caractérisée par ses propriétés physiques à savoir : l'indice de réfraction n_j, l'épaisseur h_j, la perméabilité magnétique $\mu_j = \mu_0$.

Les milieux sont en outre supposés infinis dans les directions **Oy** et **Ox**. Soit *(E, H)* le champ électromagnétique de l'onde incidente à la pulsation ω . Les équations de Maxwell, en régime harmonique s'écrivent alors :

$$rot(E) = i \ \omega \mu_0 H$$
 (a) $div(D) = 0$ (c) avec $D = \varepsilon_r \varepsilon_0 E$ $rot(H) = -i \ \omega \varepsilon H$ (b) $div(B) = 0$ (d) avec $H = B/\mu_0$ (1.8)

où : *E* est le champ électrique associé à l'onde incidente, *D* est le déplacement électrique, *H* l'excitation magnétique, *B* le champ magnétique et $i^2 = -1$.

Le champ électromagnétique dans les milieux considérés peut se mettre sous la forme :

$$\begin{bmatrix} \boldsymbol{E} \\ \boldsymbol{H} \end{bmatrix} = \boldsymbol{F}_{\boldsymbol{y}}(\boldsymbol{x}, \boldsymbol{z}) \quad \exp[i(\omega t - \beta)] \tag{1.9}$$

En polarisation transverse, la fonction d'onde $F_y(x,z) = F_y(z)$ ne dépend que d'une seule cordonnée d'espace, et cette fonction est solution de l'équation de Helmholtz régissant la propagation d'une onde électromagnétique dans un milieu d'indice n_j :

$$\left[\frac{\partial}{\partial z^2} + k_0^2 n_j^2 - \beta^2\right] \qquad F(x, z, t) = 0 \quad \text{en polarisation TE}$$
(1.10)

$$\left[\frac{\partial}{\partial z^2} + k^2 n_j^2 - \beta^2\right] \quad F(\mathbf{x}, \mathbf{z}, t) = 0 \text{ en polarisation TM}$$
(1.11)

avec $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0}$ et β la phase de l'onde guidée suivant la direction de propagation. Une solution formelle de l'équation de propagation (1.10) est de la forme :

$$\boldsymbol{E}_{\boldsymbol{y}} = \boldsymbol{E}^{+} \exp(i\boldsymbol{k}_{j}\boldsymbol{z}) + \boldsymbol{E}^{-} \exp(-i\boldsymbol{k}_{j}\boldsymbol{z})$$
(1.12)

où E^+ et E^- représentent les amplitudes des ondes incidente et réfléchie, $k_j^2 = (n_j^2 k_0^2 - \beta^2)$

et
$$\beta = k_0 N_m$$
 (1.13)

Il y aura donc guidage dans la j^{ème} couche si $k_{j-1}^2 < 0$ et $k_{j+1}^2 < 0$ de sorte que $\frac{\beta}{k_0} > \sup(n_{j+1}, n_{j-1})$. On distingue donc trois types de régime de modes suivant les valeurs

des indices effectifs dans le cas ou le superstrat est l'air :

les modes d'air ou modes radiants obtenus lorsque N_m<n_c avec θ < θ_c=arcsin(n_o/n_g), ce qui signifie que k_j>0. D'un point de vue physique, la lumière est partiellement guidée (Fig. 1. 5) :



Fig. 1.5 : Mode d'air

• Les modes de substrat, lorsque $n_c < N_m < n_s$, et $\theta_s < \theta < \theta_c = \arcsin(n_c/n_g)$. Il y a alors réflexion totale à l'interface guide-superstrat. La propagation s'effectue avec des ondes transmises partiellement dans le substrat (Fig. 1.6).



Fig. 1.6 : Mode de substrat

• Les modes guidés sont obtenus lorsque $n_s < N_m < n_g$ alors $\theta > \theta_s = \arcsin(n_o/n_g)$ et dans ce cas le champ E_y produit des ondes est évanescentes dans le superstrat et le rsubstrat. L'onde électromagnétique reste alors confinée dans le diélectrique d'indice n_g (Fig. 1.6) :

Chapitre 2



Fig. 1.7 : Mode guidé

D'autre part, les équations de continuité de E_y et H_x , composantes tangentielles et normales aux interfaces en z = 0 et z = -h en polarisation TE s'écrivent :

$$E_{y(j-1)} (z = 0) = E_{y(j)} (z = 0)$$
$$E_{y(j)} (z = -h) = E_{y(j+1)} (z = -h)$$

Et les conditions faisant intervenir les dérivées premières :

$$\frac{\partial \mathbf{E}_{\mathbf{y}(j-1)}}{\partial z}\Big|_{z=0} = \frac{\partial \mathbf{E}_{\mathbf{y}(j)}}{\partial z}\Big|_{z=0}$$
(1.14)
$$\frac{\partial \mathbf{E}_{\mathbf{y}(j)}}{\partial z}\Big|_{z=0} = \frac{\partial \mathbf{E}_{\mathbf{y}(j+1)}}{\partial z}\Big|_{z=-h}$$

On retrouve et les conditions analogues en polarisation TM (continuité de Hy et Ex)

Ces conditions permettent de déterminer les constantes E^{\dagger} et E^{\bullet} qui vont intervenir dans le calcul des coefficients de réflexion.

Les équations de continuité des composantes tangentielles du champ électromagnétique, ci-dessus, permettent alors d'établir les relations suivantes :

en z = 0,

$$\begin{cases} \boldsymbol{E}_{(j-1)}^{+} = \boldsymbol{E}_{j}^{-} + \boldsymbol{E}_{j}^{+} \\ \boldsymbol{E}_{(j-1)}^{+} \boldsymbol{k}_{z(j-1)}^{-} = i \boldsymbol{k}_{z(j)} \left(\boldsymbol{E}_{j}^{-} + \boldsymbol{E}_{j}^{+} \right) \end{cases}$$
(1.15)

en z = -h

$$\begin{cases} E_{(j+1)} = E_{j}^{-} \exp(ik_{z(j)}h) + E_{j}^{+} \exp(-ik_{z(j)}h) \\ E_{(j+1)}^{-} k_{z(j+1)} = -i k_{z(j)} (E_{j}^{-} \exp(ik_{z(j)}h) - E_{j}^{+} \exp(-ik_{z(j)}h)) \end{cases}$$
(1.16)

Chapitre 2

$$\begin{cases} \mathbf{E}_{(j-1)}^{+} = \mathbf{E}_{j}^{-} + \mathbf{E}_{j}^{+} \\ \mathbf{E}_{(j-1)}^{+} \mathbf{k}_{z(j-1)}^{-} = \mathbf{i} \mathbf{k}_{z(j)} (\mathbf{E}_{j}^{-} + \mathbf{E}_{j}^{+}) \end{cases}$$
(1.15)

en z = -h

$$\begin{cases} E_{(j+1)}^{-} = E_{j}^{-} \exp(ik_{z(j)}h) + E_{j}^{+} \exp(-ik_{z(j)}h) \\ E_{(j+1)}^{-} k_{z(j+1)} = -i k_{z(j)} (E_{j}^{-} \exp(ik_{z(j)}h) - E_{j}^{+} \exp(-ik_{z(j)}h)) \end{cases}$$
(1.16)

Nous avons alors un système homogène qui admet des solutions si le déterminant associé est nul. Ce qui conduit à la relation :

$$\tan(k_{z(j)}h) = \frac{k_{z(j-1)} + k_{z(j+1)}}{k_{z(j)} \left(1 - \frac{k_{z(j+1)}k_{z(j-1)}}{k_{z(j)}^2}\right)}$$
(1.17)

Dans le cas très simple d'une couche diélectrique guidante d'indice n_g (g = j) « reposant » sur un substrat d'indice n_s (s = j+1) le tout étant recouvert par l'air d'indice n_a (a = j-1). Le développement de l'équation (1.17) conduit à l'équation des modes guidés (1.4) c.a.d

$khn_{g}cos(\theta) = \Phi_{gs} + \Phi_{gc} + m\pi$

où m=0,1,2...est l'ordre du mode et les déphasages à la réflexion totale sont données par l'expression (1.7).

A partir de l'équation caractéristique des modes guidés ou équation de dispersion on définit une épaisseur minimale pour le mode « m » : c'est l'épaisseur de coupure :

$$h_{m} = \frac{1}{k\sqrt{n_{g}^{2} - n_{s}^{2}}} \left[\arctan(\frac{n_{g}^{2}}{n_{a}^{2}}\sqrt{\frac{n_{s}^{2} - n_{a}^{2}}{n_{g}^{2} - n_{s}^{2}}}) + m\pi \right]$$
(1.18)

en polarisation TE, σ = 0, et en polarisation TM, σ = 1 :

D'autre part, les composantes du champ électrique, solutions physiquement acceptables de l'équation de propagation et applicables à notre structure en polarisation TE sont de la forme [3]:

$$H_{x} = \left(\frac{i}{\omega\mu}\right) \frac{\partial E_{y}}{\partial z} \text{ et } H_{z} = \left(\frac{-i}{\omega\mu}\right) \frac{\partial E_{y}}{\partial x}$$
(1.20)

La condition de normalisation du champ électromagnétique pour un mode «m» s'écrit [3,4] :

$$-\frac{1}{2}\int_{-\infty}^{+\infty}E_{y}H_{z}^{*}dz = \frac{\beta_{m}}{2\omega\mu}\int_{-\infty}^{+\infty}\left(E_{y}^{*}(z)\right)^{2}dz = 1 \quad \text{avec} \quad \beta_{m}=k_{0}N_{m}$$
(1.21)

on en déduit alors :

$$E^{+} = 2k_{g} \left(\frac{\omega \mu}{\left| \beta_{m} \left(h + \frac{1}{k_{c}} + \frac{1}{k_{s}} \right) \left(k_{g}^{2} + k_{c}^{2} \right) \right)^{\frac{1}{2}}}$$
(1.22)

$$\operatorname{et} \int_{-\infty}^{+\infty} E_{y}^{(l)} E_{y}^{(m)} dz = \frac{2\omega\mu}{\beta_{m}} \delta_{l,m}$$
(1.23)

.

 $\delta_{l,m}$ étant le symbole de kronecker.

2.1.4 Coefficients de Réflexion

Le formalisme matriciel développé par Abeles [4,5,6] permet de relier les composantes tangentielles E_y et H_z du champ électromagnétique aux interfaces (j) et (j+1). Ce qui permet de définir une matrice de transfert pour chaque couche et qui tient compte des caractéristiques physiques (μ_0 , n_i) de chaque couche. Ce formalisme permet de considérer notre structure comme une ligne de transmission à constante réparties. La modélisation sera alors plus aisée (Fig. 1.8).



Fig. 1.8 Structure multicouche. Dans les hétérostructures à base de semiconducteurs (InGaAs), ce type de structure permet la réalisation de diodes laser. La couche active se comporte alors comme un guide d'onde.

Ainsi les composantes du champ électromagnétique d'une interface quelconque de notre structure à l'ordonnée z_j s'obtiennent à partir des composantes de l'onde à l'interface z_{j-1} . Formellement on aura [6]:

$$\begin{bmatrix} E_{y}(z_{j}) \\ H_{z}(z_{j}) \end{bmatrix} = M_{j} \begin{bmatrix} E_{y}(z_{j-1}) \\ H_{z}(z_{j-1}) \end{bmatrix}$$
(1.24)

avec

$$M_{j} = \begin{bmatrix} \cos(k_{j}z_{j}) & -\frac{1}{g_{j}}\sin(k_{j}z_{j}) \\ -g_{j}\sin(k_{j}z_{j}) & \cos(k_{j}z_{j}) \end{bmatrix} \quad si \ n_{j} > n_{j+1}$$
(1.25)

et

$$M_{j} = \begin{bmatrix} ch(\kappa_{j}z_{j}) & -\frac{i}{g_{j}}sh(\kappa_{j}z_{j}) \\ -ig_{j}sh(\kappa_{j}z_{j}) & ch(\kappa_{j}z_{j}) \end{bmatrix} \quad si \ n_{j} < n_{j+1}$$
(1.26)

avec
$$\begin{cases} k_j^2 = (n_j^2 k_0^2 - \beta^2) \\ \kappa_j^2 = (\beta^2 - n_j^2 k_0^2) \end{cases}$$
(1.27)

$$g_j = \frac{1}{Z_j} = \frac{k_j}{k_0 f_j}$$
 conductance de la couche (j)

où $f_j = \mu_0$ en polarisation TE et $f_j = \varepsilon_0 n_j$ en polarisation TM.

Dans le cas spécifique de notre étude, il est commode d'exprimer les composantes tangentielles du champ électromagnétique de notre structure multicouche {prisme coupleur - gap d'air - couche mince - substrat} à la position z_s du substrat en fonction du champ incident à l'interface air/guide en $z_c = 0$ (Fig. 1.9). Nous avons alors :

$$\begin{bmatrix} E(z_s) \\ H(z_s) \end{bmatrix} = M \begin{bmatrix} E(z_0) \\ H(z_0) \end{bmatrix} \text{ avec } M = M_p \times M_{p-1} \times \dots \times M_j \times \times M_2 \times M_1$$
(1.28)

Le coefficient de réflexion de l'ensemble est alors donné par [5]:

$$r = \frac{g_c (M_{11} + g_s M_{12}) - (M_{21} + g_s M_{12})}{g_c (M_{11} + g_s M_{12}) + (M_{21} + g_s M_{12})}$$
(1.29)

où g_c est la conductance du superstrat ici l'air et g_s celle du substrat. Nous utiliserons cette relation pour modéliser la structure { prisme - gap d'air - couche mince - substrat } que nous utiliserons en spectroscopie m - Lines.



(Prisme - gap d'air - guide - substrat)

2.1.5 Guides à modes Fuyants (Leaky wave-guides)[12-17]

Les modes fuyants [12] ont été considérés pendant de longues années comme étant un phénomène limitatif aux caractéristiques de transmission attendus dans le cas d'un guide d'onde. En effet, les fuites qui se produisent aux interfaces à cause des réflexions partielles, provoquant une grande atténuation de l'onde guidée.

Les guides à modes fuyants sont réalisées simplement soit en superposant une couche d'indice faible sur une couche d'indice élevée; ainsi, en géométrie plane une onde va se propager dans une telle structure par réflexions partielles. Deux cas existent : les guides creux lorsque $n_g < n_c$ et $n_g < n_s$ et les quasi-guides obtenus lorsque $n_g > n_c$ et $n_s > n_g$

(a) Guides creux (Hollow waveguides) [13]

Lorsque l'indice du guide est inférieur à celui des deux milieux extrêmes n_s>n_c>n_g alors le phénomène de réflexion totale ne peut être réalisés aux interfaces guide substrat et guide superstrat .



Fig. 1.10 Propagation dans un guide « creux » comme dans une lame à faces parallèles. : $n_s > n_c > n_g$. Les lasers à gaz (CO₂) utilisent une telle configuration de même que les hétérostructures à base de semiconducteurs III-V.

Les solutions des équations de Maxwell comme nous l'avons montré au paragraphe précédent (cf équations 1.19) sont des imaginaires purs et correspondent à une propagation dans de tels structures par ondes évanescentes. Le développement des équations régissant de tels guides est proposé en annexe.

(a) Quasi-guide d'onde

Ici on considère que l'indice du substrat est supérieur à l'indice du guide et ce dernier est supérieur à celui du superstrat : $n_s > n_g > n_c$. Ainsi, il y aura réflexion totale à l'interface guide/superstrat et réflexion partielle à l'interface guide/substrat. Ce cas est l'un des plus connus car il offre beaucoup d'applications en optique [14]. La figure 1.9 représente la progression des rayons lumineux dans une telle structure.

Dans les années 70, parallèlement au développement de l'optique intégrée et des lasers à gaz, ce phénomène a pu être mis à profit pour optimiser les paramètres optogéométriques des quasi-guide d'onde [13,14].

55



Fig. 1.11 : Propagation dans un quasi guide d'onde : $n_s > n_g > n_c$

Nous montrerons par la suite que ces situations se rencontrent dans une structure multicouche lorsque un dépôt de BN est fait sur un substrat de silicium (Si) recouverts d'une couche d'oxyde de silicium.

2.2 Equation de Propagation et Approximation BKW [18-24] (Brillouin-Kramers-Wentzel)

Un guide optique est entièrement définis par son profil d'indice c.à.d la distribution de l'indice de réfraction suivant l'épaisseur du guide.

L'approximation BKW est une méthode analytique de résolution approchée de l'équation de propagation d'une onde électromagnétique et qui permet de déterminer le profil d'indice de la couche guidante. Considérons par exemple l'équation générale de propagation d'une onde électromagnétique dans un milieu d'indice n faiblement variable :

$$\frac{d^2 \mathbf{F}}{dz^2} + k^2 (n(z)^2 - N_m^2) \mathbf{F} = 0$$
(1.30)

où n(z) est une fonction bornée dans l'intervalle [n_{surf} , n_{sub}], continue et lentement variable, de forme inconnue. Pour que F soit solution de l'équation (1.30), avec les conditions aux limites imposées par la structure guidante, il faut que cette fonction soit de la forme [1]:

$$\boldsymbol{F}(z) = A(z) \exp(i\varphi(z)) \tag{1.31}$$

c'est à dire une fonction constituée d'une partie oscillatoire dans la partie guidante, et d'une partie exponentielle décroissante en dehors du guide. Introduisons l'équation (1.31) dans (1.30) et en séparant les parties réelle et imaginaire il vient que :

$$\begin{cases} \frac{d^{2}A}{dz^{2}} - \left(\frac{d\varphi}{dz}\right)^{2} A + k^{2} \left[n(z)^{2} - N_{m}^{2}\right] A = 0 \quad (a) \\ 2 \frac{d\varphi}{dz} \frac{dA}{dz} + \frac{d^{2}\varphi}{dz^{2}} A = 0 \quad (b) \end{cases}$$
(1.32)

Comme nous avons supposé que la fonction n(z) est lentement variable, nous pouvons utiliser l'approximation de l'enveloppe lentement variable qui consiste à négliger le terme

$$\frac{d^2 A}{dz^2}$$
 devant $\left(\frac{d\varphi}{dz}\right)^2$.

L'équation 1.32a devient :

$$\left(\frac{d\varphi}{dz}\right)^2 = k^2 \left(n(z)^2 - N_m^2\right) \tag{1.33}$$

qui n'est autre que l'équation éikonale décrivant l'évolution d'un rayon de lumineux dans un milieu d'indice lentement variable.

A partir de la variation de la phase, il est possible de déterminer l'amplitude de l'onde qui se propage dans la couche guidante. En effet posons : $p(z) = \frac{d\varphi}{dz}$, l'équation 1.32b s'écrit alors

$$2p\frac{dA}{dz} + A\frac{dp}{dz} = 0 \tag{1.34}$$

La résolution de cette équation conduit à deux cas possibles :

Guide à saut d'indice

:



Fig. 1.12 : Profils d'indice : guide à saut d'indice (trait plein) et guide à gradient d'indice (pointillé)

$$\frac{dA}{dz} = 0 \quad et \quad \frac{dp}{dz} = 0 \quad ce \text{ qui correspond à } k^2 \left(n(z)^2 - N_m^2 \right) = cte \tag{1.35}$$

Alors la méthode WKB donne une solution exacte de l'équation de propagation. Dans ces conditions le guide présente un profil en marche d'escalier (Fig. 1.12).

Guide à gradient d'indice

Dans le cas général l'équation (1.33) se met sous la forme :

$$\frac{1}{A}\frac{dA}{dz} = -\frac{1}{2p}\frac{dp}{dz}$$

Ce qui donne une solution générale de la forme [2] :

$$\boldsymbol{F}(z) = \frac{C_0}{\sqrt[4]{k^2(n(z)^2 - N_m^2)}} \cos\left(\int_0^{zt} \sqrt{k^2(n(z)^2 - N_m^2)} dz - \chi\right)$$
(1.36)

où χ représente une constante de phase.



Fig. 1.13 Progression d'un rayon dans un guide à gradient d'indice z_t représente ici le point tournant

On constate que la solution de la partie oscillatoire possède un pôle au point

 $N_m = n(z_t)$, avec z_t représentant «le point tournant». En ce point la solution passe d'une allure oscillatoire à une allure évanescente. C'est le point de pénétration maximum de la lumière dans la couche guidante.

Le problème qui se pose à l'expérimentateur est alors le suivant : connaissant les différentes valeurs $N_m = n(z_t)$ obtenues par la spectroscopie des lignes noires, quelle est la forme générale de la fonction n(z), c.est à dire le profil d'indice correspondant à un guide d'onde donné?. Ce problème une fois résolu, permet de remonter à l'homogénéité des couches obtenues par les divers méthodes de dépôt, car en effet, ces dernières présentent souvent des couches de passage [6] indiquant l'inhomogeneité des couches élaborées.

2.2.1 La Méthode BKW Inverse (iWKB)

Pour un profil d'indice quelconque, l'équation de dispersion d'un guide d'onde obtenu à partir des équations de Maxwell en tenant compte des conditions aux limites s'écrit [18]:

$$k_0 \int_{-\infty}^{x_1} \left(n^2(z) - N_m^2 \right)^{\frac{1}{2}} dz = (m-1)\pi + \Phi_{gs} + \Phi_{ga}$$
(1.37)

On suppose que n(z) est une fonction continue par morceaux, décroissante et lentement variable. A la surface du guide on suppose aussi que l'indice est maximal et on pose $n(o) = N_0$. D'autre part dans l'approximation géométrique on admet que l'onde plane progresse dans le guide par des réflexions totales de telle sorte que les avancements de phase guide

- revêtement et guide - substrat sont respectivement $-\frac{\pi}{2}$ et $\frac{\pi}{4}$. L'équation de dispersion cidessus s'écrit alors :

$$\sum_{k=1}^{m} \int_{0}^{z_{m}} \left(n^{2}(z) - N_{m}^{2} \right)^{\frac{1}{2}} dz = \frac{(4m-1)}{8} \lambda_{0}$$
(1.38)

Dans ce cas la position des points tournants z_m peut être calculée à partir des intégrales l'équation (1.38).

En effet l'utilisation d'un développement de Taylor au voisinage du point tournant permet d'écrire la fonction n(z) sous la forme :

$$n(z) = N_k + \frac{(N_{k-1} - N_k)}{(z_{k-1} - z_k)} (z - z_{k-1}) \text{ avec } z_{k-1} \le z \le z_k \quad \text{avec } k \ne 0$$
(1.39)

Une hypothèse supplémentaire pour résoudre notre problème consiste à dire que, entre deux points successifs très proches, z_k et z_{k+1} la fonction n(z) est linéaire. Ce qui permet de

remplacer n(z) par la valeur $\frac{N_{k-1} + N_k}{2}$ pour $z_{k-1} \le z \le z_k$

A partir de la relation de dispersion on obtient alors la relation de récurrence [19]:

$$z_{m} = z_{m-1} + \frac{3}{2} \lambda \left(\frac{N_{m-1} + 3N_{m}}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \left(N_{m-1} - N_{m} \right)^{\frac{1}{2}} P_{m}$$
(1.40)

avec

$$P_{m} = \left\{ \frac{4m-1}{8} + \frac{2}{3} \sum_{k=1}^{m-l} \left(\frac{N_{k-1} + N_{k}}{2} + N_{m} \right)^{\frac{l}{2}} \left(\frac{z_{k-l} - z_{k}}{N_{k-l} - N_{k}} \right) \left(\left(N_{k-l} - N_{m} \right)^{\frac{3}{2}} - \left(N_{k} - N_{m} \right)^{\frac{3}{2}} \right) \right\}$$

et $z_{l} = \frac{9}{l6} \left(\frac{N_{0} + 3N_{l}}{2} \right)^{-\frac{l}{2}} \left(N_{0} - N_{l} \right)^{-\frac{l}{2}}$ et $z_{0} = 0$ (1.41)

A l'aide d'un choix judicieux de l'indice de surface $n(0)=N_0$ on peut alors reconstruire le profil d'indice correspondant aux indices effectifs mesurés.

2.2.2 La Méthode iWKB Modifiée [24]

Lorsqu'on travaille sur des milieux stratifiés comme les structures multicouches on peut rencontrer un autre type de guidage dit par modes fuyants (cf paragraphe 1.1.5). Ce type de modes a été longtemps considéré comme étant un phénomène parasite et donc limitatif au niveau de la transmission des informations par voie optique. Cependant pour des lasers, il a été montré que ce type de guidage peut s'avérer intéressant. Dès lors la méthode *iWKB* peut être étendue aux cas des modes fuyants selon que le phénomène de fuite se produit à l'interface guide substrat ($n_s > n_g > n_c$) ou aux deux interfaces guides-substrat et guide-superstrat ($n_s > n_c > n_q$).

Dans le premier cas ($n_s > n_g > n_c$) (Leaky wave guide on one side ou quasi-guide d'onde) on peut considérer que les avancements de phase guide-superstrat et guide-substrat sont respectivement - $\pi/2$ et π [14].

L'équation de dispersion se met alors sous la forme :

$$\sum_{k=1}^{m} \int_{0}^{2m} \left(n^{2}(z) - N_{m}^{2} \right) dz = \frac{(4m-1)}{8} \lambda_{0}$$
(1.42)

Et lorsque ($n_s > n_c > n_g$) (Hollow wave guides, guide creux) on aura [15]:

$$\sum_{k=1}^{m} \int_{0}^{z_{m}} \left(n^{2}(z) - N_{m}^{2} \right) dz = \frac{\left(4m \right)}{8} \lambda_{0}$$
(1.43)

Les formules de récurrence utilisées dans le cas des modes guidés permettent alors de déduire : $z_0 = 0$ dans les deux cas et

$$z_1 = \frac{3s}{16} \left[\left(\frac{N_0 + 3N_1}{2} \right) (N_0 - N_1) \right]^{-\frac{1}{2}}$$
(1.44)

s étant un paramètre qui dépend du type de guide.

Nous pouvons ainsi étendre la méthode iWKB aux modes fuyants. Ce qui est un outil puissant de caractérisation des guides à modes fuyants pouvant être utilisé par exemple pour la fabrication de structures lasers à base d'hétérostructures de semiconducteurs III-V ou II-VI.

2.3 Propagation Guidée dans les Milieux Anisotropes Uniaxes

2.3.1 Ellipsoïde des Indices d'un Cristal Rapporté à ses Axes Principaux

L'ellipsoïde des indices représente la surface indicatrice du tenseur de permittivité diélectrique [ɛ]. C'est une surface fondamentale dans l'étude des anisotropies induites par des champs extérieurs lors de l'interaction onde électromagnétique/matière ou champ électrique appliqué/matière. Car en effet, cette surface se modifie légèrement sous l'action d'un champ extérieur et les nouvelles propriétés optiques du milieu sous contraintes pourront en être déduites.

Il existe un repère lié aux axes principaux d'un cristal dans lequel les composantes du champ électrique *E* et les composantes du vecteur déplacement **D** sont colinéaires [25,26]. Le tenseur de permittivité diélectrique est alors diagonal et se met sous la forme suivante :

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xi} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zi} \end{bmatrix}$$
(2.1)

On définit aussi une surface d'énergie constante à partir de la relation :

$$U = \frac{1}{2} \stackrel{\clubsuit}{E} \stackrel{\clubsuit}{.D}$$
(2.2)

Le développement de cette expression suivant les différents axes principaux du cristal conduit à [7] :

$$\frac{D_x^2}{2U\varepsilon_0} \frac{1}{n_x^2} + \frac{D_y^2}{2U\varepsilon_0} \frac{1}{n_y^2} + \frac{D_z^2}{2U\varepsilon_0} \frac{1}{n_z^2} = 1$$
(2.3)

Pour introduire une surface représentative de l'équation (2.3) ci-dessus il suffit de considérer un vecteur orienté suivant la direction du vecteur D de cosinus directeurs {a,b,c}. Alors en faisant une transformation de similitude tel que

$$\frac{D_i^2}{2U\varepsilon_0} \rightarrow i^2 \qquad i = x, y, z \tag{2.4}$$

nous obtenons l'expression bien connue :

$$\frac{x^2}{n_x^2} + \frac{y^2}{n_y^2} + \frac{z^2}{n_z^2} = 1$$
(2.5)

qui représente l'équation d'une surface (E) appelée «ellipsoïde des indices» ou « indicatrice » (Fig.2.1).

Le plan perpendiculaire au vecteur d'onde k_0 passant par l'origine des axes donne une ellipse dont les axes n_z et n_x sont les valeurs propres de l'équation de Fresnel [7]. Ces axes sont parallèles aux vecteurs propres D_0 et D_e . On peut ainsi représenter sur un diagramme les variations de l'indice en fonction des différentes orientations possibles du vecteur induction électrique D.



Fig. 2.1 Ellipsoïde des indices. **R**_{e,o} : vecteurs représentant la direction de propagation des rayons extraordinaire et ordinaire.

Dans le cas des milieux uniaxes, l'ellipsoïde des indices est un ellipsoïde de révolution autour de l'axe Oz qui est l'axe optique du cristal. Une section méridienne quelconque est

décrite par une ellipse ayant pour longueur des demi-axes, l'indice extraordinaire n_e=OA sur l'axe optique et l'indice ordinaire n₀=OB dans le plan *(zOy)* (Fig.2.2).

Quelque soit l'inclinaison φ , du fait de la symétrie de révolution de l'ellipsoïde, la valeur de l'un des indice est constante et vaut n_o dans le plan perpendiculaire à l'axe optique. L'état de polarisation correspondant est appelé état de polarisation ordinaire **D**_o et correspondra à un faisceau de lumière de polarisation TE toujours perpendiculaire à **Oz** quelque soit l'angle φ . La direction de l'état de polarisation **D**_e associée à l'onde extraordinaire est donnée par la projection de l'axe optique sur le plan d'onde (Fig. 2.1).



Fig. 2.2 Indice extraodinaire d'un cristal uniaxe (n_e-n_o)>0 en fonction de φ

D'après la figure 2.2 ci-dessus, l'indice extraordinaire dépend de l'angle φ et sera noté n(φ). Ainsi, en tenant compte de l'équation de la section méridienne de l'ellipsoïde [26] : Chapitre 2

$$\frac{y^2}{n_y^2} + \frac{z^2}{n_z^2} = 1$$
(2.6)

et en considérant que $y = sin(\varphi)$ et $z = cos(\varphi)$, on montre que :

$$n_{z}(\theta) = \frac{n_{e}n_{o}}{\left[n_{e}^{2}\sin(\varphi)^{2} + n_{o}^{2}\cos(\varphi)^{2}\right]^{\frac{1}{2}}}$$
(2.7)

Si on change la direction du vecteur d'onde, φ varie et on observe que n_y(φ) décrit un cercle car n_y² = constante et n_z(φ) décrit une ellipse.

Pour $\varphi = 0$ la lumière incidente se propage suivant l'axe optique et $n_z(0)=n_e$ tandis que lorsque $\varphi = 90^\circ$, le vecteur d'onde k_0 est perpendiculaire à l'axe optique et $n_z=n_y=n_o$. L'équation (2.7) est une relation fondamentale qui permet de calculer simplement $n_z(\varphi)$, l'indice de réfraction associé à l'état de polarisation extraordinaire dans un milieu uniaxe lorsque l'axe optique se trouve dans un plan parallèle à celui du substrat.

2.3.2 Ellipsoïde des Indices Dans un Repère Quelconque et Détermination de l'Axe Optique d'une Couche Mince

Les matériaux de symétrie $C_{6v} = 6mm$ (AIN, ZnO, CdS, h-BN...) obtenus par diverses techniques de dépôt (dépôt doux comme c'est le cas pour la technique PECVD) ont souvent leur axe optique perpendiculaire à la surface du substrat [27-31]. Il peut arriver que sous certaines conditions (flux de particules arrivant obliquement sur le substrat) [29], cet axe forme un angle γ avec la normale au plan du substrat (direction *Oz*). L'ellipsoïde des indices sera donc dévié (tilted) par rapport à l'axe *Oz* (Fig.2.3). Ce cas est souvent rencontré dans les matériaux obtenus par pulvérisation cathodique[28]. Dans certaines expériences on peut forcer cette configuration comme l'ont rapporté Flory et al. [6] en jouant sur la configuration du réacteur de dépôt. D'une manière générale, dans le nouveau repère (*Ox', Oy', Oz'*), l'indicatrice sera décrite par l'équation :

$$\frac{x'^2}{n_{x'}^2} + \frac{y'^2}{n_{y'}^2} + \frac{z'^2}{n_{z'}^2} = 1$$
(2.8)



Fig.2.3 Ellipsoïde des indices avec axe optique incliné par rapport à la normale **Oz**

Pour une onde plane dont le vecteur d'onde est situé dans le plan *zOx*, le tenseur diélectrique *[ɛ]* est alors de la forme [28] :

$$\varepsilon' = \begin{bmatrix} \varepsilon_{x'} & 0 & \varepsilon_{x'z'} \\ 0 & \varepsilon_{y'} & 0 \\ \varepsilon_{x'z'} & 0 & \varepsilon_{z'} \end{bmatrix}$$
(2.9)

où les nouveaux éléments du tenseur diélectrique sont liés aux anciens par les relations

$$\begin{cases} \varepsilon_{x'} = n_x^2 \cos^2(\gamma) + n_z^2 \sin^2(\gamma) & (a) \\ \varepsilon_{z'} = n_x^2 \sin^2(\gamma) + n_z^2 \cos^2(\gamma) & (b) \\ \varepsilon_{x'z'} = \frac{1}{2} (n_x^2 - n_z^2) \sin(2\gamma) & (c) \\ \varepsilon_{y'} = n_y^2 & (d) \end{cases}$$

Pour déterminer l'orientation des axes cristallographiques d'un matériau déposé en couche mince, la méthode la plus utilisée est celle des rayons X (spectre de diffraction θ -2. Dans le cas où l'axe optique ne se trouve pas dans le plan du substrat, la méthode du paragraphe précédent ne nous permet plus de décrire l'orientation de l'axe optique par rapport à la normale au substrat par l'utilisation de la relation (2.7).

Or, dans des guides optiques uniaxes, la propagation de l'onde optique depend de son état de polarisation. La figure 2.4 montre schématiquement la propagation d'un rayon lumineux dans un tel milieu. En polarisation TE, le champ électrique associé à l'onde TE «voit» le même indice n_o dans le plan (*xOy*). L'équation de propagation des modes guidés est celle donnée au paragraphe (1.1.2) (équation 1.4). En polarisation TM, lorsque l'axe optique présente une certaine inclinaison par rapport à la normale au plan du substrat, il faut alors utiliser l'équation des modes guidés qui tient compte de l'angle d'inclinaison [27-29].

Dans notre cas la spectroscopie des lignes noires (m-Lines) en polarisation TM, peut nous permettre de déterminer la direction de l'axe optique dans l'hypothèse (confirmée par la spectroscopie infrarouge, et par le MEB) où nous avons un matériau de structure

hexagonale et donc uniaxe. Et surtout, si le matériau étudié à une biréfringence de l'ordre de 0.1[29-31].

Il est alors judicieux d'utiliser le model de Horowitz [30-32] qui permet de décrire la propagation d'une onde dans un milieu stratifié se présentant sous forme de colonnes déviées par rapport à la normale du substrat (comme pour les cristaux liquides) [26]. Seule la polarisation TM permet alors de remonter à l'information qui nous intéresse dans le cas des matériaux de symétrie 6mm (Fig. 2.4).



Fig . 2.4 Propagation dans un guide anisotrope uniaxe positif $(n_z - n_x) > 0$ en polarisation TM

En effet, en tenant compte de l'orientation γ de l'axe optique par rapport à la normale du substrat, l'équation des modes guidés pour une onde polarisée TM s'écrit alors [29,31] :

$$\frac{2\pi}{\lambda} h \frac{n_{y} n_{z}}{n} \left(n^{2} - N_{m}^{2}\right) = m \pi + \Phi'_{gs} + \Phi'_{ga}$$
(2.11)
où

$$\Phi'_{gj} = \arctan\left[\left(\frac{n_{y} n_{z}}{n_{j}^{2}}\right) \left[\left(\frac{N_{m}^{2} - n_{j}^{2}}{n^{2} - N_{m}^{2}}\right)\right]^{\frac{1}{2}}\right]$$
(2.12)
et

$$n = \sqrt{n_y^2 \sin^2(\gamma) + n_z^2 \cos^2(\gamma)}$$
(2.13)



Fig. 2.4 Structure colonnaire proposée par Horrowitz [30] avec axe dévié d'un angle γ Par rapport à la normale au plan du substrat.

Dans la relation (2.11) on voit apparaître l'angle γ formé par l'axe optique et la normale au substrat par l'intermédiaire des équations (2.10) donnant les indices dans le nouveau repère. L'expression (2.13) introduite dans la relation (2.11) nous donnent l'équation des modes guidés qui tient compte de l'inclinaison de l'axe optique par rapport à la normale au plan du substrat.

Pour déterminer l'angle γ il suffit de considérer alors deux modes m et (m+1) au moins, et d'utiliser une méthode de calcul itérative. La procédure à suivre est alors la suivante : on détermine d'abord l'indice ordinaire n_o et l'épaisseur h pour $\gamma = 0$ en polarisation TE. Ensuite, on introduit ces valeurs dans l'expression (2.11); on peut alors remonter à aux valeurs de l'indice extraordinaire n_e et de l'angle γ . On verra dans les résultats obtenus que γ doit correspondre à une valeur minimum qui dépend de la biréfringence du matériau. Connaissant n_o, n_e et h, on peut vérifier si la valeur de γ trouvée est la bonne. On utilise à ce propos la méthode des moindres carrés. Il suffit de considérer que l'angle comme une

inconnue et de rechercher la valeur de γ pour laquelle l'écart quadratique moyen(least square procedure) présente un minimum.

Cette méthode de calcul des paramètres optiques d'un guide sera décrite dans le chapitre 3.

2.3.3 Les Pertes Optiques

Dans un matériau, il existe des inhomogénéités qui peuvent être à l'origine de l'atténuation de l'onde au cours de sa propagation. Les matériaux élaborés par les différentes techniques de dépôts sont donc plus ou moins transparents. Cette absorption est le plus souvent exprimée sous la forme d'une atténuation. Une onde électromagnétique se propageant le long de l'axe Ox, pourra alors être représentée avec un facteur d'amplitude de la forme exp(ik_0n_gx) avec $n_g=n_r$ -in_i un indice complexe dont la partie imaginaire traduit l'atténuation du matériau. Naturellement cette absorption provoque une atténuation des modes guidés.

D'autres paramètres physiques peuvent être à l'origine de l'atténuation de l'onde optique dans les guides : les rugosités d'interfaces.

Les méthodes les plus utilisées pour la mesure des pertes optiques sont nombreuses. Entre autre, la technique utilisant trois prismes coupleurs décrites dans la référence[33] et celle utilisant un prisme et une caméra CCD [6,33] permet d'évaluer les pertes en relevant l'atténuation de la diffusion le long du trajet de la lumière à la surface du guide. Le couplage en bout [4], nécessite l'utilisation de plusieurs échantillons obtenus à partir d'un échantillon d'origine. Connaissant leurs dimensions on peut évaluer le coefficient d'atténuation en comparant l'intensité transmise. C'est une méthode plus simple mais difficilement exploitable en toute rigueur.

Nous allons voir par la suite que dans notre étude la partie imaginaire de l'indice de réfraction peut être déduite de la largeur de la courbe de résonance en Spectroscopie «m-Lines» comme l'ont montré P. Graupner et al.[34] par ajustement des courbes de résonnance.

71
Références Bibliographiques (Chapitre 2)

[1] R. G. Hunsperger, "Integrated Optics: Theory and Technology", Ed. T. Tamir, Springer-Verlag (Berlin, 1985);

Voir aussi W. A. Snyder & J. D. Love, "Optical Waveguide Theory", ed. Chapman & Hall (Londre, 1983).

[2] C. Vassalo, "Théorie des guides d'ondes électromagnétiques", Eyrolles & CENT-ENSET, voir aussi I. et M. Joindot, "Les telecommunications par fibres optiques", Dunod & CENT-ENST (Paris, 1996).

[3] A. Yariv & P. Yeh, "Optical Waves in Crystals", (J. Wiley & Sons, New York 1984)

√ [4] P. D. Chandler, P. J. Chandler, & L. Zhang, "Optical Effects of Ion Implantation, p. 167

(Cambridge Studies in Modern Optics)

- × [5] F. Abeles, Ann. Phys. 5 (1950), voir aussi, E. Kretschmann, Z. Phys. 241 (1971) 313
- K [6] F. R. Flory (Ed.), "Thin Films for Optical Systems, (M. Dekker Inc., 1996)
 - [7] S. Huard, "Polarisation de la lumière", p. 249, ed.Masson (Paris, 1994)
 - [8] P. K. Tien, Appl. Opt. 10 (1971) 2395
 - [9] H. Wang & J. Hurtado-Ramos, Pure Appl. Opt. 5 (1996) 239
 - [10] C. L. Mitsas & D. I. Siapkas, Appl. Opt. 34 (10) (1995) 1678
 - [11] L.E. Regalado, R. Machorro & J. M. Siqueiros, Appl. Opt. 30 (22) (1991) 3176
 - [12] J. Boudiombo, A. Boudrioua, J. C. Loulergue, A Bath, P. Thévenin, Phys. Status Solidi A (1997).
 - × [13] K. Ogusu, M. Miyagi & S. Nishida, JOSA 70 (1) (1980) 48.
 - K [14] T. Ding & E. Garmine, Appl. Opt. 22 (20) (1983) 3177, voir aussi M. Born & E. Wolf, "Principles of Optics", Pergamon Press (1959)
 - × [15] R. T. Kersten, Opt. Act. 22 (6) (1975) 503
 - [16] S. T. Kirsch, Appl. Opt. 20 (12) (1981) 2085
 - √ [17] F. Yang, & J. R. Sambles, JOSA B 10 (5) (1993) 858
 - [18] P. J. Chandler & F. L. Lama, Opt. Acta 33 (2) (1986) 127
 - [19] F. L. Lama & P. J. Chandler, J. Modern Opt. 35 (9) (1988) 1565
 - [20] R. Oven, S. Batchelor, D. G. Ashworth, D. Gelder & J. M. Bradshaw, Electron. Lett. 31
 - (3) (1995) 229
 - [21] B. Pantchev & Z. Nikolov, IEEE JQE 29 (1) (1993) 154

- [22] L. P. Shi, E. Y. B. Pun, & P. S. Chung, Opt. Lett. 20 (15) (1995) 1622
- [23] K. S. Chiang, IEEE JLT, LT-3, (2) (1985) 385
- [24] J. M. White & P. F. Heidrich, AppL. Opt. 15 (1) (1976) 152
- [25] J. F. Nye, "Physical Properties of Crystals", (Oxford Sciences Publ., 1957)
- [26] H. Nishihara, M. Haruna, T. Suhara, «Optical Integrated Circuits» McGraw-Hill (New York, 1985)
- [27] D. Endelma, « Mesure de l'anisotropie des couches produites par évaporation », Thèse de Doctorat, Univ. Aix-Marseille III (1991) ;
- voir aussi Kaddad, Thèse de Doctorat, Univ. St Etienne (1989).
- [28] O. Parriaux, F. Cochet, Opt. Lett. 9 (11) (1984) 484.
- [29] F. Flory, G. Albrand, D. Endelema, N. Maythaveekulchai, E. Pelletier, H. Rigneault, Opt. Engeen. 33 (5) (1994) 1669
- [30] F. Horowitz & S. B. Mendes, Appl. Opt. 33 (13) (1994) 2659
- [31] H. Janchen, D. Endelema, N. Kaiser, F. Flory, Pure Appl. Opt. 5 (1996) 405 ;
- voir aussi H. A. Macleod, SPIE 325, "Optical Thin Films" (1982) 21
- [32] M. Sikkens, I. J. Hodgkinson, F. Horowitz, H. A. Macleod and J. J. Wharton, Opt. Engeen. 25 (1) (1986) 142
- \pm [33] Y. H. Won, P. C. Janssand and G. H. Chartier, Appl. Phys. Lett. 37 (3) (1980) ;
 - voir aussi Y. Okamura, S. Sato and S. Yamamoto, Appl. Optics 24 (1985) 57.
 - [34] P. Graupner, J. C. Pommier, A. Cachard, J. L. Coutaz, J. Appl. Phys. 71 (9) (1992) 4136.

Chap.3

Caractérisation Optique

Linéaire de Films Minces par la Spectroscopie

des Lignes Noires (m-Lines)

3.1 Présentation de la Spectroscopie des Lignes Noires (m-Lines)

3.1.1 Dispositif Expérimental

La figure 3.1 représente le dispositif expérimental développé au Laboratoire MOPS de l'Université de Metz et Supélec. Les composants optiques qui constituent ce dispositif sont les suivants [1]:

✤ un laser He-Ne émettant à 0.6328 µm dans le rouge.

✤ un porte prisme monté sur un goniomètre dont le moteur pas à pas est commandé à l'aide d'une carte d'acquisition IEEE reliée à un PC.

✤ La précision angulaire de ce moteur et de 10⁻³ °.

un porte échantillon qui est lui-même fixé sur des platines possédant des translations Ox,
 Oy et Oz.

Une vis micrométrique, pour contrôler le gap d'air entre le prisme de couplage et le guide.

un polariseur permettant de sélectionner la polarisation linéaire TE ou TM

✤ une lentille (L) pour focaliser le faisceau à la base du prisme de couplage

une lame séparatrice et une fente permettant de réduire la taille du faisceau incident.

un photodétecteur (PD) relié à un amplificateur qui, lui est relié à un système d'acquisition permettant de transformer le signal lumineux en signal électrique.

✤ un indexeur rotateur.

Le principe du coupleur à prisme dans cette technique a fait l'objet de nombreux travaux et a été particulièrement traité par P. K. Tien et R. Ulrich [2,3]. Il consiste à injecter un faisceau de lumière dans un guide d'onde à l'aide d'un prisme à haut indice. Pour notre étude nous utilisons un prisme de Rutile (TiO₂, n_{p,o} = 2.588, n_{p,e} = 2.8652 et A_p 44.788).

Le faisceau incident à la base du prisme subit des réflexions totales produisant des ondes évanescentes. L'onde stationnaire qui est créée dans le gap d'air situé entre le prisme et la couche guidante peut pénétrer dans celle-ci par effet tunnel optique. Il y a alors transfert d'énergie lumineuse dans le guide par excitation des modes si les conditions d'accord de phase sont réalisées, c'est à dire, la constante de propagation longitudinale de l'onde





Fig. 3.1 : Schéma du dispositif expérimental [2]

Par conséquent une décroissance de l'intensité réfléchie sur la base du prisme est observée. Nous utilisons pour cela un prisme à angle droit en rutile. Deux situations peuvent se produire pour un gap d'air uniforme.

En effet, comme le montre la figure, lorsque le faisceau incident d'une onde plane arrive sur la base du prisme et assez loin de l'angle droit, on observe sur l'écran un spot dans lequel on peut voir apparaître une ligne noire pour un mode guidé donné [4]. La ligne brillante observée ici provient du découplage de l'onde dans le prisme lorsque un faisceau de type Gaussien est utilisé.



Fig 3.2. Distribution de l'intensité dans la couche guidante :

(1.a) loin de l'angle droit du prisme : découplage de l'onde

(1.b) près de l'angle droit, pour un transfert maximal de l'intensité incidente.

Par contre, si le faisceau est dirigé à proximité de l'angle droit du prisme, l'onde plane est injectée dans le guide et il n'y a pas découplage. Le faisceau réfléchie est alors visualisé à l'aide d'un écran d'observation. On peut voir une ou plusieurs lignes noires correspondant aux modes excité dans l'épaisseur du guide. La mesure des minima de reflectivités donnant les angles de synchronisme des modes guidés et / ou des modes fuyants permettent de calculer les indices effectifs à partir de la relation :

$$N_{m} = n_{p} \sin(\theta_{p}) \text{ avec } \theta_{p} = A_{p} - \arcsin\left(\frac{\sin\left(\alpha_{m}\right)}{n_{p}}\right)$$
(3.1)



Fig. 3.3 Plage angulaire des modes guidés pour un prisme en rutile (TiO₂)

La figure 3.3 donne les indices effectifs en fonction de l'angle d'attaque du prisme. Elle nous donne aussi la plage angulaire théorique dans laquelle se trouve les indices effectifs correspondant à un guide pour un angle du prisme A_p et un indice n_p donné.

D'autre part, à partir de l'équation de dispersion des modes guidés :

$$khn_{a}\cos\left(\theta\right) = \Phi_{as} + \Phi_{ac} + m\pi \tag{3.2}$$

nous pouvons obtenir les courbes donnant les indices effectifs en fonction de l'épaisseur du guide pour une plage angulaire donnée. La figure 3.4 présente cette courbe en polarisation TM.



Fig.3.4 Exemple de courbe de dispersion pour un guide d'épaisseur h = 1.6 μ m avec n_g = 1.71, n_s = 1.51 à 0.6328 μ m en polarisation TM

Par ailleurs, à partir de l'équation de dispersion on peut obtenir l'épaisseur de coupure pour un mode m. Cette grandeur est donnée par la relation :

$$h_{m} = \frac{1}{k\sqrt{n_{g}^{2} - n_{s}^{2}}} \left[\arctan(\frac{n_{g}^{2\sigma}}{n_{a}^{2\sigma}} \sqrt{\frac{n_{s}^{2} - n_{a}^{2}}{n_{g}^{2} - n_{s}^{2}}}) + m\pi \right]$$
 3.3

avec σ = 0 en polarisation TE et σ = 1 en polarisation TM.

Kersten [6] a présenté une étude générale sur la précision des mesures obtenues lorsqu'on travaille avec un dispositif utilisant un prisme coupleur et un goniomètre. Il en ressort que : la détermination des paramètres optiques par m-Lines dépend des indices effectifs et donc des angles synchrones donnant les modes guidés. Ces paramètres dépendent de la précision de mesure de l'angle externe α , de l'angle du prisme A_p et de l'indice du prisme n_p. Dans notre situation, l'erreur commise sur la détermination de N_m est donnée par :

$$\Delta N_m = \left(\frac{\partial N_m}{\partial n_p}\right) \Delta n_p + \left(\frac{\partial N_m}{\partial \alpha}\right) \Delta \alpha + \left(\frac{\partial N_m}{\partial A_p}\right) \Delta A_p$$
or

$$\frac{\partial N_m}{\partial n_p} = \sin\left(A_p - \arcsin\left(\frac{\sin(\alpha)}{n_p}\right)\right) + \frac{\sin(\alpha)}{n_p^2} \left(\frac{n_p \cos\left(A_p - \arcsin\left(\frac{\sin(\alpha)}{n_p}\right)\right)}{\left(1 - \frac{\sin^2(\alpha)}{n_p^2}\right)^{\frac{1}{2}}}\right)$$

et

$$\frac{\partial N_m}{\partial A_p} = n_p \cos \left(A_p - \arcsin \left(\frac{\sin(\alpha)}{n_p} \right) \right)$$

Les donnés fournies par le fabriquant sur le prisme de couplage sont les suivantes : $\Delta A_p \approx 10^{-3}$ ° et $\Delta n_p \approx 10^{-4}$.

Le goniomètre permet de faire des mesures angulaire avec une erreur de $\Delta \alpha \approx 10^{-3}$ °; nous obtenons alors : $\Delta N_m = 4 \ 10^{-3}$ et $\Delta n \approx 4 \ 10^{-3}$.

3.1.2 Simulation des m-Lines : Cas d'un Système Multicouche Prisme -- « gap d'air » -- Guide -- Substrat

A l'aide du formalisme matriciel nous avons donc modélisé la structure « Prisme (TiO₂) – Gap d'air – Guide (BN) – Substrat (verre) ».



Fig. 3.5 Courbe donnant les modes guidés (TE) pour un guide d'indice $n_g = 1.7580$ -i 0.001, $n_s = 1.51$ et une épaisseur h = 2.3 µm à 0.6328µm pour un gap d'air de 0.02 µm

Cela permet naturellement, de remonter aux paramètres opto-géométriques du guide par utilisation d'une procédure de fit. On recherchera alors des paramètres du guide d'onde de tel sorte que la courbe théorique et la courbe expérimentales se superposent.

Les figures ci-dessous montrent des courbes de $|r|^2$ en fonction des indices effectifs du guide.

Nota : Dans notre étude, les baisses de réflectivités observées en spectroscopie m-Lines correspondent aux pôles réels de $|r|^2$ dans un modèle multicouche simple. Les figures montrent des courbes de $|r|^2$ en fonction des indices effectifs du guide.



Fig. 3.6 : Influence d'une variation d'indice imaginaire sur la forme des modes guidés. (Courbe en trait plein : $\Delta n = i*0.001$ et courbe en pointillée $\Delta n = i*0.0025$) pour une épaisseur de 1.8 µm et n_s =1.51à 0.6328 µm, gap d'air ~ 0.015.

On voit d'après ces courbes que les spectres des modes guidés pourront nous permettre de remonter aux paramètres opto-géométriques des guides, à savoir : indice, épaisseur, pertes par absorption.

Dans ce dernier cas, pour remonter aux pertes par absorption, il suffit de considérer la partie imaginaire de l'indice de réfraction. A l'aide de la relation $\alpha = 4\pi n''/\lambda_0$ où n'' représente la partie imaginaire de l'indice de réfraction complexe on déduit alors l'absorption du matériau. Il faut cependant remarquer que la détermination de α par cette méthode dépend de l'épaisseur du gap d'air entre le prisme et le guide. De plus, les modes d'ordre faible présentent un élargissement des pics à mi-hauteur qui indique que l'absorption est beaucoup plus importante. C'est pourquoi dans les télécommunications optiques il est préférable d'utiliser des guides monomodes (TE₀ ou TM₀).

D'autre part, La figure 3.7 montre l'effet d'une variation d'indice sur la position des modes guidés. Une telle variation peut être induite par un champ électrique appliqué (effet Electrooptique) ou la température (effet Thermo-optique) ou encore par l'adsorption de molécules étrangères sur la surface du guide (comme dans le cas des capteurs d'espèces chimiques utilisant l'interféromètre de Mach-Zenhder).



Fig. 3.7 : Influence de Δn réelle sur la position des modes guidés : $\Delta n = 0.01$ pour $\Delta N_m = 0.0093$ (TE₀)



Fig. 3.8 : Courbes des m-Lines pour n = 1.7580 – i 0.001 et n = 1.7570 pour une épaisseur h = 1.8 μ m n_s = 1.51 à 0.6328 μ m. Δ n = 0.001

Dans le cas de l'effet électro-optique qui fera l'objet du chapitre suivant, le champ électrique appliqué (basse fréquence) provoque un décalage des modes qui va permettre de déterminer les coefficients électro-optiques d'un matériau déposé en couche mince capable de guider la lumière. La figure 3.9 montre la modulation de l'intensité induite par une variation $\Delta n = 0.001$ de l'indice de réfraction du guide en partant des courbes de la figure 3.8.



Fig. 3.9 : Modulation de l'intensité réfléchie lorsque dn = 0.001

En général ces variations sont de l'ordre de de $\Delta n \approx 10^{-5}$. C'est pourquoi, pour obtenir le spectre de la figure 3.9, on utilise souvent une détection synchrone. La précision sur la mesure des coefficients électro-optiques est alors bien meilleure.

De l'étude théorique que nous venons de faire, nous retiendrons les points essentiels suivants :

Toute variation d'épaisseur se traduit par une augmentation ou une diminution du nombre de modes guidés.

Toute variation d'indice (∠n) du guide induit un déplacement des modes guidés.
 A partir des spectres nous déduirons les paramètres caractéristiques de chaque guide à savoir :

> L'indice, l'épaisseur

- > l'absorption du matériau
- > les coefficients électro-optiques

3.1.3 Calcul des Paramètres Opto-géométriques des Guides d'onde [3,5,7]

A partir des indices effectifs N_m obtenus à l'aide des spectres des modes guidés mesurés et/ou calculés, nous déterminons les indices ordinaire n_o et extraordinaire n_e et l'épaisseur de la couche guidante. Le calcul de l'indice peut se faire très rapidement par utilisation de la relation approchée suivante [5] :

$$n_g = \sqrt{N_0^2 + \frac{2}{3} \left(N_0^2 - N_1^2\right) + \frac{2}{7} \left(N_2^2 - N_1^2\right)}$$
(3.4)

avec N₀, N₁, N₂ sont les trois premiers modes.

Pour un calcul plus précis, on peut utiliser une méthode basée sur l'ajustement des courbes expérimentales. A partir des spectres théoriques montrés au paragraphe précédent on cherche les valeurs de «n» et «h» pour lesquelles les spectres théoriques et expérimentales se superposent. Cependant, il est plus commode d'utiliser une méthode itérative décrite par Ulrich et al. [6] ou encore la méthode basée sur l'approximation des moindres carrés décrite par R. Th. Kersten [7].

Il s'agit tout simplement de considérer l'équation de dispersion pour deux modes successifs. Et, à minimiser l'écart quadratique moyen pour déterminer la valeur de l'indice ou de l'épaisseur pour laquelle cette grandeur s'annule. En effet, à partir de l'équation de dispersion on peut montrer que pour deux modes (m) et (m+1), l'écart quadratique moyen doit fournir l'indice ou l'épaisseur. Soit " σ " cette grandeur et p le nombre de modes on a :

$$\sigma_{n} = \sum_{m=0}^{p-1} \left[\frac{\Phi_{gs}(n_{g}, N_{m}) + \Phi_{ga}(n_{g}, N_{m}) + m\pi}{\Phi_{gs}(n_{g}, N_{m+1}) + \Phi_{ga}(n_{g}, N_{m+1}) + (m+1)\pi} - \sqrt{\frac{n_{g}^{2} - N_{m}^{2}}{n_{g}^{2} - N_{m+1}^{2}}} \right]^{2} \to 0$$
(3.5)

La valeur de n_g cherchée est donc celle pour laquelle $\sigma_n \approx 0$.

De la même manière nous avons calculé l'épaisseur par cette procédure à partir de l'équation de dispersion. Soit alors n_g la valeur de l'indice calculé à partir des indices effectifs

obtenus expérimentalement. Nous utilisons cette valeur pour calculer l'épaisseur du guide. On forme alors σ_h à l'aide de la relation :

$$\sigma_h = \sum_{m=0}^{p} \left[m\pi + \Phi_{gs}(n_g, N_m) + \Phi_{ga}(n_g, N_m) - \frac{2\pi h}{\lambda} \sqrt{n_g^2 - N_m^2} \right]^2 \to 0$$
(3.6)

La relation permet ainsi de déterminer l'épaisseur du guide qui correspondra à la valeur de « h » pour laquelle $\sigma_h \approx 0$.

La section suivante sera consacrée aux résultats expérimentaux obtenus sur des films de BN élaborés par Dépôt Ionique Réactif (RIP) et par Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Plasma Micro-onde (PECVD).

Les échantillons de BN fabriqués par RIP ont fait l'objet d'une étude préliminaire à l'université de Limoges. Les conditions d'obtention de ce matériaux ont été exposées au chapitre 1. L'épaisseur des couches mesurée au profilomètre est de 1.8 µm pour un indice de réfraction de 1.74 (cf. Chapitre 1 référence [36]).

a 3.2 Résultats

3.2.1 h-BN élaboré par RIP



Fig. 3.10 Spectre des modes TM d'un échantillon de h-BN élaboré par RIP (Substrat : verre BK7) [17]



Fig. 3.11 Spectre des modes en polarisation TE

Comme le montrent les figures 3.11 et 3.12, six modes TM et cinq modes TE ont pu être excités. Le tableau 3.1 donne les indices effectifs calculés à partir de ces deux spectres par utilisation des angles des modes guidés α_m .

Par la suite, ces valeurs ont servi à calculer les indices ordinaire et extraordinaire par utilisation de la méthode des moindres carrés proposée par Kersten [7] et par la méthode itérative décrite par Ulrich et Torge [2].

			N _m calculé			
		N _m mesuré	LSM		Fit linéaire [≖]	
Pol.	m		N _{mth}	ΔN _m	N _{mth}	ΔN _m
TE						
	0	1.7468	1.7520	0.0023	1.7349	0.0131
	1	1.7024	1.7249	0.0225	1.7132	0.0108
	2	1.6502	1.6792	0.0290	1.6766	0.0264
	3	1.5900	1.6145	0.0245	1.6247	0.0347
	4	1.5170	1.5323	0.0153	1.5579	0.0409
ТМ						
	0	1.8663	1.8697	0.0034	1.8461	0.0034
	1	1.8194	1.8390	0.0196	1.8231	0.0196
	2	1.7621	1.7880	0.0259	1.7843	0.0259
	3	1.6941	1.7148	0.0207	1.7292	0.0351
	4	1.6133	1.6195	0.0062	1.6572	0.0439
	5	1.5332	1.5115	0.0217	1.5690	0.0358
	5	1.5332	1.5115	0.0217	1.5690	0.0358

Tab.3.1: Comparaison entre les indices effectifs mesurés et calculés. Pour faire le fit linéaire nous utilisons l'équation $N_m^2 = n_g^2 - \frac{\lambda^2}{4h^2}(m+1)^2$ qui est une approximation valable pour les guides à saut d'indice.

Nous avons trouvé $n_o = 1.758 \pm 004$ pour une épaisseur de 1.51 µm. Ensuite par utilisation des modes TM nous avons calculé l'indice extraordinaire n_o en supposant que l'axe optique **c** est perpendiculaire au plan du substrat. Une valeur de $n_e = 1.878 \pm 0.004$ a été trouvée. Ces valeurs des indices de réfraction sont du même ordre de grandeur que ceux reportés par d'autres auteurs pour ce type de dépôts[8]. Ces valeurs sont ensuite utilisées pour calculer les indices effectifs théoriques d'une telle structure en admettant que le BN/verre (BK 7) se comporte comme un guide à saut d'indice. Le tableau 3.1 donne les valeurs

trouvées. Pour ce type de guide la relation $N_m^2 = n_g^2 - \frac{\lambda^2}{4h^2}(m+1)^2$ est linéaire.

Notons que les valeurs trouvées ici ne tiennent pas compte de l'inhomogénéité de la couche de BN. En effet, nous avons utilisé un modèle simple qui suppose que la couche de BN déposée forme un guide d'onde homogène. Or les mesures faites au profilomètre ont montré que l'épaisseur de la couche est proche de 1.8 µm pour un indice de 1.74. En outre les indices effectifs mesurés et calculés présentent un écart important. Sur le tableau 3.1 la différence entre les valeurs théoriques et expérimentales est de l'ordre de $\Delta N_m \sim 0.01$. Il faut donc pour une meilleure interprétation de ces résultats et de la structure de la couche déposée, améliorer notre modèle... Nous remarquons que cette déviation est trop grande par rapport à l'erreur expérimentale commise sur la mesure de N_m. De même lorsqu'on considère le tableau 3.2, les valeurs des indices et de l'épaisseur calculés avec la méthode des moindres carrés et une procédure de fit par la relation linéaire $N_m^2 = f((m+1)^2)$ (Fig. 3.12) présente une divergence importante par rapport aux valeurs calculées à l'aide de la méthode des moindres carrés. Il faut donc améliorer notre modèle en prenant en compte l'anisotropie de la couche déposée. La méthode iWKB sera utilisée à ce propos au paragraphe 3.2.3.

	Indices calculés	Epaisseur d (\pm 0.02 μ m)
Modes TE		
n₀±10 ⁻³	1.758	1.5
Modes TM	1.882	1.51
n _e ±10 ⁻³		

Chapitre 3

Tab. 3.2 : Mesure des indices et de l'épaisseur de la couche de BN déposée sur verre.



Fig. 3.12 : Courbes donnant $N_m^2 = n_g^2 - \frac{\lambda^2}{4h^2}(m+1)^2$.

Indices		Epaisseur d (± 0.02µm)
Modes TE		
n₀±10 ⁻³	1.758	1.5
Modes TM		
n _e ±10 ⁻³	1.882	1.51

Tab. 3.2 : Mesure des indices et de l'épaisseur de la couche de BN déposée sur verre.



Fig. 3.12 : Courbes donnant $N_m^2 = n_g^2 - \frac{\lambda^2}{4h^2}(m+1)^2$.

Chapitre 3

3.2.2 h-BN élaboré par PECVD (Substrats : verre-BK7)



Fig. 3.13 Spectre des modes de l'échantillon de h-BN(147) élaboré par PECVD

sur verre (λ = 0.633 µm)



Fig. 3.14 Spectre du même échantillon en polarisation TE.

A l'aide des indices effectifs obtenus à partir du spectre des modes en polarisation TM, nous avons calculé l'indice de réfraction (Fig. 3.15) et l'épaisseur déposée, par la méthode des moindres carrés. Pour cet échantillon $n_e=1.715 \pm 0.004$ pour $h = (0.85 \pm 0.02) \mu m$. Par la suite nous avons calculé l'indice ordinaire par une méthode itérative nous avons trouvé $n_0 = 1.645 \pm 0.004$ à 0.633 μm .



Fig.3.15 : Exemple de courbe obtenue par la méthode des moindres carrés. L'indice extraordinaire a été déterminé à partir du spectre des modes TM.

 $n_e = 1.715 \pm 0.004$ à 0.633 µm.

(a) Influence de la nature du substrat (Dépôt 172) :

Plusieurs substrats ont été utilisé lors de ce dépôt, afin d'étudier l'influence de la nature du substrat sur les modes guidés.

✤ h-BN déposé sur SiO₂/Si (fig. 3.17)

Les premiers dépôts ont été obtenu sur des substrats en verre. Nous avons par la suite étudié le comportement des couches de h-BN déposées sur des substrats de silicium oxydés. Ces couches ont été élaborées par PECVD.





Fig. 3.17 : Propagation dans une structure multicouche. Mise en évidence des modes fuyants.

En polarisation TE (Fig. 3.18a), deux modes ont été excités dans la couche de BN correspondant aux modes guidés et quatre modes fuyants correspondant à une propagation dans la couche de silice. Ce dernier point est important, car nous avons ici un résultat qui montre l'existence de modes fuyants dans ce type de structures guidantes.

En polarisation TM (Fig. 3.18b), trois modes TM ont été excité dans la couche de BN et six modes dans la couche de silice.

L'indice ordinaire du BN évalué à partir du spectre des modes guidés est de $n_0 = 1.596 \pm 0.004$ tandis que l'indice extraordinaire évalué est de $n_e = 1.716 \pm 0.004$. L'épaisseur de la couche de h-BN obtenue est de 1.1 µm en accord avec les observations faites au microscope à balayage électronique (MEB) (voir chapitre 1).



Fig. 3.18a : Spectres des modes guidés et modes fuyants en polarisation TE (h-BN/SiO₂/Si (172) élaboré par PECVD).

(b)



Fig. 3.18 b : Spectre des modes guidés et modes fuyants en polarisation TM (h-BN/SiO₂/Si élaboré par PECVD).

Les tableaux 3.1 et 3.2 donnent les valeurs des indices effectifs de BN et SiO₂ calculés à partir des angles synchrones mesurés. En partant de ces valeurs, l'indice ordinaire du BN été évalué. Nous avons obtenus, pour ces films élaborés par PECVD une valeur de

 $n_o = 1.596 \pm 0.004$ en polarisation TE tandis que l'indice ordinaire évalué en polarisation TM est de $n_e = 1.716 \pm 0.004$. L'épaisseur de la couche de h-BN obtenue est de 1.1 µm en accord avec les observations faites au microscope à bayage électronique (MEB) (voir chapitre 1).

A partir des mêmes spectres nous avons pu caractériser la couche de SiO₂ en partant des modes fuyants[15]. Cette couche a été élaborée par un autre procédé PECVD au LETI de l'Université de Grenoble. Nous avons trouvé un indice $n_e = 1.463$ pour une épaisseur de 4.69 µm à partir des modes TM. En polarisation TE, le calcul donne un indice similaire. La couche de SiO₂ est vraisemblablement isotrope.

Notons que les indices mesurés ici sur les couches obtenus par PECVD sont inférieurs aux indices des couches élaborés par RIP. Ce qui n'est pas étonnant car les deux types de méthodes d'élaboration, chimique et physique respectivement, permettent d'obtenir des couches de BN aux propriétés optiques différentes.

Polarisation	mode (m)	α _m (°)	N _m
TE	0	31.2700	1.5748
	1	36.2100	1.5133
ТМ	0	7.5800	1.6897
	1	13.3460	1.6897
,	2	22.8940	1.4860

Tableau 3.1 : Indices effectifs de BN

Chapitre 2	3
------------	---

Polarisation	mode (m)	α _m (°)	N _m
TE	0	40.50	1.4610
	1	40.80	1.4583
	2	41.68	1.4481
	3	42.79	1.4355
	4	44.04	1.4213
ТМ	0	24.82	1.4605
	1	25.25	1.4548
	2	25.99	1.4449
	3	26.99	1.4319
	4	28.23	1.4156
	5	29.65	1.3970

Tableau 3.2 : Indice effectifs de SiO₂

Chapitre 3





Fig. 3.19a : Spectre des modes TM de h-BN(172) déposé sur ITO.

Comme pour la couche de BN déposée sur SiO₂/Si, nous avons obtenu trois modes en polarisation TM. Notons cependant que le troisième mode présente un élargissement dû à la présence du métal. Tandis que dans le cas de la couche de BN déposée sur SiO₂/Si ce même mode se transforme mode fuyant.

* h-BN déposé sur du verre (BK7) par PECVD



Fig. 3.19b Spectre des modes TM de h-BN déposé sur verre(BK7) obtenu par PECVD.

Pour ce dépôt, nous avons aussi étudié les dépôts obtenus sur du verre. En polarisation TM, nous avons encore obtenu 3 modes guidés. En polarisation TE, lors des mesures, nous avons observé une baisse d'intensité dans la plage angulaire où se trouvent les modes. Mais l'enregistrement des spectres n'était pas possible à cause des fortes fluctuations d'intensité à la base du prisme de couplage.





Fig. 3.20 Spectre IR des dépots BN147 et 172 su Si. Sur le spectre BN172, le pic d'absorption autour 1037 cm⁻¹ est attribué à la liaison C-N provenant du BDMA. Cette liaison se retrouve souvent dans les composés amines.

Les dépôts 147 et 172 qui font l'objet de cette étude ont été élaboré par PECVD. De l'observation des spectres infra-rouge (Fig.3.20), et à partir des pics d'absorptions (780 et 1400 cm⁻¹) nous avons remarqué que le dépôt 147 présente une structure hexagonale et les indices mésurés sont n_0 #1.65 et n_e #1.71. Ce dépôt présente une composition de BN stoechiométrique comme l'ont montré des études faites par Spectroscopie ESCA.

En revanche, le dépôt 172 (199 aussi) présente, en plus des pics qui correspondent aux vibrations B-N dans le plan et B-N-B hors du plan, un pic supplémentaire au voisinage de 1037 cm⁻¹. Il est dû à la présence d'atomes de carbone qui forment des liaisons C-N provenant du précurseur amine utilisé (BDMA). Les indices de cette série d'échantillons sont de l'ordre de : n_o#1.6 et n_e #1.71. Ces indices sont inférieurs à ceux des films obtenus par dépôt ionique réactif.

Chapitre	3
----------	---

Echantillons	BN147	BN172
Puissance (W)	500	500
Température (°C)	500	450
Distance (plasma - porte substrat) (cm)	3.6	7
Pression (Torr)	0.1	0.1
Durée du dépôt	≥10 heures	~8
he	ures	
Débits (cm ³ /min) - { Argon (réacteur) gaz	100 20 0.5	100 20 0.5

Tableau 3.1: Paramètres du réacteur de dépôt PECVD.

Or d'après le tableau 3.1, ce qui change entre les deux dépôts au niveau des conditions de dépôt c'est la distance zone plasmagène et substrat. L'introduction du porte substrat dans la zone plasmagène a pour conséquence :

- présence d'atomes de carbone
- et une diminution de la valeur de l'indice ordinaire donc une modification des propriétés diélectrique du BN dans le plan des feuillets.

Ces informations sont utiles si l'on veut fabriquer des couches de BNC par notre méthode.

Nota : Influence des précurseurs

L'utilisation d'un autre type de précurseur à savoir le quartz nous a permis de fabriquer un dépôt de SiO_xN_y sur un substrat de verre en utilisant l'azote et l'argon comme gaz pour la création du plasma. Nous avons pu ainsi expérimenter des modes fuyants [15]. L'étude des paramètres opto-géométriques de ce type de guide est explicitée en annexe.

(c) Mesure des pertes optiques à partir des modes guidés

Le formalisme matriciel permet de modéliser la structure étudiée. Par une procédure de fit nous avons déterminé les meilleures paramètres pour lesquels les courbes théorique et expérimentale du mode fondamental se superposent le mieux.

Pour l'échantillon 147, comme le montre la figure 3.21, les meilleures paramètres sont : n_0 =1.645-l*0.004 en polarisation TE, pour une épaisseur de 0.85 µm.



Fig. 3.21 : Exemple de mesure des pertes optiques à partir de la partie imaginaire de l'indice de réfraction et de l'élargissement du pic des modes guidés à mi-hauteur.

La partie imaginaire de l'indice de réfraction nous permet ensuite de déduire l'atténuation du mode fondamental à l'aide de la relation $\alpha = \frac{4\pi}{\lambda} \operatorname{Im}(n)$. En polarisation TE, $\operatorname{Im}(\mathbf{n}_{o})=0.001$ correspond à $\alpha_{(TE_{o})}\#198,5 \ cm^{-1}$. Et, en polarisation TM, $\operatorname{Im}(\mathbf{n}_{e})=0.0015$ correspondant à $\alpha_{(TM_{o})}\#297,8 \ cm^{-1}$.

La connaissance du gap d'air entre le prisme et le guide, de l'odre de 0.02 µm, permet de remonter aux pertes optiques. Pour ce type de guide une estimation des pertes optiques en polarisation TE de l'ordre de 450 dB/cm a été obtenu.

3.2.3 Etude de L'anisotropie des Couches Minces et Détermination de l'Axe Optique

* Analyse

La méthode iWKB nous a permis de remonter au profil d'indice des guides. La figure 3.22 montre que la couche de BN déposée sur SiO₂ se comporte comme un guide à saut d'indice.



Fig. 3.22 : Couche de BN 172. Profil d'indice obtenu en polarisation TM par la méthode iWKB et $N_m^2 = f((m+1)^2)$. La structure h-BN/SiO₂ se comporte comme un guide à saut d'indice.

La figure 3.23 révèle un comportement de guide à gradient d'indice de la structure SiO_2/Si . Ce comportement n'est pas étonnant. Car en effet, en accord avec les photographie obtenues par le MEB, les couches épaisses exhibent souvent un comportement différent de celui des couches minces déposées par différentes méthodes de fabrication.

Dans le cas des couches épaisses, au cours du dépôt, on observe que la croissance se fait sur les premières couches qui servent alors de support par rapport aux couches externes. On voit alors apparaître des couches de passage comme dans le cas des couches de BN obtenus par RIP. Nous l'avons montré au chapitre 1 (Fig 1.14).



Cependant, nous devons insister sur un fait : la méthode iWKB n'est souvent utilisée que pour caractériser les guides obtenus par implantation (LiNbO₃ : He ou H⁺, KTiPO₃ : He ou H⁺) ou des guides obtenus par diffusion d'ions lourds comme le Titane (Ti) dans le cristal hôte



Fig. 3.23 : Profil d'indice obtenu par la méthode iWKB et $N_m^2 = f((m+1)^2)$. La structure SiO₂/Si se comporte comme un guide à gradient d'indice (dépôt BN/SiO₂/Si 172).

En effet, dans ces situations, on forme des guides à gradient d'indice faible. Dans ce type de guide, la frontière entre la partie guidante et le substrat n'est pas rigoureusement définie. De ce fait, la répartition de l'indice n(z) suivant l'épaisseur se fait de manière uniforme, monotone et décroissante à partir d'une valeur maximale n_s(indice du guide en surface). Par contre, dans le cas des guides obtenus par dépôt, en général les couches ainsi formées sont homogènes. Ce qui fait que l'indice du matériau déposé est constant et le profil attendu est celui d'un guide à saut d'indice.

Chapitre 3



Fig. 3.24 : Profile d'indice obtenu par iWKB. L'évolution des deux profils montrent que la structure h-BN/verre se comporte comme un guide à gradient d'indice

De ce qui précède, et en utilisant un modèle inhomogène anisotrope amélioré nous pouvons calculer de nouveau les indices effectifs de la structure guidante BN/BK7. Nous avons remarqué que les couches anisotropes obtenues lors des dépôts épais réalisés par RIP ne sont pas toujours homogènes comme le dévoile le MBE. L'organisation de la couche se faisant selon la séquence a-BN - h-BN [16], il faut donc s'attendre à ce que l'indice du matériau varie au cours du dépôt. Wantanabe et al. [17] ont obtenus ce résultat avec des couches de BN. Sur d'autres matériaux comme le TiO₂ ou SiO₂, Flory et al. [18] ont montré que les dépôts obtenus sont anisotropes et nécessitent donc une caractérisation de leur structure à l'aide d'un formalisme approprié [19].

Dans le cas du BN élaboré par RIP, nous avons constaté au (MBE) que la croissance des couches révèle une structure colonnaire avec l'axe optique du matériau légèrement « tilté ». Le tableau 3.3 donne les indices effectifs calculés en considérant un modèle anisotrope. Nous avons évalué l'indice et l'épaisseur du guide en polarisation TM : $n_e = 1.882 \pm 0.004$ pour une épaisseur h = (1.64± 0.02) µm.

 Chapitre 3					
			==-, ··· · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
	angle de déviatio	on φ ~ 3°; n _e = 1.8	82, d = 1.64 µm		
Pol. TM	m	N _m mesurés	N _m calculés	ΔN_m	
	0	1.8663	1.8716	-0.0053	
	1	1.8193	1.8408	-0.00215	
	2	1.7620	1.7887	-0.0205	
	3	1.6940	1.7145	-0.0205	
	4	1.6133	1.6182	-0.0049	

Tab. 3.3 : Comparaison des valeurs des indices effectifs mesurés et calculés en prenant en compte la déviation angulaire de l'axe optique par rapport à la normale au plan du substrat. L'influence de l'anisotropie est considérée.

5

1.5331

1.5116

0.0215

La biréfringence de ce matériau est de $\Delta n \approx 0.11$. Dans cette situation, Flory et al.[18], Parriaux et al.[19], Kadad [20] ont montré qu'il faut dans ce cas utiliser un modèle anisotrope avec axe optique dévié par rapport à la normale au plan du substrat. D'autre part, la reconstruction du profil d'indice par iWKB (Fig. 3.21) indique que nous avons un guide à gradient d'indice. Nous avons donc utilisé la méthode de Horowitz [21] pour étudier le comportement de cette couche par onde guidées. L'angle de tilt calculé est de l'ordre de 3° pour une épaisseur de 1.64 µm et des valeurs de n_o = 1.758 et n_e = 1.882. La photographie au MBE d'une coupe de cet échantillon a montré que la couche de BN présentait une structure (Fig. 3.25) avec des colonnes légèrement déviées, validant ainsi notre modèle.



Fig. 3.25 : Représentation schématique d'une couche anisotrope de h-BN élaborée par RIP. L'axe optique z est perpendiculaire au plan du substrat. z' indique ici l'axe incliné d'un angle φ . La déviation de cet axe, pour des matériaux uniaxes dont la biréfringence est de l'ordre de 0.1 peut être mesuré.

A partir des valeurs de n_o, n_e nous avons calculé l'épaisseur et les indices effectifs théoriques avec ce modèle amélioré.

Le tableau 3.3 donne ces valeurs. Nous pouvons remarquer que la différence entre les valeurs théoriques et expérimentales avec ce modèle demeure importante. Cependant, nous avons constaté une amélioration de la valeur de l'épaisseur qui est proche de celle trouvée par utilisation du MBE. Une étude de l'anisotropie des couches minces de divers matériaux (uniaxes ou biaxes) élaborés par différentes techniques de dépôt en fonction de la biréfringence a été faite par plusieurs auteurs [18-22]. Il ressort de cette étude que si l'angle de tilt est compris entre 0 et 20° pour des matériaux à faible biréfringence (Δn de l'ordre de 0,01) l'incertitude sur Δn_e , et $\Delta \phi$ augmente lorsque l'axe optique est proche de la normale. Et l'incertitude sur l'épaisseur calculé est alors importante entraînant un calcul

erroné de la valeur de φ . Il faut alors utiliser des méthodes de diffraction au RX (spectre θ -2 θ) pour connaître l'orientation des axes.

Dans le cas des couches de forte biréfringence (Δn de l'ordre de 0.1) comme dans le cas de h-BN, le calcul de n_e et ϕ peut être fait avec une assez bonne précision.
Références Bibliographiques (Chap. 3)

[1] J. Boudiombo, O. Baehr, A. Boudrioua, P. Thevenin, J. C. Loulergue, A. Bath, Mat.

Science & Engeen. B46 (1997) 96 ;

voir aussi A. Boudrioua, Thèse de Doctorat, Univ. Metz (1996)

- [2] R. Petit et M. Cadillac, J. Optics (Paris) 8, (1) (1977) 41;
- voir aussi : R. Ulrich and R. Torge, Appl. Opt. 12 (12) (1973) 2901 ;

P. K. Tien, Appl. Opt. 10 (1971) 2395.

- [3] P. K. Tien and R. Ulrich, J. Opt. Soc. Am. 60 (10), (1970).
- [4] Pogossian, Thèse de Doctorat
- [5] P. K. Tien, R. Ulrich and J. Martin, Appl. Phys. Lett. 14, 291-294 (1969)

[6] R. Ulrich and R. Torge, Appl. Opt. 12, 2901-2908 (1973) voir aussi R. Ulrich, W. Prettl, Appl. Phys. 1, (1973) 55

[7] R. Th. Kersten, Opt. Commun., 4 (1973), 427

[8] M. Schubert, B. Rheinlander, E. Franke, H. Neumann, J. Hahn, M. Roder and F. Richter, Appl. Phys. Lett. 70 (14) (1997) 1819 ?

[8] P. K. Tien, S. Riva-Sanseverino, R. J. Martin, A. A. Ballman, H. Brown, Appl. Phys. Lett. 24 (1974) 503

- [9] P. K. Tien, G. Smolinsky, R. J. Martin, Appl. Opt. 11 (1972) 1813
- [10] R. Ulrich, H. P. Weber, Appl. Opt. 11 (1972) 428
- [11] K. S. Chiang, J. Light Wave Tech. 3 (2) (1985) 385

[12] P. Graupner, Etude des propriétés électro-optiques de couches minces de nitrure d'aluminium, Diplomarbeit, Inst. National, Polytech. de Grenoble (1991).

[13] P. Graupner, J. C. Pommier, A. Cachard, J. L. Coutaz, J. Appl. Phys. 71(9), 4136-4139, 1992.

[14] D. Persegol, E. Pic, J. Plantier, J. Appl. Phys. 62(6), 2563-2565, 1987

[15] J. Boudiombo, A. Boudrioua, J. C. Loulergue, A. Bath, P. Thévenin, Phys. Stat. Sol. (a) 162 (1997) 731

[16] J. Boudiombo, A. Boudrioua, J. C. Loulergue, S. Malhouitre, J. Machet, Opt. Mat. 10 (1998) 1

[17] S. Watanabe, S. Miyake, Appl. Phys. Lett. 66 (12) (1995) 1478

[18] F. Flory, G. Albrand, D. Endelma, N. Maythaveekulchai, E. Pelletier, H. Rigneault, Opt. Eng. 33 (5), 1669-1677 (1994).

- [19] O. Parriaux, F. Cochet, Opt. Lett. 9 (11) (1984) 484
- [20] Kadad, Ph.D. Thesis, St Etienne, 1989.
- [21] F. Horrowitz, PhD Thesis, Université d'Arizona, Tucson (1983)
- [22] H. Janchen, D. Endelma, N. Kaiser, F. Flory, Pure Appl. Opt. 5 (1996) 405

Chap. 4

Caractérisation Non-Linéaire : Mesure des Coefficients Electro-optiques de Films Minces de h-BN

4.1 Introduction

Les matériaux cristallisant dans le système hexagonal, du fait de la disposition des atomes dans la maille cristalline, subissent des variations de densité et donc de volume sous l'action d'un champ statique appliqué : c'est l'effet inverse de la piézoélectricité. Comme conséquence, le milieu change d'indice. Ces matériaux sont en plus électro-optiques, ils peuvent être utilisés pour moduler l'amplitude, la direction ou la phase d'un faisceau laser. Dans ce chapitre nous rappellerons d'abord l'effet électro-optique, que nous appliquerons ensuite à des configurations utilisées en optique intégrée. Une étude plus approfondie sera faite dans le cas d'électrodes coplanaires. Cette configuration, est souvent utilisée pour la fabrication de modulateurs acousto ou électro-optique avec des matériaux déposés en couches minces et, dans des dispositifs utilisant les ondes acoustiques de surface. Enfin, les résultats concernant les couches minces de nitrure de bore (BN) élaborés par PECVD seront présentés et discutés en prenant en compte l'effet élasto-optique.

4.2 L'Effet Electro-Optique

L'effet Pockel's ou effet électro-optique linéaire correspond à une modification de l'ellipsoïde des indices sous l'action d'un champ électrique statique E_a appliqué au cristal. C'est un effet optique non - linéaire du second ordre.

Sous l'action d'un champ électrique basse fréquence appliqué au cristal, le carré de l'indice de réfraction n² et la susceptibilité diélectrique χ du milieu peuvent être reliés par l'équation [1] :

$$n^2 = 1 + \chi^{(1)} + \chi^{(2)} E_a \tag{4.1}$$

en l'absence de champ nous avons l'expression classique bien connue

$$n^2 = 1 + \chi^{(1)} \tag{4.2}$$

Le champ électrique induit donc une variation de l'indice de réfraction donnée par :

$$\Delta(n^2) = \Delta(\varepsilon) = \chi^{(2)} E_a \tag{4.3}$$

avec ɛ la permittivité diélectrique du milieu.

Cette expression fait apparaître la linéarité de la variation de ε en fonction du champ appliqué E_a . D'où la dénomination d'effet électro-optique linéaire.

Plus généralement, il se décrit à partir de la notion d'ellipsoïde des indices présentée au chapitre 2. D'un point de vue phénoménologique, l'indicatrice (inverse de n^2) peut, soit se dilater, se contracter ou subir une légère déviation angulaire sous l'action de ce champ. Dans un repère *(O,x,y,z)* choisi suivant les axes du cristal, l'ellipsoïde des indices est définie par l'équation générale[2] :

$$\eta_{11} x^{2} + \eta_{22} y^{2} + \eta_{33} z^{2} + 2\eta_{32} zy + 2\eta_{21} yx + 2\eta_{13} xz = 1$$
(4.4)

où $\eta_{ij} = \frac{1}{n_{ij}^2}$ i, j = 1, 2, 3 représente le tenseur d'imperméabilité diélectrique $\frac{1}{\varepsilon_{ij}}$. Lorsque $E_a = 0$ on a $\eta_{ij} \neq 0$ et $\eta_{ij} = 0$ avec i, j = 1, 2, 3 (4.5)

Le champ électrique induit donc une perturbation du système physique qui se traduit par la variation des éléments du tenseur d'imperméabilité diélectrique [η]. Les éléments de ce tenseur sont reliés aux éléments du tenseur de permittivité diélectrique [ϵ] par la relation $\epsilon_{ij}\eta_{ij} = \delta_{ij}$. L'indicatrice sous l'action d'un champ extérieur prend alors la forme [3]:

$$\left(\frac{1}{n_x^2} + \delta\left(\frac{1}{n_x^2}\right)\right) x^2 + \left(\frac{1}{n_y^2} + \delta\left(\frac{1}{n_y^2}\right)\right) y^2 + \left(\frac{1}{n_z^2} + \delta\left(\frac{1}{n_z^2}\right)\right) z^2 + 2\delta\left(\frac{1}{n_{zy}^2}\right) zy + 2\delta\left(\frac{1}{n_{yx}^2}\right) yx + 2\delta\left(\frac{1}{n_{xz}^2}\right) xz = 1$$
(4.6)

Au premier ordre, les perturbations apportées au cristal sont des fonctions linéaires des composantes du champ électrique appliqué E_x , E_y , E_z . D'une façon plus commode, une telle variation s'exprime à l'aide des relations tensorielles du type :

$$\left(\frac{1}{n^2}\right)_i = \sum_j r_{ij} E_j \tag{4.7}$$

où les *r_{ij}* représentent les éléments du tenseur électro-optique «*r*». Ce tenseur est une caractéristique physique de chaque classe cristalline de matériau. Pour les cristaux du système hexagonale de symétrie 6mm comme h-BN, CdS, AlN ou ZnO [4.4] qui sont des matériaux uniaxes, ce tenseur est de la forme :

$$\mathbf{r} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{51} & 0 \\ r_{51} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
(4.8)

Compte ténu des considérations précédentes, dans le cas où le champ est appliqué suivant l'axe **Oz**, l'éllipsoide des indices sous champ appliqué s'écrit alors :

$$\left(\frac{1}{n_o^2} + r_{13}E_z\right)y^2 + \left(\frac{1}{n_o^2} + r_{33}E_z\right)z^2 = 1$$
(4.9)

avec $n_x = n_y = n_o$ et $n_z = n_e$ les indices principaux du matériau.

Comme les variations d'indice induites par le champ électrique appliqué *E_a* sont très faibles c'est-à-dire :

 $|r_{13}n_0^2 E_e| \ll 1$ et $|r_{33}n_3^2 E_e| \ll 1$ alors l'équation (4.9) se réduit à :

$$\frac{y^2}{n_0^2 \left(1 - \frac{1}{2}r_{13}n_0^3 E_z\right)^2} + \frac{z^2}{n_e^2 \left(1 - \frac{1}{2}r_{33}n_e^3 E_z\right)^2} = 1$$
(4.10)

Ces relations impliquent que les démi-axes de l'éllipse dans le plan (yOz) varient faiblement lorsqu'on applique le champ électrique. Les nouveaux indices sont alors donnés par les expressions suivantes:

$$\begin{cases} n'_{y} = n_{0} - \delta n_{0} & \delta n_{0} = \frac{1}{2} r_{13} n_{0}^{3} E \quad (a) \\ n'_{z} = n_{e} - \delta n_{e} & \delta n_{e} = \frac{1}{2} r_{33} n_{e}^{3} E \quad (b) \end{cases}$$
(4.11)



Fig. 4.1 : Variation des axes de l'éllipsoide des indices lorsque le champ électrique est appliqué suivant l'axe optique *Oz*

Dans le cas d'un cristal uniaxe positif (n_e - n_o)>0, et lorsque le champ électrique est appliqué suivant l'axe *Oz*, on montre [4] que l'ellipsoïde des indices se dilate suivant *Oz* (r_{33} >0) et se contracte suivant *Oy* (r_{13} <0) en polarisation TM.

Que se passe-t-il alors lorsque le champ est appliqué suivant Ox ou Oy?

Le tenseur électro-optique (relation 4.8) d'un matériau cristallisant dans le système hexagonal montre que le coefficient concerné est $r_{51} = r_{42}$ dans les deux cas. Soit **Ox** la direction du vecteur d'onde de l'onde incidente dans le matériau et considérons le cas particulier où le champ est appliqué suivant **Oy**. L'ellipsoïde des indices dans cette configuration s'écrit alors :

$$\frac{y^2}{n_o^2} + \frac{z^2}{n_e^2} + 2r_{51}E_y yz = 1$$
(4.12)

Il apparaît que l'axe optique tourne autour de Ox dans le plan (yOz) et les axes propres du cristal ne sont plus (Ox,Oy,Oz). Les nouveaux axes (Ox',Oy',Oz') sont obtenus en faisant un changement de base à l'aide de la matrice de transformation (T) [8] : soit ϕ l'angle d'une telle rotation autour de Ox, la matrice associée à cette transformation est :

$$\begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & -\sin(\phi) \\ 0 & \sin(\phi) & \cos(\phi) \end{bmatrix}$$
(4.13)

Dans ce nouveau système de coordonnées l'ellipsoïde des indices est de la forme :

$$\frac{y'^{2}}{n_{y'}^{2}} + \frac{z'^{2}}{n_{z'}^{2}} = 1$$
(4.14)

et l'angle ϕ est tel que :

$$\tan(2\phi) = \frac{2r_{s1}E_y}{\left(\frac{1}{n_e^2} - \frac{1}{n_o^2}\right)}$$
(4.15)

Les valeurs des demi-axes de l'ellipse dans le plan (y'Oz') sont égales à :

$$\begin{cases} n_{y'} = n_o + \frac{n_o^3 (2r_{51}E_a)^2}{n_e^{-2} - n_o^{-2}} & (a) \\ n_{z'} = n_e - \frac{n_e^3 (2r_{51}E_a)^2}{n_e^{-2} - n_o^{-2}} & (b) \end{cases}$$
(4.16)

Ces expressions montrent que si un champ électrique est appliqué suivant Oy l'éllipsoide des indices subit une rotation d'angle ϕ autour de l'axe Ox. Connaissant l'intensité du champ électrique (ou la tension appliquée) et le coefficient électro-optique r_{51} il est alors possible de déterminer ϕ . Notons cependant que, dans la pratique, la variation d'indice induite par le champ électrique E_y est très faible. Ainsi, on s'aperçoit que $n_y \# n_o$ et $n_z \# n_e$. Expérimentalement cette configuration n'est pas souvent utilisé car le coefficient r_{51} est en général plus faible que r_{13} et r_{33} .

Notons que le vecteur déplacement électrique est lié au champ électrique et à la polarisation du milieu par l'expression : $D = \varepsilon_0 E + P$, avec $\varepsilon_r = 1 + \chi = \varepsilon / \varepsilon_0$ où χ représente le tenseur de susceptibilité diélectrique du milieu étudié. Suivant les axes principaux du cristal on peut montrer que [2] :

$$r_{ij} = -2 \frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_{ij} \varepsilon_{jj}} \chi_{ij}$$
(4.17)

Connaissant les valeurs de r_{ij} qui peuvent être obtenues expérimentalement, on peut donc déterminer la composante tensorielle de la susceptibilité électrique χ_{ij} du matériau et, remonter ainsi aux propriétés de polarisation du diélectrique.

4.3 Evaluation des Coefficients Electro-Optiques en Optique Guidée.

Pour déterminer les coefficients électro-optiques r_{ij} d'un matériau déposé en couches minces deux configurations sont utilisées en optique intégrée : la configuration utilisant des électrodes en «sandwich» et la configuration d'électrodes coplanaires.

Nous examinerons dans ce travail, les contraintes liées à chacune d'elle, les coefficients électro-optiques mis en jeu et les phénomènes physiques engendrés par l'interaction onde lumineuse-matière lorsqu'un champ électrique statique (basse fréquence), est appliqué au cristal.

4.3.1 Matériau pris en sandwich entre deux électrodes

La mesure des propriétés électro-optiques des couches minces par les techniques de l'optique guidée a fait l'objet de plusieurs travaux [5,7,8]. La configuration «sandwich» plus connue sous la dénomination de RTA ou configuration de «Kretschmann» est utilisée à ce propos pour déterminer les coefficients électro-optiques des films minces des matériaux organiques [5] et inorganiques[6-8]. La méthode utilisant les ondes guidées a été utilisée elle aussi pour l'étude de guides obtenus par diverses techniques de dépôt.

Concernant les matériaux inorganiques, cristallisant dans le système hexagonal, les travaux de D. Persegol et al.[9] sur l'oxyde de zinc (ZnO), et par la suite P. Graupner et al. [10] sur AlN sont à citer...

La phase hexagonale du Nitrure de Bore (BN) obtenu par PECVD qui fait l'objet de cette étude, se dépose avec un axe optique perpendiculaire au plan du substrat comme nous l'avons vu au chapitre précédent.

Pour réaliser la configuration «sandwich» schématisée sur la figure 4.2 il suffit de déposer le BN sur une lame de verre conductrice (ITO), une mince couche transparente de métal peut ensuite être évaporée pour réaliser l'électrode supérieure. Dans notre cas, cette configuration a l'avantage de produire un champ électrique E_a uniforme dans la couche guidante de sorte que ce champ est alors parallèle à Oz lorsqu'on polarise l'ensemble.

Le BN est déposé sur du verre conducteur (ITO). L'électrode supérieure est obtenue par évaporation de métal (or, argent ou aluminium) à l'aide d'un réacteur d'évaporation de type Edwards.

Un tel champ étant uniforme dans le guide, la structure ainsi formé est un condensateur plan ; le champ électrique va induire des variations d'indice δn_o et δn_e comme nous l'avons décrit au paragraphe précédent. Comme ces variations sont mesurables, selon la polarisation de l'onde incidente en spectroscopie «m-Lines», il est possible de calculer les coefficients r_{13} ou r_{33} .du matériau. Les variations d'indices sont données par les relations :

$$\begin{cases} \delta n_0 = \frac{1}{2} r_{13} n_0^3 E & en \ TE & (a) \\ \delta n_e = \frac{1}{2} r_{33} n_e^3 E & en \ TM \ (b) \end{cases}$$
(4.19)

avec $E_a = U_0/h$, h étant la distance inter-électrodes (épaisseur du guide) et U_a la tension appliquée. Il est possible de réaliser le dépôt d'une couche tampon (SiO₂) très mince sur la couche guidante (BN) avant de vaporiser le métal (Aluminium, Or, Argent, Platine...). La couche tampon peut être déposée aussi sur le substrat métallique avant dépôt de la couche guidante[8]. Cette couche tampon permet de réduire les pertes par absorption qui se produisent souvent lorsque l'onde optique se réfléchie sur une interface métallique.



Fig. 4.2 Configuration « sandwich ».

4.3.2 Electrodes coplanaires



Fig. 4.3a Guide avec des électrodes coplanaires.

L'utilisation de ce type d'électrodes a fait l'objet de nombreuses études tant théoriques q' expérimentales [11-15] en optique intégrée. Les figures 4.3a et b montre schématiquement la structure qui sera considérée dans notre étude.

Des électrodes coplanaires aux dimensions sémi-infinis par rapport à l'espace interélectrodes et semi-transparentes (Fig. 4.3 a et b) peuvent être réalisées par évaporation d'un métal sur la couche guidante.

Pour cela on prend soin de créer à l'aide d'un masque (fil métallique de largeur connue par exemple) en contact avec le guide, un espace inter-électrode de largeur 2g. Ces électrodes produisent une répartition non uniforme du champ électrique dans la structure guidante, lorsqu'une tension U₀ est appliquée entre elles. \searrow

En tenant compte de la forme du tenseur électro-optique, seuls les coefficients r_{51} en polarisation TE et r_{33} et r_{13} en polarisation TM peuvent être mesurés avec un champ électrique appliqué suivant *Oz* dans le cas de h-BN. La distribution du champ électrique dans le guide n'étant pas uniforme, le calcul de ce dernier peut être fait par l'utilisation de la méthode dite de la "transfomation conforme" [13]. En fait, pour un guide d'onde, la variation d'indice de réfraction induite par effet Pockel's dépend du recouvrement du champ électrique appliqué *E*_a et du champ optique *E*_{op} associé à l'onde optique du mode qui se propage dans le guide. La variation d'indice est alors donnée par [5-8] :

$$\delta n_{o,e} = \Gamma \frac{1}{2} r_{y} n_{o,e}^{3} \frac{U_{0}}{2g}$$
(4.20)



Fig. 4.3b : Schéma d'une structure guidante avec électrodes coplanaires.
 La composante E_z du champ électrique est celle qui inter-agit avec le champ électrique associé à l'onde guidée sous l'électrode semi-transparente

où I désigne l'intégrale de recouvrement, donné par l'expression :

$$\Gamma = \frac{2g}{U_0} \frac{\iint E(y, z) E_{op}^2(y, z) dy dz}{\iint E_{op}^2(y, z) dy dz}$$
(4.21)

Pour déterminer les coefficients électro-optiques, la connaissance de ce paramètre géométrique qui tient compte aussi des effets de bords du champ statique appliqué est nécessaire. Physiquement, Γ représente le facteur de réduction du champ électrique appliqué et est en général < 1, tandis que dans le cas particulier des électrodes en « sandwich », Γ = 1.

paramètre.

En pratique pour s'affranchir de ce problème compliqué, on utilise un intervalle inter-électrodes suffisamment grand par rapport à l'épaisseur du guide. Ce qui permet de négliger l'influence de ce facteur sur les coefficients électro-optiques et donc de les calculer simplement. Dans notre cas, la configuration utilisée pour faire notre mesure exige la connaissance de ce

4.4 Calcul du Champ Electrique Produit par deux Electrodes Coplanaires

Pour déterminer la distribution du champ électrique crée par des électrodes coplanaires dans le guide, et donc le facteur de réduction Γ , il faut résoudre l'équation de Poisson. Considérons la figure 4.4.



Fig. 4.4 Composantes du champ électrique dans le guide.

Les électrodes semi-transparentes sont directement déposées sur la surface du guide. Ce dernier est ensuite ajusté à la base du prisme de couplage de tel sorte que le guidage se fait sous l'une des électrodes afin de favoriser le couplage entre le champ électrique associé à l'onde optique en polarisation TM et la composante E_z . du champ électrique produit par des électrodes lorsqu'une tension est appliquée.

La propagation de l'onde électromagnétique se fait suivant Ox. Le champ électrique qui règne dans l'espace inter-électrodes distantes de 2g dérive d'une énergie potentielle $\Phi(y,z)$ par l'intermédiaire de la tension U_0 imposée aux électrodes. $\Phi(y,z)$ est une fonction à variable complexe qui doit satisfaire aux conditions de Cauchy [14-15]. La transformation conforme :

 $q = \frac{g}{\pi} \cosh(\Phi) \quad avec \quad \begin{cases} q = y + iz \\ \Phi = u + iv \end{cases}$ (4.22)

permet d'obtenir le système de coordonnées elliptiques suivant :

$$\begin{cases} x = \frac{g}{\pi} \cosh(u) \cos(v) \\ y = \frac{g}{\pi} \sinh(u) \sin(v) \end{cases}$$
(4.23)

Une telle transformation permet de ramener le calcul du champ électrique entre deux électrodes coplanaires déposées sur un guide, à un calcul très simple du champ électrique produit par deux électrodes d'un condensateur plan de dimensions connues. L'équation de Poisson, en tenant compte des propriétés du cristal, s'écrit pour Oz > 0:

$$\frac{\partial^2 \Phi(yz)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \Phi(yz)}{\partial z'^2} = 0 \quad \text{où} \quad z' = \frac{n_y}{n_z} z \tag{4.24}$$

avec $n_y = n_o$ et $n_z = n_e$

Dans la couche guidante, le potentiel s'exprime sous la forme [14] :

$$\Phi(y,z) = \frac{U_o}{\pi} [\pi - \nu(y,z')]$$
(4.25)

Comme le champ électrique qui existe entre les électrodes est $E_a=-grad(\Phi)$ alors les solutions des équations différentielles sont données par les expressions [15] :



Fig. 4.5a : Répartition de l'amplitude du champ $p.E_z$ en fonction de u=(z/2g)

et v =(y/2g) ;
$$p = \frac{g\pi}{U_0} \left(\frac{n_e}{n_o} \right)$$
 et 2g représente l'espace inter-électrodes

La composante du champ électrique suivant Oz c'est à dire E_z est celle qui nous intéresse car elle est parallèle à l'axe optique. Etudions donc la répartition de ce champ dans le guide.

Dans l'espace inter-électrodes $E_z = 0$ en y = 0. En z ≈ 0 , au voisinage des électrodes, E_z est maximum en y = \pm g lorsque 2g est très grand devant l'épaisseur du guide (voir Fig. 4.5a et b) [16-17].





$$p = \frac{g\pi}{U_0} \left(\frac{n_e}{n_o} \right)$$
. Les paramètres (z/2g) et (y/2g) désignent respectivement

l'épaisseur et l'espace inter-électrodes normalisés.

Au voisinage d'une électrode, comme le montre la figure 4.5b, pour des valeurs du paramètre (z/2g) << 0.01, c'est à dire $2g >> z^*100$, la répartition du champ nous permet de considérer que E_z est maximum en $y = \pm g$ et varie relativement peu. Dans cette configuration, g >> h (suivant *Oz*). Alors une bonne approximation de ce champ est donnée par la relation :

$$E_{z} = \frac{U_{0}}{g\pi} \left(\frac{n_{y}}{n_{z}} \right) \left(1 - \frac{y^{2}}{g^{2}} \right)^{-\frac{1}{2}}$$
(4.27)

Connaissant l'expression du champ électrique E_z qui inter - agit avec le champ électrique associé à l'onde optique du mode TM, nous nous proposons dans le paragraphe suivant, de déterminer la variation de l'indice de réfraction induite par effet Pockel's et de déduire les coefficients électro-optiques mis en jeu.

La spectroscopie des lignes noires «m-Lines» permet de mesurer les angles de synchronisme lorsqu'un champ électrique est appliqué. Les relations liant les variations d'indices et les angles de synchronisme correspondant à l'excitation résonnante des modes guidés (α_m) seront explicités ultérieurement.

4.4.1 Variation de l'Indice de Réfraction et Coéfficients Electro-Optiques (E.O) Associés

D'après la relation 4.20, en polarisation TM nous avons :

$$r_{33} = \frac{2g}{\Gamma} \left(\frac{2\delta n_e}{n_e^3 U_a} \right)$$
(4.28a)

et

$$r_{51} = \frac{2g}{\Gamma} \left(\frac{2\delta n_o}{n_o^3 U_a} \right)$$
(4.28b)

La spectroscopie des Lignes-Noires nous permet de déterminer l'expression δn_{e} et δn_{o} en fonction des angles d'excitation des modes guidés.

En effet, M. Dumont et al. [19] ont montré que toute variation de l'indice de réfraction, modifie les conditions de couplage et donc la position des angles de synchronisme. Ce qui se traduit par une variation de la réflectivité.

Formellement cela s'écrit :

$$\Delta R_{m} = R(U_{0}) - R(U_{0} = 0)$$
(4.29)

Comme chaque pic correspondant à un mode guidé subit une translation sans distorsion sous l'action d'un champ électrique statique appliqué. Dans le cas des matériaux piézo-électriques un second terme due à l'effet piézo-optique se superpose à l'effet électro-optique «vrai». La variation d'indice totale est alors donnée par :

$$\Delta n = \delta n_{EO} + \delta n_{PO} \tag{4.30}$$

Le premier terme correspond à l'effet direct lié à la variation d'indice sous l'action du champ appliqué. Le deuxième terme rend compte des propriétés mécaniques du matériau. Il traduit l'effet piézo-optique qui est un effet indirect lié à une variation d'épaisseur du guide. Dans notre cas, le premier terme de la relation 4.30 est lié au déplacement angulaire des modes guidés par l'équation :

$$\delta n_{EO} = \frac{n}{K_n} \delta \alpha_m \quad avec \quad K_n = n \frac{\partial \alpha_m}{\partial n}$$
(4.31)

où α_m désigne l'angle synchrone du mode «m», et le deuxième terme est lié à la variation de l'épaisseur du guide due à la déformation provoquée par la tension appliquée :

$$\delta n_{PO} = \frac{h}{K_h} \delta \alpha_m \quad avec \quad K_h = h \frac{\partial \alpha_m}{\partial h}$$
(4.32)

Il faudra donc tenir compte de cet effet supplémentaire lorsque l'on utilise des hautes tensions. De ce qui précède, et en tenant compte de la configuration représentée sur la figure 4.4 le coefficient mesurable en polarisation TM, compte tenu de la symétrie du matériau serait donc r_{33} . Mais, la direction des axes cristallographiques étant mal définie dans ce type de matériau, et de plus les électrodes coplanaires fournissent un répartition du champ électrique inhomogène, nous considérerons que le coefficient EO mesurable dans cette configuration est r_{eff} . D'autre part, des équations 4.27, 4.28 et 4.31 on peut montrer que :

$$r_{ff} = \frac{2g}{n_e n_0 \Gamma K_n} \left(\frac{\delta \alpha_m}{U_0} \right)$$
(4.33)

Cette dernière relation permettra de déterminer les coefficients électro-optiques des films minces de h-BN.

Nota : dans la relation 4.33,

- K_n se calcule à partir des angles des modes guidés obtenus à partir des spectres des modes et de l'équation de dispersion [21, 22].
- $\left(\frac{\delta \alpha}{U_0}\right)$ est la pente de la courbe donnant la déviation angulaire des modes en fonction

de la tension appliquée et Γ , paramètre géométrique dépendant du recouvrement du champ électrique associé à l'onde optique E_o et du champ électrique statique appliqué E_z suivant **Oz**, est obtenu à partir de l'équation 4.21.

4.4.2 Variation de l'Indice de Réfraction et Effet Elasto-Optique

Nous avons montré dans le paragraphe précédent que la variation d'indice globale dans les matériaux de structure hexagonale est la somme de deux termes : une contribution due à l'effet direct c'est à dire l'effet électro-optique et une contribution indirecte qui traduit l'effet élasto-Optique. L'effet élasto-optique se définit à partir de la relation :

$$(\delta n)_{ij} = -\frac{1}{2} (n_{ii}^3 n_{jj}^3)^{\frac{1}{2}} p_{ijkl} S_{kl} \qquad \begin{array}{l} k = l = 3\\ i = j = 3 \end{array}$$
(4.34)

où p_{ijkl} et S_{kl} représentent respectivement le tenseur élasto-optique ou photoélastique et le tenseur de déformation - du cristal - à champ électrique constant. Cette déformation étant liée à la variation de la densité du matériau soumis à une contrainte, on peut montrer que la déformation [18] :

$$S_3 = \frac{\delta h(U_0)}{h} \tag{4.35}$$

Nous aurons donc pour une onde polarisée TM :

$$\delta n_{PO} = -\frac{1}{2} n_z^3 p_{eff} S_3 \tag{4.36}$$

en prenant en compte les relations 4.34 et 4.35 ci-dessus, on peut montrer que :

$$p_{eff} = -2\frac{h}{n_z^3} \left(\frac{\delta n}{\delta h}\right)$$
(4.37)

 $\left(\frac{\delta n}{\delta h}\right)$ sera obtenu à partir de l'équation des modes guidés^{*} en considérant les angles des modes guidés sous champ appliqué. On voit donc que, de la mesure des angles de

synchronisme sous champ appliqué. On voit donc que, de la mesure des angles de synchronisme sous champ appliqué, on peut aussi déduire les caractéristiques élastooptiques d'un guide d'onde déposé en couches minces. Ces paramètres seront mesurables à l'aide d'une détection synchrone car la modulation correspondante se fera à la fréquence 2ω comme l'ont montré Dentan et al. [21].

Ø

Equation des modes guidés : $k.h(n^2 - N_m^2)^{\frac{1}{2}} - \Phi_{ga} - \Phi_{gs} = m\pi$

$$dN_{m} = \frac{k(n^{2} - N_{m}^{2})}{khN_{m} + R(n^{2} - N_{m}^{2})^{\frac{1}{2}}} dh + \frac{khn - R\sin\theta_{m}(n^{2} - N_{m}^{2})^{\frac{1}{2}}}{khN_{m} + R(n^{2} - N_{m}^{2})^{\frac{1}{2}}} dn$$

où $R = \frac{\partial}{\partial N_{m}} (\Phi_{gs} + \Phi_{ga})$

u 4.5 Etudes Expérimentales et Résultats

Le dispositif expérimental « m-Lines » a été déjà décrit au chapitre 3 ; il est représenté schématiquement sur la figure 4.6 ci-dessous dans le cas des électrodes coplanaires.



Fig. 4.6 : Dispositif expérimental pour la détermination des coefficients électro-optiques avec des électrodes coplanaires.

Principe de la méthode :

Etape 1 : Mesure des spectres TE et TM sans champ appliqué ($E_a = 0$) : Calcul des indices n_o et n_e et de l'épaisseur h du guide. **Etape 2** : Mesure du spectre sous champ appliqué (E_a) **Etape 3** : Comparaison des deux spectres pour déterminer la variation de réflectivité et le décalage angulaire des modes. **Etape 5** : Calcul des coefficients électro-optiques.

Les électrodes coplanaires sont déposées dans un réacteur d'évaporation sous vide du type « Edwards ». L'épaisseur d'or déposée à partir de 0.035 g est de l'ordre de 200 nm. Les figures 4.6 représentent les spectres TE et TM des modes guidés obtenus avant application d'un champ électrique.



Fig. 4(a) Spectre des modes guidés en polarisation TM sans champ électrique appliqué

A partir du spectre des modes guidés en polarisation TM (Fig. 4.7a et b) nous déterminons l'indice de la couche par la méthode des moindres carrés comme décrit au chapitre 3. Nous trouvons ainsi $n_e = 1.715 \pm 0.004$ pour une épaisseur calculée de h = 0.85 ± 0.02 µm à 0.6328 µm.

A partir de la valeur de l'indice extraordinaire n_e , de l'épaisseur $h = 0.85 \ \mu m$ et de l'indice effectif du premier mode en polarisation TE c'est à dire N₀, nous déterminons l'indice ordinaire par une méthode itérative. Nous trouvons $n_o = 1.645 \pm 0.004$. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celle rapportées dans la littérature à savoir $n_e=1.7$ et $n_o=1.65$ pour h-BN à 0.6328 μm (voir chapitre 3).



Fig. 4.7b : Spectre des modes guidés en polarisation TE.

Les courbes 4.8a et b représentent les spectres des modes guidés en polarisation TM sans champ et sous champ électrique appliqué (800 V) et le déplacement de l'angle observé.



130

Nous avons ensuite déduit la courbe $\Delta R = R(E)-R(0)$ en comparant les réflectivités point par point. La figure 4.9 montre la modulation de l'intensité réfléchie obtenue pour une tension appliquée de 800 V.



Fig.4.9 : Modulation du spectre des modes guidés sous une tension appliquée de 800 V

Cette courbe qui représente la réponse du matériau vis a vis d'un champ appliqué est d'un grand intérêt pour la détermination des coefficients électro-optiques. Elle va nous permettre de calculer le coefficient r_{eff} correspondant.

Pour cela, il est intéressant de suivre l'évolution de cette modulation en fonction de la tension appliquée.





La figure 4.11 ci-dessous représente le décalage angulaire observé pour le mode m=0 pour différentes tensions appliquées. On voit que la courbe $\Delta \alpha = f(U_0)$ est une fonction linéaire dans l'intervalle [0V, 800V]. Ce qui montre un effet Pockel's.



Fig. 4.11 : Déplacement de la position angulaire du mode fondamental en fonction de la tension appliquée.

Les déplacements sont observés par application des tensions élevées car l'intégrale de recouvrement $\Gamma \sim 0.2$ est très faible dans notre configuration. A partir de cette courbe nous avons déduit la pente : $\frac{\Delta \alpha_0}{\Delta U_0} = 5.3.10^{-5} \text{ °/V}.$

Cette valeur est ensuite utilisée pour calculer le coefficient électro-optique r_{eff} à l'aide de la relation 4.33. Nous avons trouvé $|r_{eff}| \leq 5 \text{ pm/V}^{(##)}$ pour une valeur de $\Gamma \sim 0.2$ obtenue par simulation [8,13,15]. Il faut noter cependant que la précision de la mesure du coefficient r_{eff} , lorsqu'on utilise des électrodes coplanaires comme dans notre cas, est très limitée. L'influence de l'intégrale de recouvrement et les contributions dus à l'effet piézo-electrique rendent en effet les processus plus complexes dans cette configuration.

^(##) cf : J. Boudiombo, J.C. Loulergue, P. Thevenin and A. Bath, « Electro-optical characterization of h-BN thin film waveguide by prism-coupling technique »,EMRS 98 symposium L. To be published in Mat. Sci. Engineering B.

Le tableau 4.1 donne quelques valeurs des coefficients électro-optiques de matériaux utilisés en optique intégrée. On voit que le coefficient obtenu ici en polarisation TM pour des films de h-BN est grand comparé aux valeurs des coefficients EO des matériaux de même symétrie à savoir : AIN ou ZnO.

Matériau (O.6328µm)	r ₁₃ (pm/V)	r ₃₃ (pm/V)
ZnO	0.58 1.4 [*]	0.36 2.6
AIN	0.67	-0.59
LiNbO ₃	10	30
	8.6*	30.8
		4.9*

Tableau 4.1 : Comparaison des coefficients electro-optiques de quelques matériaux utilisés en optique intégrée.

(*) : Matériaux en bulk ; (#) : mesures faites à 0.813 µm avec électrodes interdigités [13]

En 1987, D. Persegol et al.[9] ont mesuré les coefficients électro-optique de ZnO en configuration sandwich (tension appliquée au guide : 150 V). Les valeurs de r_{13} et r_{33} trouvées étaient égale au dixième des valeurs du matériau en bulk. Le même type de mesures faites par Graupner et al. [10] en 1992 sur AlN ont montré que les coefficients

électro-optique des films minces de AIN étaient inférieurs à ceux du matériau en bulk (~1/10). D'autres auteurs [13] travaillant sur des guides de LiNbO₃ obtenus par diverses techniques d'implantation ont montré que le processus d'implantation diminuaient les valeurs des coefficients de l'ordre de 6 à 7 %.

Dans notre cas le coefficient r_{eff} calculé dans la configuration électrodes coplanaires semble donner une valeur semblable à celle des matériaux présentant la même symétrie que h-BN en bulk. Les valeurs des coefficients r_{33} de h-BN en bulk n'étant pas connues, la comparaison nous est donc difficile à faire. Les mesures étant faites avec des tensions élevées, il faut donc tenir compte de la contribution de l'effet piézoélectrique induite par la variation de la densité du matériau sous champ appliqué.

4.5.1 Effet de la Tension Appliquée sur ⊿R

Les mesures faites durant cette étude en polarisation TM, ont montré que le décalage d'un mode d'ordre m = 0 est une fonction linéaire de E_a .

On constate que lorsque la tension augmente, l'amplitude de la variation de l'intensité augmente pour chaque mode (fig. 4.12)

De même le deuxième mode se décale lorsque nous appliquons des tensions supérieures ou égales à 600 V (fig. 4.13). Cet effet n'est pas étonnant ; il est dû au recouvrement inhomogène entre le champs électrique appliqué et le champ électrique associé à l'onde optique guidé du deuxième mode (TM₁). En effet, ce recouvrement n'est pas identique pour les deux modes, Γ , l'intégrale de recouvrement étant très inférieure à 1.



Fig. 4.12 : Modulation de la réflectivité à 350 V et 600 V.



Fig. 4.13 : Modulation de l'intensité réfléchie pour $U_0 = 600V$. Le deuxième mode réagit pour des tensions supérieures ou égale à 600 V

4.5.2 Analyse et Interprétation

Récemment J. L.. Bolzinger et al.[20] ont mesuré l'effet photoélastique dans des guides de *BaTiO*₃ implantés proton à 1 MeV.

Ils ont montré que l'implantation augmentait le volume du cristal et donc provoquait une variation de la densité du matériau. En 1989, Dentan et al. [21], travaillant en « RTA » ont mis en évidence l'importance de l'effet piézo-électrique dans des films de P(VDF-TrFE) commercialisés par Elf Atochem.

Par la suite, Morichère et al.[22], étudiant le polyphenylmethylsilane (fabriqué au C.E.A), dans la même configuration, ont montré que :

$$\delta n_{PO} = -b.S_3 \tag{4.38}$$

où la constante b est calculée à partir de la relation de Clausius-Mosotti (Lortentz-Lorenz) et s'exprime en fonction de l'indice de réfraction :

$$b = \frac{\left(n_z^2 + 2\right)\left(n_z^2 - 1\right)}{6n^2} \tag{4.39}$$

Ils ont ainsi pu évaluer δh et la variation de la polarisabilité des films minces en RTA. M. Dumont et Y. Levy [19] ont aussi utiliser la même méthode, en favorisant les ondes plasmons de surface (S.P.W) avec des films de LB et de P(VDF-TRFE), ils ont étudié l'influence de l'anisotropie des films sur la mesure des coefficients PO et EO. Utilisant la formule de Lorentz-Lorenz, ils déterminèrent la suceptibilité et la polarisabilté de ces couches minces. En 1988, Loulergue et al.[23] ont rapporté les mêmes effets sur les multicouches de LB + DPNA.

Dans le cadre de ce travail nous constatons que la constante «b» rapportée par les auteurs cités ci-dessus rend compte de l'effet élasto-optique dans les matériaux organiques. La déformation que nous observons sur le spectre modulé (Fig. 4.12) à 350 V peut être liée à la déformation de la couche mince qui perturbe la propagation du mode TM₁. Nous pouvons donc associer ce phénomène à la variation de la densité et donc de la polarisabilité de la structure guidante. Dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface

(SAW) il est très intéressant de connaître les propriétés piézoélectriques et le facteur de «mérite acousto-optique» d'un matériau. Ce facteur intervient dans l'expression de l'efficacité de diffraction d'un matériau. Il est définit dans notre configuration expérimentale par :

$$M_{eff} = \frac{n_z^6 p_{eff}^2}{\rho V_3^3}$$
(4.40)

avec $V_3 = \frac{c_{33}}{\rho}$, la vitesse du son dans le matériau.

Nous pouvons calculer théoriquement la constante photoélastique dans notre cas à partir de la variation de l'épaisseur lorsqu'une tension de 800 V est appliquée.

Pour le h-BN, $c_{33} = 31,2.10^9$ N.m⁻² et, $\rho = 2,28$ g/cm³, sont respectivement la constante de rigidité et la densité du matériau étudié. p_{eff} est liée à la variation de l'épaisseur du guide. Sous champ appliqué, et à partir de l'équation 4.37 (c'est à dire $p_{eff} = -2\frac{h}{n_z^3} \left(\frac{\delta n}{\delta h}\right)$).Nous trouvons, pour cette couche guidante de BN déposée sur du verre

(BK7), une valeur de l'ordre de $p_{eff} \approx 0.011$. Cette valeur peut être utilisée par la suite pour évaluer la figure de mérite de h-BN et donc l'efficacité de modulation de ce matériau pour des applications en acousto-optique.

4.5.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons montré qu'il était possible de mesurer les coefficients électro-optiques d'une structure guidante soumise à une haute tension. De la variation de l'indice de réfraction par effet Pockel's, nous avons déduit les coefficients électro-optiques

à partir du déplacement angulaire des modes guidés. La déformation « $S = \frac{\Delta l}{l}$ » engendrée par compression suivant l'axe optique du matériau constituant le guide, peut être reliée à la variation de l'épaisseur du guide via le déplacement des modes en «spectroscopie des lignes noires» et peut permettre l'évaluation des constantes élasto-optiques à l'aide d'une détection synchrone. Dans cette étude, nous avons pu évaluer r_{eff} en polarisation TM par utilisation d'électrodes coplanaires.

<u>Références bibliographiques (chapitre. 4)</u>

[1] M. Laug "Optique et Information" Cépaduès-Ed.

[2] A. Yariv & P.Yeh, "Optical Waves in Crystals" Ed. J. Wiley & Sons Inc. New York (1984).

[3] S. Huard, «Polarisation de la lumière», ed. Masson (Paris, 1994).

[4] D. Persegol, Thèse de Doctorat LEMO, Université de Grenoble (1988)

[5] M. Dumont et Y. Levy,"Measurement of electro-optic properties of organic thin films by attenuated total reflection" in Nonlinear optics of organics and semiconductors, ed., T. Kobayashi (Springer-Verlag, Berlin) 1988.

[6] T. Kobayashi, Nonlinear Optics, 1 (1990) 239

[7] T. Kobayashi (Ed.), H. Uchiki, and K. Minoshima, Nonlinear Optics of Organics and Semiconductors, Springer-Verlag (Berlin, 1989)

[8] H. Nishihara, M. Haruna, and T. Suhara in "Optical Integrated Circuits ", (McGraw-hill, New-York, 1989) p. 110.

[9] D. Persegol, E. Pic and J. Plantier, J. Appl. Phys. 62(6) (1987) 2563.

[10] P. Graupner, J.C. Pommier, A. Cachard, J. L. Coutaz, J. Appl. Phys. 71(9) (1991) 4136.

[10] L. D. Hutcheson (Ed.) "Integrated Optical Circuits and Components", M. Dekker, Inc. New York 1987.

[11] M. H. Lyons, "Materials for Non-Linear and Electro-optics, New-York (1989)

[12] D. J. Channin, Appl. Phys. Lett. 19 (1971) 128, voir aussi G. T. Reed, B. L. Weiss, Elect. Lett. 23 (8) (1987)

[13] M. Haruna, H. Ishizuki, J. Tsutsumi, Y. Shimaoka and H. Nishihara, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 34 (1995) p. 6084.

[14] E. Durand "Electrostatique, 2" Masson & C^{ie} (1966).

[15] D. Marcuse, IEEE Journal of Quantum Electronics, vol. QE-18, (3) (1982) 363

[16] L. Wooten and W. S. C. Chang, IEEE Journal of Quantum Electronics, vol. 29, (1) (1993) 161

[17] R. C. Alferness, IEEE Trans MTT vol., MTT-30 (8) (1982) 1121

[18] S. T. Chen (Ed), Guided-Wave Acousto-Optics, (Springer-Verlag, Berlin, 1990) 205.

[19] T. Tamir (Ed.) "Guided-Wave Optoelectronics" Springer-Verlag, Berlin 1988.

Voir aussi P. Gunter (Ed.) "Electro-optic and Photorefractive Materials" Proc. in Phys. 18, (Springer, Berlin).

[20] J. L. Bolzinger, P. Mathey, R. Machet, P. Jullien, J. Mugnier and P. Moretti, Opt. Comm. 140 (1997) 199.

[21] V. Dentan, Y. Levy, M. Dumont, P. Robin and E. Chastaing, Optics comm. 69 (1989) 379.

[22] D. Morichère, V. Dentan, F. Kajzar, P. Robin, Y. Levy and M. Dumont, Opt. Comm. 74(1,2) (1989) 69.

[23] J.C. Loulergue, M. Dumont and Y. Levy, Thin Solid Films, 160 (1988) 399. Voir aussiW. H.G. Horsthuis, G. J. M. Krijnen, Appl. Phys. Lett. 55 (7) (1989) 616

[24] F. Abeles, Ann. Phys., (1950) 596.

Conclusion et Perspectives

Au cours de cette étude, nous avons montré que des films minces de nitrure de bore (BN) de bonne qualité optique ont été fabriqué par PECVD. A l'aide de la spectroscopie des lignes noires « m-lines », nous avons étudié pour la première fois les propriétés guidantes de ce matériau déposé sur des substrats aussi variés que le verre, le verre conducteur (ITO), la silice, le quartz.

La détermination des propriétés linéaires à partir des spectres des modes guidés a permis de montrer que ce matériau est un cristal uniaxe positif.

De plus, suivant les conditions de dépôt et la technique de fabrication, les indices de réfraction trouvés varient entre 1.6 ~ 1.8 pour la structure hexagonale. Par ailleurs, l'étude des modes fuyants sur des échantillons de SiON/verre et SiO₂/Si a été faite ; cela a permis de prendre en compte les propriétés des ondes évanescentes pour caractériser nos échantillons avec un formalisme approprié. D'autre part, l'application de la méthode iWKB à ce type de guides obtenus par dépôt a permis d'étudier l'homogénéité et l'anisotropie des couches déposées. Nous avons ainsi pu montrer que les couches de BN déposées sur des substrats de verre présentent des profils d'indice du type « gradient » ou « saut » d'indice selon la technique de dépôt utilisé. Et que l'organisation du dépôt se fait suivant la séquence : a-BN et ensuite h-BN.

Le coefficient électro-optique r_{eff} a été mesuré par utilisation d'électrodes co-planaires. Une valeur de l'ordre de **5 pm / V** a été trouvée, montrant que ce coefficient est proche de celui des matériaux du même groupe de symétrie, à savoir AlN, ZnO, CdS en « massif ». Le BN étant inerte chimiquement, sa bonne conductivité thermique laisse entrevoir de possibles applications dans des environnements corrosifs ou hautes températures en optique ou en acousto-optique intégrée.

Les applications envisagées sont nombreuses :

Une application potentielle de cette étude pourrait être la modulation acousto-optique. On mettrait à profit la vitesse du son du BN (> AIN, quartz).

Les modes fuyants, à cause de leur sensibilité, peuvent être utilisés pour fabriquer des dispositifs de détection ou capteurs d'espèces chimiques. Ces dispositifs utiliseraient la modification des caractéristiques de ces ondes lorsqu'elles se propagent au voisinage ou à la surface des matériaux par utilisation de plasmon de surface. Ces dispositifs pourraient fonctionner en environnements extêmes : milieux corrosifs ou irradiants par utilisation de semiconducteurs comme le BN cubique dopé.

Annexes

1. Guides à modes fuyants cas d'une couche de SiO_xN_y déposée sur du verre BK 7 [15]

Dans un guide réel, la condition de confinement et de guidage de l'onde s'obtient à partir de l'équation :

$$\tan(k_{g}d) = \frac{k_{g}(k_{a}+k_{s})}{k_{g}^{2}-k_{a}k_{s}}$$
(1)

avec

$$\begin{cases} k_{g} = \left[k^{2} n_{g}^{2} - \beta^{2}\right]^{\frac{1}{2}} \\ k_{j} = \left(\frac{n_{g}}{n_{j}}\right)^{2\rho} \left[\beta^{2} - k^{2} n_{j}^{2}\right]^{\frac{1}{2}} & j = a, s \end{cases}$$
(2)

Dans le cas des modes fuyants la relation (1) s'écrit :

$$\tan(k_{g}d) = i \frac{k_{g}(\kappa_{a} + \kappa_{s})}{k_{g}^{2} + \kappa_{a}\kappa_{s}}$$
(3)

avec

$$k_{j} = \left[k^{2}n_{j}^{2} - \beta^{2}\right]^{\frac{1}{2}} \quad j = a,s$$
 (4)

Si on pose

$$\frac{\beta}{k} = N_{m} - iK_{m} \tag{5}$$

En incidence rasante l'angle θ_m -> $\pi/2$ alors on a

$$\tan(k_{s}d) \approx ik_{s}\left(\frac{1}{k_{s}} + \frac{1}{k_{s}}\right)$$
(6)

La solution de l'équation (6) sans second membre est :

$$k_{s} = (m+1)\frac{\pi}{d}$$
 m=0,1,2... (7).
Dans cette situation, il faut que :

$$\begin{cases} N_{m} = n_{g} - \frac{(m+1)^{2}}{8n_{g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^{2} \\ K_{m} = 0 \end{cases}$$
(8)

Dans le cas des modes fuyants K_m≠0 alors la resolution de l'équation (6) avec second membre donne :

$$\mathbf{k}_{g} = (\mathbf{m}+1)\frac{\pi}{d} + (\mathbf{m}+1)\frac{\pi}{\mathbf{k}d^{2}} \left\{ \frac{1}{\left(n_{g}^{2} - n_{s}^{2}\right)^{\frac{1}{2}}} + \frac{1}{\left(n_{g}^{2} - n_{s}^{2}\right)^{\frac{1}{2}}} \right\}$$
(9)

Par identification :

$$\frac{\beta}{k} = n_{g} - \frac{\left(m+1\right)^{2}}{8n_{g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^{2} \left\{ 1 + \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)}{\pi \left(n_{g}^{2} - n_{s}^{2}\right)^{\frac{1}{2}}} + i \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)}{\pi \left(n_{s}^{2} - n_{g}^{2}\right)^{\frac{1}{2}}} \right\}$$
(10)

On en déduit que :

$$N_{m} = n_{g} - \frac{\left(m+1\right)^{2}}{8n_{g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^{2}$$
(11)

et

$$K_{m} = -\frac{(m+1)^{2}}{8\pi n_{s}} \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)^{3}}{\left(n_{s}^{2} - n_{s}^{2}\right)^{\frac{1}{2}}}$$
(12)

De (11) en utilisant au moins deux modes fuyants on peut montrer que

$$n_{g}^{2} = \frac{1}{3} \left(4 N_{o}^{2} - N_{1}^{2} \right)$$
(13)

Les relations (13) et (11) permettent alors de déduire l'épaisseur du guide :

$$d = \frac{\lambda}{2} \left(\frac{3}{2n_{g}(N_{0} - N_{1})} \right)^{\frac{1}{2}}$$
(14)

D Publications

- 4



Materials Science and Engineering B46 (1997) 96-98



Modes of propagating light waves in thin films of boron nitride deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition

J. Boudiombo^{a,*}, O. Baehr^b, A. Boudrioua^a, P. Thevenin^b, J.C. Loulergue^a, A. Bath^b

^a Matériaux Optiques à Propriétés Spécifiques, CLOES—Université de Metz et Supélec, 2 rue E. Belin, 57078 Metz Cedex 3. France ^b Laboratoire Interfaces Composants et Microélectronique, CLOES—Université de Metz et Supélec, 2 rue E. Belin, 57078 Metz Cedex 3. France

Abstract

Waveguide films of boron nitride are fabricated by a plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) process. Optical properties of films are investigated. Effective refractive indices of guided modes are used to determine refractive index and film thickness. A good optical quality has been obtained with an hexagonal structure. © 1997 Elsevier Science S.A.

Keywords: Waveguides; Refractive index; Bandgap

1. Introduction

Waveguides have been made of many different classes of materials: ferroelectrics, amorphous, semiconductors and so forth. III-V semiconductors are the most promising, for integrated optical circuits and optoelectronic devices. This group of materials offers the ability to monolitically integrate sources, detectors, interferometers, modulators and switches on the same substrate.

Boron nitride (BN) is a wide bandgap III-V semiconductor ($E_g > 5.8$ eV) which can compete with diamond in many applications. This material is transparent from the near ultraviolet to the infrared and has been used for X-ray lithography masking [1]. Because of a high chemical stability, a good thermal conductivity (13 W cm⁻¹ °C⁻¹) and a high sound velocity (7 · 10³ m⁻¹) [1,2] it is an attractive material for acousto-optic devices and high temperature application. Moreover, it is an excellent candidate for high-speed guided-wave devices, which can operate under a variety of environmental conditions. All these properties make this material under consideration for waveguide and optoelectronic devices.

We report in this paper for the first time, the optical properties of boron nitride waveguide films deposited by microwave plasma enhanced CVD.

2. Thin film elaboration

The deposition of boron nitride (BN) films on silicon and glass substrate was performed using a microwave plasma CVD technique which is described in Ref. [3]. The nitrogen and argon plasma was produced from a microwave generator at 2.45 GHz with a power fixed at 500 W. The boron source was borane-dimethylamine (BDMA) heated up to 45°C. The resulting vapor was carried into the reaction chamber by an argon gas flow. During the deposition process the chamber pressure was maintained at 120 mTorr with flow rates of 20 sccm for N₂, 100 sccm for Argon and 0.5 sccm for the carrier gas. The samples were located downstream the plasma zone and heated up to 350°C. The growing procedure lasted for 10 h.

The deposited films were investigated by infrared spectroscopy. For sp² bonded hexagonal BN phase (h-BN), there are two characteristic peaks near 1380 and 800 cm⁻¹. They are associated [4,5] with in plane B-N stretching bond and out plane B-N-B bond bending vibrations respectively. The resulting films are shown to be optically anisotropic with the optical axis perpendicular to the plane of the substrate. A typical IR spectrum of our BN films grown on silicon substrates (Fig. 1) shows predominantily the existence of the h-BN structure. The weak peak at 3400 cm⁻¹ which can be associated with N-H bond, indicates the presence of impurities [6,7].

^{*} Corresponding author. Fax: + 33 87 759601.

^{0921-5107 97/}S17.00 © 1997 Elsevier Science S.A. All rights reserved. PII S0921-5107(96)01940-X



Fig. 1. Infrared spectrum of h-BN: The peak around 800 cm⁻¹ is caracteristic of B-N-B bending vibrations. At 1400 cm⁻¹ it is caracteristic of B-N stretching vibration.

3. Modes excitation

We used m-lines spectroscopy [8] to study the optical properties of the films. When the films are pressed against the base of a rutile prism, the light energy of a He-Ne laser can be transfered into the film by the 'optical tunneling' effect [9]. The coupler is mounted onto a goniometer stage which can be turned with constant speed by a feedback controlled dc motor. The beam reflected on the base of the prism is then measured using a beamsplitter and a photodetector (see Fig. 2) With this set-up, using a sample with Z-axis perpendicular to the surface of the substrate, the ordinary refractive index (n_o) is investigated using TE polar-



Fig. 3. TE mode spectrum measured by m-lines spectroscopy. The reflectivity at given coupling angles indicates the excitation of guided modes.

ization, meanwhile a TM polarization leads to the extraordinary refractive index (n_e) study.

In this situation the modes spectra can be obtained from the reflectivity dips as a function of the incident angles (Fig. 3). This curve gives us the measuring synchronuous coupling angles which enable us to determine the guided modes effective indices.

4. Results and discussion

Concerning the BN film obtained by the PECVD process, we used TE polarized light. As already stated, Fig. 3 shows the guided modes spectra. Two modes TE_0 and TE_1 have been excited. The sharpness of the reflectivity dips indicates a good optical confinement of the light beam into the thin film waveguide structure. This



Fig. 2. Experimental set-up for measuring guided modes. The prism with high refractive index permits the introduction of light into the waveguide by the 'optical tunneling' effect.

Table 1 Polarisation TE

m	N _{eff} (measured)	N _{eff} (computed)	$\Delta N_{\rm eff}$
0	1.6803	1.6802	0.0001
1	1.5828	1.5828	0.0000

can be of interest for optical signal transmission. Measurements of the losses will bring more information about this point. At the present time, we conclude that the attenuation of the TE modes is weak, according to the part of the incident beam fed into the modes propagation. It can be reasonably estimated to 50%.

Concerning the TM modes, their excitation was unsuccessfull. This can be due to the cristallographic configuration of the films. Indeed, a decrease of the reflected intensity in the angular interval where the modes were expected was observed. A high loss of the coupled beam could be at the origin of this phenomena. However, more investigations, using different film's configurations, are needed to clarify this point.

From the angular position of TE guided modes (Fig. 3) we deduced the corresponding effective indices N_0 and N_1 . These values are then used to compute the thin film parameters: ordinary refractive index (n_0) and thickness (d). We have used the sums of the square of deviation ' σ ' method, as reported by Kersten [10]. In fact, if the refractive indices of the substrate, air and prism are known, the sums of the square of the deviation for each mode can be determined from the dispersion modes equation [11]. In the case of Fig. 3, we find $n_0 = 1.7131 \pm 0.0015$ and $d = 0.74 \pm 0.01 \ \mu\text{m}$. The value of n_0 is in the same order as that given in literature for BN hexagonal thin film [12].

Finally, from the refractive index and thickness, we computed the theoretical effective refractive indices of the structure [13]. The results are reported in Table 1. We notice a very good agreement between measured and calculated values of N_0 and N_1 .

5. Conclusion

We have shown the feasibility of optical waveguide using h-BN thin films obtained by plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD). A good confinement of the light was obtained using TE polarized light beam. The refractive index and the thickness have been determined. The resulting n_o value is close to that reported in literature for hexagonal boron nitride thin films. Investigations to improve the quality of the films as a function of the deposition parameters are in progress. These results represent, to the best of our knowledge, the first report on h-BN films for optical waveguiding applications. They will be completed by loss, electro-optical and non-linear characterization for future active device development in optoelectronics for high temperature.

References

- Diamond films and coatings, in Robert F. Davis (ed.), Developpement, properties, and Applications, 1993, pp. 7-28.
- [2] O. Mishima, Mat. Sci. Forum 54/55 (1990) 313-328.
- [3] O. Baehr et al. Accepted in Materials Science and Engineering B. (1996)
- [4] M.J. Paisley, L.P. Bourget and R.F. Davis, Thin Solid Films, 235 (1993) 30-34.
- [5] A.J. Gatesman, R.H. Giles and J. Waldman, J. App. Phys., 73
 (8) (1993) 3962.
- [6] J. Kouvetakis, V.V. Patel, C.W. Miller, and D.B. Beach, J. Vac. Sci. Technol., A8 (6) (1990) 3929.
- [7] L. Maya, J. Am. Ceram. Soc., 75 (7) (1992) 1985.
- [8] A. Boudrioua, P. Moretti and J.C. Loulergue, J. Non-Cryst. Solids, 187 (1995) 443-447.
- [9] P.K. Tien and R. Ulrich, J. Opt. Soc. Am. 60, 10 (1970) 1325.
- [10] R. Th. Kersten, Opt. Commun. 9, (4) (1973) 427.
- [11] G. Zhang and K. Sasaki, Appl. Opt. 27, (7) (1988) 1358F.
- [12] S.L. Ren, A.M. Rao, P.C. Eklund and G.L. Doll, Appl. Phys. Lett. 62, (15) (1993) 1760.
- [13] Abeles, Ann. Phys., 5 (1950) 596-640.

phys. stat. sol. (a) 162, 731 (1997) Subject classification: 78.30.Hv; S10.1

Investigation of Thin Film Waveguides Using Leaky Modes for Laser Applications

J. BOUDIOMBO (a), A. BOUDRIOUA (a), J. C. LOULERGUE (a), A. BATH (b), and P. THEVENIN (b)

(a) Laboratoire Matériaux Optiques à Propriétés Specifiques (MOPS) and

(b) Laboratoire Interfaces Composants et Microelectronique (LICM), CLOES, Université de Metz et Supélec, 2, rue E. Belin, F-57078 Metz, Cedex 03, France

(Received December 11, 1996; in revised form May 30, 1997)

Leaky modes have been observed and investigated. A simple method is used to evaluate refractive index and thickness by solving the "so-called" mode equation. Application and tests of the assessments are made using a thin film of SiO_xN_y elaborated by the PECVD technique. From the measured TE and TM mode spectra, it is found that the films are isotropic with good confinement of the light wave. Results are in good agreement with those reported by many authors for such kind of materials.

1. Introduction

For the past few decades, planar waveguides became basic elements of integrated optics and optoelectronic devices. High integration is achievable if growth or deposition techniques of thin films of dielectrics onto substrates such as silicon, GaAs, InP, ZnSe and so forth — with higher or less refractive index than active layer — are well controlled. Therefore, the study of leaky modes on asymmetric three layered dielectric slab waveguids for monolithical or hybrid integration could permit the optimization of thin film parameters. Layered media can support confined electromagnetic wave propagation modes and/or leaky modes [1].

In fact, the evanescent field which takes place at waveguides interfaces is often referred to as "leaky modes". This group of waves plays a significant role in optoelectronic devices, Integrated Optic on Silicon (IOS) and semiconductors technology for laser applications. Although, the phenomenon of leakage in planar waveguides and optical fibres reduces and alters the signal, it can be intentionally promoted and profitably used to probe thin film parameters [2 to 4].

Several methods and technologies for fabricating thin films have been reported depending on component applications: Out-diffusion, ion exchange, epitaxial growth, CVD methods and so on [5]. Because of its large losses which are due to its high refractive index in the visible region, planar waveguides cannot be made directly by deposition of a transparent material onto silicon substrate. Then, a buffer layer of SiO_2 is often grown before deposition. Silicon oxide, nitride and oxynitride are largely used as insulating dielectrics or passivation layers for semiconductor devices like MISFET and for optical fibres in IOS technology as well. In order to be used for monolithical integration, these dielectrics are grown directly onto silicon substrate by thermal oxidization in the presence of gases like nitrogen or oxygen [6, 7].

In this paper we report a simple method to determine refractive index and thickness of thin films of silicon oxynitride with presence of hydrogen bond impurities (SiO_xN_y) . The films are obtained by a plasma enhanced chemical vapor deposition process (PECVD). We used leaky modes in the substrate to investigate films deposited onto glass substrate by measuring the propagation constants of the various modes by a prism-coupling method.

2. Theoretical Background

A three layered or sandwiched structure with the index of refraction largest in the middle is the simplest optical waveguide which is commonly used (Fig. 1a). The lower and top layers are the substrate and the superstrate, respectively. A guided wave does not have light distributed uniformly across the waveguide. It is a pattern that depends on the indices of refraction of all three layers and the guide thickness. The mode equation can be obtained by using the field components of TE modes (E_y, H_z, H_x) or TM modes (H_y, E_z, E_x) [1 to 8]. The so-called "mode condition" for guided modes, with $n_g > n_a$, n_s results by taking the boundary conditions of the components E_y or H_y and H_z or E_z at the interfaces z = 0 and d. This condition is given by [8, 9]

$$\tan (k_{\rm g}d) = \frac{k_{\rm g}(k_{\rm a} + k_{\rm s})}{k_{\rm g}^2 - k_{\rm a}k_{\rm s}}$$
(1)



Fig. 1. Waveguiding structures. a) Guided wave $(n_g > n_s, n_a, b)$ hollow waveguide $(n_g < n_a, n_s)$, c) substrate leaky waveguide $(n_s > n_g, n_a)$

Investigation of Thin Film Waveguides Using Leaky Modes for Laser Applications

with

$$\begin{cases} k_{\rm g} = [k^2 n_{\rm g}^2 - \beta^2]^{1/2}, \\ k_j = \left(\frac{n_{\rm g}}{n_j}\right)^{2\varrho} [\beta^2 - k^2 n_j^2]^{1/2}; \qquad j = {\rm a, s}, \end{cases}$$
(2)

where $\varrho = 0$ for TE modes and $\varrho = 1$ for TM modes, *d* represents the thickness of the film, $k = 2\pi/\lambda$ with λ the vacuum wavelength of the laser beam. $n_{\rm s}$, $n_{\rm g}$, and $n_{\rm a}$ are respectively the refractive indice of the substrate, the guide layer and the superstrate (air). The longitudinal propagation constant β is the principal quantity characterising the propagation of the wave along the guide axis [9].

For our analysis we consider at first n_s , and n_a superior to n_g . In this situation leakage modes occur at the guide/superstrate and guide/substrate interfaces (see Fig. 1b). This kind of waveguides is named "hollow waveguide" and has been widely treated [2 to 9]. In fact, $(n_s, n_a) > n_g$, mathematically means that the propagation constant β must be complex. Consequently total reflections cannot be achieved at the interfaces. Thus, the mode condition (1) becomes

$$\tan\left(k_{\rm g}d\right) = i \; \frac{k_{\rm g}(\varkappa_{\rm a} + \varkappa_{\rm s})}{k_{\rm g}^2 + \varkappa_{\rm a} \varkappa_{\rm s}} \,. \tag{3}$$

The longitudinal propagation constant β for TE polarized light beam is related to the transverse propagation constants by the equations

$$\kappa_j = [k^2 n_j^2 - \beta^2]^{1/2}; \qquad j = a, s.$$
 (4)

Now, let us take

$$\frac{\beta}{k} = N_{\rm m} - iK_{\rm m} \,, \tag{5}$$

 $N_{\rm m}$ is the effective refractive index which can be measured in our experiment, and $K_{\rm m}$ is the attenuation constant of the wave amplitude. We must solve equation (3) in order to determine the main features of the leaky modes in our case. The most interesting case for our applications is obtained near the grazing incidence angle i.e. $\theta_{\rm m} \sim \pi/2$. So, $k_{\rm g} \ll \varkappa_{\rm a,s}$ and an approximate solution is found by using the method of successive approximations. For this purpose, the mode condition can be written as follows:

$$\tan\left(k_{\rm g}d\right) \approx ik_{\rm g}\left(\frac{1}{k_{\rm a}} + \frac{1}{k_{\rm s}}\right). \tag{6}$$

Near grazing incidence and since $n_{a,s} > n_g$ the right hand side of equation (6) is very small and can be neglected. Thus, the solution of relation (6) without the right hand side is given by

$$k_{\rm g} = (m+1) \frac{\pi}{d}; \qquad m = 0, 1, 2...$$
 (7)

This result shows that propagation occurs only if the reflected wave at the core-cladding interfaces must add in phase to the originally incident wave [9]. Inserting equation (7) into equations (2) with the help of equation (5), yields

$$\begin{cases} N_{\rm m} = n_{\rm g} - \frac{(m+1)^2}{8n_{\rm g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^2. \\ K_{\rm m} = 0. \end{cases}$$

$$\tag{8}$$

But, in the case of leaky waveguides we have $K_{\rm m} \neq 0$. Consequently we must use a second iteration to find the value of $K_{\rm m}$.

Now we focus our attention to the case involved when the index of the substrate is superior to the index of the core $(n_s > n_g)$. In this situation (Fig. 1c) leakage occurs only at the guide/substrate interface. Substituting equation (7) into the right hand side of equation (6), and by taking into account the first approximate solution, the general solution of equation (6) is given by

$$k_{\rm g} = (m+1) \,\frac{\pi}{d} + (m+1) \,\frac{\pi}{kd^2} \,\left\{ \frac{1}{\left(n_{\rm g}^2 - n_{\rm a}^2\right)^{1/2}} + \frac{1}{\left(n_{\rm g}^2 - n_{\rm s}^2\right)^{1/2}} \right\}.$$
(9)

. . .

Equating relations (9) and (4) we get

$$\frac{\beta}{k} = n_{\rm g} - \frac{(m+1)^2}{8n_{\rm g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^2 \left\{ 1 + \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)}{\pi (n_{\rm g}^2 - n_{\rm a}^2)^{1/2}} + i \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)}{\pi (n_{\rm s}^2 - n_{\rm g}^2)^{1/2}} \right\}.$$
(10)

If we neglect the terms of higher order than $(\lambda/d)^2$ in equation (9) one could show that

$$N_{\rm m} = n_{\rm g} - \frac{\left(m+1\right)^2}{8n_{\rm g}} \left(\frac{\lambda}{d}\right)^2 \tag{11}$$

and the attenuation constant is given by

$$K_{\rm in} = -\frac{(m+1)^2}{8\pi n_{\rm g}} \frac{\left(\frac{\lambda}{d}\right)^3}{\left(n_{\rm s}^2 - n_{\rm g}^2\right)^{1/2}}.$$
 (12)

Equation (11) has been reported by Ulrich and Prettl [2] using the zig-zag ray formalism.

Starting from equation (11) for the two lowest modes (m=0 and 1) the refractive index of the thin film is

$$n_{\rm g}^2 = \frac{1}{3} \left(4N_0^2 - N_1^2 \right),\tag{13}$$

which has been also reported by Kirsch [10] using a least square calculation. At last, by taking the effective refractive indices N_0 and N_1 , with the help of equations (11) and (13), the film thickness can be computed easily from the equation

$$d = \frac{\lambda}{2} \left(\frac{3}{2n_{\rm g}(N_0 - N_1)}\right)^{1/2}.$$
(14)

The parameters which are measurable in our experiment are the effective refractive indices N_0 and N_1 . The following section is devoted to the calculation of the thin film parameters using our method.

3. Experiments

The sample used for this study is a silicon oxynitride thin film with presence of hydrogen bonds impurities deposited onto glass substrate $(n_s = 1.51)$ by a plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) process.

3.1 Thin film elaboration

Before insertion in the deposition chamber, glass substrates were carefully cleaned with acetone and alcohol in an ultrasonic bath. The temperature of substrate was kept around 360 °C during the deposition and the pressure was 16 Pa. A nitrogen and argon plasma was produced from a microwave generator at 2.45 GHz with a power fixed at 500 W. A quartz target is heated and reacted with gases to the top of the deposition chamber. Reaction products are deposited onto glass or silicon substrates. The as-grown films were characterized by infrared spectroscopy. Films deposited onto silicon substrate have been used for this purpose. The spectra obtained are mainly characteristic of SiO_xN_y material thin films [6,7]. It presents two peaks of absorption at 1060 cm⁻¹ which represent the "stretching" vibrations of Si–O–Si in SiO₂ matrix. Also the peak around 810 cm⁻¹ is characteristic of "bending" vibrations of Si–O–Si. The "rocking" mode is found around 450 cm⁻¹, whereas the "bending" vibrations of Si–H are localized around 2230 cm⁻¹ and the peak at 3350 cm⁻¹ is assigned to N–H stretching vibrations. Both peaks are attributed to hydrogen bond impurities.

3.2 Optical waveguide investigation

Measurements of effective refractive indices N_0 and N_1 of films deposited onto glass substrate are carried out by m-line spectroscopy. The prism coupling set-up is described elsewhere [11]. This technique is commonly used for measuring thin film parameters like



Fig. 2. Experimental set-up of "m-line" spectroscopy. A light beam from the He–Ne laser emitting at $\lambda = 0.6328$ µm enters the rutile prism (TiO₂). The lens enables to focus the beam at the base of the coupling prism near the right angle. The beam reflected from the base of the prism is directed to a photodetector (PD) by a beam splitter (BS). A screw is used to adjust the waveguide (SiON deposited on glass substrate) against the base of the prism. The excitation of substrate leaky modes is possible if the longitudinal propagation constant of the wave in the prism matches one of the guided modes in the waveguide



Fig. 3. a) TE mode spectrum, b) TM mode spectrum. The sharpness of dips shows a good confinement of the light wave and indicates low absorption losses

refractive indices, thickness, losses and electro-optic coefficients. Fig. 2 shows the experimental set-up. Briefly, it consists of an incident laser beam of He-Ne operating at $0.6328 \ \mu m$ which is fed into the thin film through a rutile (TiO_2) prism. This prism has a higher refractive index so that total internal reflections occur at the base of the prism. The sample is pressed against the base of the prism with a micrometer screw. When the longitudinal propagation constant of the incident wave in the prism is equal to that of the wave in the film, the evanescent wave which takes place at the prismair interface excites the guided modes.

The prism and the sample together are mounted onto a goniometer stage which can be rotated with constant speed by a feedback controlled dc motor. A photodiode is used to detect the beam reflected from the base of the coupling prism. Then by measuring the reflected intensity versus the angle of incidence we recorded TE or TM mode spectra. The reflectivity dips at certain coupling angles indicate the excitation of modes. Fig. 3a and b are typical spectra of our sample for TE and TM polarized light.

4. Results

We have observed dark "m-lines" of leaky waves of an oxynitride thin film sample. In order to study the influence of the direction of the propagation of the light beam upon the mode spectra, we scanned the surface of the sample by changing the direction of the wave vector. For each direction of propagation we have measured the same spectra for TE and TM polarized light (see Fig. 3a and b). The positions of the coupling angles are not changed in any case. This fact indicates that films are likely isotropic. In addition the sharpness of the dips indicates a good confinement of the wave in spite of leakage at the guide/substrate interface. Fig. 3b indicates that the films have low absorption losses according to the shape of the dips at the half width and the part of the incident light transferred to the mode propagation. These properties show a good optical quality of material and are of interest for waveguiding applications in integrated optics. Starting



Fig. 4. Attenuation constant vs. thickness. Insert: attenuation constant vs. $(n_{\rm s} - n_{\rm g})$. $K_{\rm m}$ vanishes as the thickness or $(n_{\rm s} - n_{\rm g})$ increases

from the mode spectra we computed effective refractive indices N_0 and N_1 for both TE and TM polarized light. Note that TM modes are more confined than TE ones. This could be due to the scattering of light at the base of the prism.

We found for such sample $N_0 = 1.4880 \pm 0.0004$ and $N_1 = 1.4320 \pm 0.0004$ for both TE and TM modes. Using these data the refractive index and the thickness of our thin deposited film can be easily determined from formulae (13) and (14) of Section 2. We found for such material $n_{\rm g} = 1.5010 \pm 0.0004$ for a thickness $d = (1.29 \pm 0.02)$ µm. Using equations (8) and (10) given in [4] we found $n_{\rm g} = 1.5010$ for a thickness of $d = 1.27 \ \mu m$. We can note that our approach leads to the same results as those obtained using other methods of calculation [4 to 10]. Furthermore, the attenuation constant is the main parameter which governs the existence of leaky modes. Note that K_{ni} vanishes with increasing film thickness as we can see in Fig. 4. Also, the attenuation constant $K_{\rm m}$ becomes negligible when $(n_{\rm s}-n_{\rm g})$ begins increasing from an asymptotic value (see Fig. 4, insert). The asymmetry is $(n_s - n_g) = 0.009$ for our waveguide and corresponds to a value of K_0 which can be estimated reasonably to 0.01. A larger difference gives a higher reflectivity and therefore lower attenuation [2]. This fact is very important if one would like to observe experimentally these kinds of waves. We can note that the losses at the guide/substrate interface in accordance with the sharpness of the dips as already stated are very weak resulting from a negligible attenuation constant K in our case. Ulrich and Prettl [2] have derived the attenuation constant in practical units: $\alpha = 86.25 \times 10^4 K_{\rm m} \, {\rm dB} \, {\rm cm}^{-1}$ at $\lambda = 0.6328 \, \mu{\rm m}$. For example, a value of $K_0 = 0.01$ for a thickness of $d = 1.29 \ \mu m$ corresponds to an attenuation of $\alpha \approx 86.25 \times 10^2 \ dB \ cm^{-1}$. Our sample is a typical example of a case where the attenuation constant was very small leading to leaky modes to be observed in the substrate. Because of their high sensitivity, leaky modes can be used as a tool of investigation of thin film parameters.

5. Conclusion

We derived the properties of TE modes propagating in thin dielectric leaky waveguides. Silicon oxynitride with hydrogen bonds prepared by a PECVD process was used as test sample. By exciting leaky waves through the substrate, linear optical thin film paramJ. BOUDIOMBO et al.: Investigation of Thin Film Waveguides Using Leaky Modes

eters are probed. We computed the refractive index and the thickness of our material using a simple method. It is found that our technique is as useful as those reported for confined modes. Thin guiding layers used for our analysis have weak attenuation. This kind of thin leaky waveguides may be suitable for laser applications in IOS technology. At last we suggest that - as well as real waveguides with confined modes - leaky waveguides can be profitably used to compute thin film parameters for laser applications.

References

- ×[1] K. OGUSU, M. MIYAGI, and S. NISHIDA, J. Opt. Soc. Am. 70, 49 (1980).
- ×[2] R. ULRICH and W. PRETTL, Appl. Phys. 1, 55 (1973).
- ×[3] R. TH. KERSTEN, Opt. Acta 22, 503 (1975).
- × [4] T.-N. DING and E. GARMINE, Appl.Optics 22, 3177 (1983).
- [5] H. NISHIHARA, M. HARUNA, and T. SUHARA, Optical Integrated Circuits, McGraw-Hill/ R. E. Fischer & W. J. Smith, 1985 (pp. 138 to 169).
 - [6] S. V. NGUYEN, J. Vac. Sci. Technol. B 4, 1159 (1986).
- [7] J. A. DINIZ, P. J. TATSCH, and M. A. A. PUDENZI, Appl. Phys. Lett. 69, 2214 (1996). [8] A. YARIV and P. YEH, Optical Waves in Crystals, Wiley Series in Pure and Applied Optics, 1984 (pp. 482 to 489).
- [9] D. MARCUSE, IEEE J. Quantum Electronics 8, 661 (1972).
- ↓ [10] S. T. KIRSCH, Appl. Optics 20, 2085 (1981).
- [11] J. BOUDIOMBO, O. BAEHR, A. BOUDRIOUA, P. THEVENIN, J. C. LOULERGUE, and A. BATH, Mater. Sci. Engng. B46, 96 (1997).

738

: