



## 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](mailto: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

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

**Ecole doctorale EMMA**

**THESE**

Pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE METZ**

**Discipline : Physique (Option Optoélectronique)**

Présentée par :

**ABDERRAZZAK EL-YADOUNI**

**Etude par optique guidée des propriétés  
optiques linéaires et non linéaires de couches  
minces de semi-conducteurs à grand gap**

Soutenue le 20 juin 2002 devant la commission d'examen:

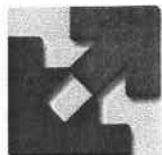
<b>P. JOUBERT</b>	Professeur à l'IUT de Lannion (Président)
<b>J. L. COUTAZ</b>	Professeur à l'Université de Savoie (rapporteur)
<b>J. MUGNIER</b>	Professeur à l'Université Claude Bernard-Lyon I (rapporteur)
<b>A. MALKI</b>	Maître de conférence à l'Université de Rouen (examineur)
<b>V. SALLET</b>	Chercheur CR1 au CNRS de Meudon (Examineur)
<b>A. BOUDRIOUA</b>	Maître de Conférences à l'Université de Metz –HDR- (co-directeur)
<b>J.C. LOULERGUE</b>	Professeur à l'Université de Metz (directeur de thèse)

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	20020905
Cote	S/M2 02/28
Loc	

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



022 486033 4



UNIVERSITE DE  
METZ



Supélec

Laboratoire  
**Matériaux Optiques Photonique et Systèmes**  
Unité de recherche commune à l'Université de Metz et Supélec  
CNRS FRE 2304

## THESE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE METZ  
UNITE DE FORMATION ET DE RECHERCHE  
SCIENCES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE METZ**  
en Physique  
Option :optoélectronique  
par

**Abderrazzak EL-YADOUNI**

# Etude par optique guidée des propriétés optiques linéaires et non linéaires de couches minces de semi-conducteurs à grand gap

*Soutenue le 20 juin 2002 à l'Amphithéâtre de Supélec, devant le jury*

- J. L. COUTAZ.....Professeur à l'Université de Savoie (rapporteur)  
J. MUGNIER.....Professeur à l'Université Claude Bernard-Lyon I (rapporteur)
- P. JOUBERT.....Professeur à l'IUT de Lannion (examinateur)  
A. MALKI.....Maître de conférence à l'Université de Rouen (examinateur)  
V. SALLET.....CR1 au CNRS de Meudon (examinateur)
- A. BOUDRIOUA.....Maître de Conférences à l'Université de Metz –HDR- (co-directeur)  
J.C. LOULERGUE.....Professeur à l'Université de Metz (directeur de thèse)

## **Remerciements**

*Le travail développé dans ce mémoire a été réalisé au sein du laboratoire Matériaux Optiques à Propriétés Spécifiques (MOPS)(CNRS, FRE-2304) de l'Institut de recherche Centre Lorrain d'Optique et d'Electronique des Solides (CLOES) de l'Université de Metz et Supélec.*

*Je tiens à remercier Monsieur Marc Fontana, directeur du laboratoire, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire.*

*J'exprime également toute ma reconnaissance à Monsieur le professeur J. C. Loulergue, directeur de thèse, d'avoir eu la patience de suivre ce travail jusqu'à son aboutissement, ainsi qu'à Monsieur Azzedine Boudrioua, Maître de conférence –HDR- co-directeur de ma thèse, pour son immense contribution à ce travail en particulier pour ces nombreuses explications scientifiques.*

*Je suis très sensible à l'honneur que me font Messieurs les membres du jury en acceptant de lire et de juger ce travail: Monsieur Jean-Louis Coutaz, Professeur à l'Université de Savoie (rapporteur), Monsieur Jacques Mugnier, Professeur à l'Université Claude Bernard-Lyon I (rapporteur), Monsieur Pierre Joubert, Professeur à l' I.U.T de Lannion (examineur), Monsieur A. Malki, Maître de Conférence à l'Université de Rouen (examineur) et Monsieur Vincent Sallet, CRI au CNRS de Meudon (examineur).*

*J'adresse mes remerciements à Messieurs, A. Bath, P. Thevenin et A. Soltani qui ont contribué à l'élaboration de couches minces du nitrure de bore.*

*Je suis profondément touché par la gentillesse de Monsieur Vincent SALLET et je tiens à lui faire part de ma reconnaissance pour sa collaboration, en particulier pour la réalisation des couches minces d'oxyde de zinc.*

*Je ne saurais terminer sans remercier Regis Kremer, Chakir Bakhouya, Abdelwahed Essahlaoui et Brice Vincent pour leur sympathie et l'ambiance amicale qu'ils ont apportées au sein de notre groupe.*

*Mes remerciements vont à tous mes collègues et amis avec qui j'ai plaisir à être et à travailler.*

# SOMMAIRE

## CHAPITRE I : PROPAGATION D'ONDES ELECTROMAGNETIQUES DANS LES GUIDES PLANS

<b>I.1 Généralités</b> .....	2
I.1.1 Guides d'ondes Plans à saut et à gradient d'indice.....	3
I.1.a Modes d'air.....	4
I.1.b Modes du substrat.....	4
I.1.c Modes guidés.....	4
<b>I.2 Equation de dispersion des modes guidés à saut d'indice</b> .....	5
Les équations de Maxwell.....	6
<b>I.3 Fabrication des guides d'ondes plans</b> .....	9
I.3.1 Technique de modification de l'indice de réfraction d'un monocristal.....	10
I.3.2 Technique de dépôt de couche mince d'indice élevé sur un substrat à faible indice...10	
<b>I.4 Caractérisation optique de guides d'onde plan</b> .....	12
I.4.1 Rappels des techniques de couplage en optique guidée.....	12
I.4.1.1 Méthode de couplage transversal.....	12
I.4.1.2 Méthode de couplage longitudinal.....	12
I.4.2 La spectroscopie des lignes noires «m-lines».....	14
I.4.2.1 Paramètres à mesurer.....	15
I.4.2.2 Extraction de(n,e) par l'utilisation de l'équation de dispersion.....	16
I.4.2.3 Méthode des moindres carrées de Kersten.....	17
I.4.2.4 Méthode théorique de la Réflectivité.....	17
I.4.2.5 Précision de mesure.....	17
I.4.2.6 Etude de l'homogénéité optiques des couches minces.....	19
I.4.2.7 Etude de l'anisotropie optique.....	20
Cas d'une structure simple.....	20
Cas d'une structure inclinée.....	20
<b>I.5 Mesure des pertes dans les guides plans</b> .....	24
1.5.1 Mesure des pertes par couplage au bout.....	24
1.5.2 Mesure des pertes par couplage par prisme.....	24
1.5.3 Mesure des pertes par analyse de la surface.....	24
I.6 Conclusion.....	26
<b>Références</b> .....	27

# CHAPITRE II : CARACTERISATION OPTIQUE DE COUCHES MINCES DU NITRURE DE BORE DEPOSEES PAR PECVD

<b>II.1 Généralités sur le BN</b> .....	31
II.1.1 Introduction.....	31
II.1.2 Structure et variétés allotropiques du nitrure de bore.....	32
II.1.2.1 Structure.....	32
II.1.2.2 Les différentes phases cristallines de BN.....	32
II.1.2.2.a Nitrure de Bore hexagonal h-BN.....	32
II.1.2.2.b Nitrure de Bore Rhomboédrique r-BN.....	33
II.1.2.2.c Nitrure de Bore Cubique c-BN.....	34
II.1.2.2.d Nitrure de Bore Wurtzite w-BN.....	35
II.1.3 Principales propriétés et applications du nitrure de Bore.....	35
II.1.3.1 Propriétés du nitrure de bore.....	35
II.1.3.2 Applications du nitrure de bore.....	36
<b>II.2 Elaboration du h-BN par la technique PECVD</b> .....	37
<b>II.3 Etude de couches minces de BN pour l'optique intégrée</b> .....	40
II.3.1 Etude en fonction de la durée de dépôt.....	40
II.3.1.1 Caractérisation optique.....	41
II.3.1.1.1 Etude de l'échantillon S1.....	41
II.3.1.1.2 Etude de l'échantillon S4.....	44
II.3.2 Etude en fonction de la puissance de plasma.....	48
II.3.2.1 Condition de dépôt.....	48
II.3.2.2 Caractérisation optique.....	49
Etude de l'échantillon BN342.....	49
Etude de l'échantillon BN343.....	51
Etude de l'échantillon BN345.....	52
II.3.2.3 Caractérisation structurale et morphologique.....	54
II.3.2.3.1.Détermination de l'orientation de l'axe optique par spectroscopie infrarouge....	54
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN342.....	56
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN343.....	57
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN345.....	58
Modèle de Schubert.....	59

II.3.2.3.2 Analyse AFM de la surface de h-BN.....	62
II.3.3 Mesure des pertes optiques.....	63
<b>II.4 Conclusion.....</b>	<b>64</b>
<b>Références.....</b>	<b>65</b>

## **CHAPITRE III : CARACTERISATION OPTIQUE DE COUCHES MINCES D'OXYDE DE ZINC DEPOSEES PAR MOCVD**

<b>III.1 Généralités sur le ZnO.....</b>	<b>69</b>
III.1.1 Introduction.....	69
III.1.2 Domaine d'utilisation.....	70
<b>III.2 Elaboration des couches minces du ZnO par la technique MOCVD.....</b>	<b>71</b>
<b>III.3 Etude de couches minces de ZnO pour l'optique intégrée.....</b>	<b>75</b>
III.3.1 Préparations des échantillons.....	75
III.3.2 Etude structurale et morphologique.....	76
Spectre de Rayon-x.....	76
Spectroscopie Raman.....	77
Spectroscopie Micro-Raman.....	78
Analyse de la surface du film de ZnO par AFM.....	79
III.3.3 Caractérisation optique.....	80
a- Spectre de Transmission.....	80
b- Caractérisation optique guidée.....	83
c- Profils d'indice.....	88
d- Etude de l'anisotropie.....	91
III.3.4 Mesure des pertes optiques par diffusion.....	93
III.3.4.1 Les pertes à 632.8 nm.....	93
III.3.4.2 Les pertes à 1550 nm.....	94
<b>III.4 Conclusion.....</b>	<b>96</b>
<b>Références.....</b>	<b>97</b>

## **CHAPITRE IV : CARACTERISATION OPTIQUE D'UNE COUCHE MINCE DE NITRURE DE GALLIUM (GaN) DEPOSEE PAR MOCVD**

<b>IV.1 Généralités sur le GaN.....</b>	<b>101</b>
IV.1.1 Introduction.....	101

IV.1.2 Structure Cristalline.....	102
IV.1.3 Croissance de GaN.....	104
<b>IV.2 Etude de couches de GaN pour l'optique intégrée.....</b>	<b>104</b>
IV.2.1 Etude structurale du GaN.....	104
Spectre de transmission.....	105
IV.2.2 Etude optique du GaN.....	106
a-Spectres des modes guidés.....	106
b- Profil d'indice.....	109
c- Etude de l'anisotropie.....	110
Mesure des pertes optiques.....	115
Les pertes à 632 nm.....	111
Les pertes à 1550 nm.....	112
Les pertes à 1330 nm.....	113
<b>IV.3 Conclusion.....</b>	<b>114</b>
<b>Références.....</b>	<b>115</b>

## **CHAPITRE V : MESURE DES COEFFICIENTS ELECTROOPTIQUES DE COUCHES MINCES**

<b>V.1 Introduction.....</b>	<b>119</b>
<b>V-2 L'effet électrooptique.....</b>	<b>119</b>
V-2-1 Rappel.....	119
V-2-2 Technique de mesures.....	120
<b>V-3 La technique du déplacement angulaire de modes guidés.....</b>	<b>120</b>
V-3-1 Principe.....	120
V.3.2 Caractérisation EO de guides de LiNbO <sub>3</sub> implantés He <sup>+</sup> .....	126
V.3.3 Application aux couches minces.....	131
<b>V.4 Conclusion.....</b>	<b>132</b>
<b>Références.....</b>	<b>133</b>



# INTRODUCTION GENERALE

Les recherches menées depuis plusieurs années dans le domaine des Sciences et Techniques de l'Information et de la Communication se sont traduites par l'implémentation de la fonction optique dans de nombreux secteurs de l'activité humaine. Par exemple, dans le domaine des télécommunications l'utilisation de l'optique connaît un essor considérable, avec notamment l'explosion d'Internet et de la téléphonie mobile. Dans ce contexte, le rôle de l'optique intégrée et d'une manière générale de l'optoélectronique intégrée est prépondérant dans la conception de composants capables à la fois de générer et de moduler la lumière à des longueurs d'ondes définies par l'application visée. Par ailleurs, la course vers l'utilisation des courtes longueurs d'ondes afin, entre autre, d'augmenter la capacité de stockage de données a conduit ces dernières années à de nombreux travaux pour la mise au point de sources lasers solides et compactes émettant à des longueurs d'ondes couvrant le bleu jusqu'à l'UV, en utilisant différents procédés. On note, par exemple l'utilisation de la conversion de fréquence de diode laser dans des cristaux optiques non linéaires en guides d'ondes. Cependant, le développement de diode lasers à base de semi-conducteur à grand gap semble être à l'heure actuelle, la voie la plus prometteuse en terme d'efficacité. C'est la raison pour laquelle, de nombreux travaux ont été consacrés à la fabrication de ces matériaux semi-conducteurs sous forme de couches minces en utilisant différentes techniques de dépôt.

L'avantage de ces couches, est qu'elles peuvent être utilisées comme structures guidantes si elles sont déposées sur le substrat adéquat qui permet d'obtenir une meilleure épitaxie, une bonne orientation et homogénéité optique de la couche. Dans ces conditions les propriétés intrinsèques de ces matériaux semi-conducteurs peuvent être combinées à celles des guides d'onde afin d'améliorer les performances des composantes optoélectroniques produites. Il est également possible d'envisager des fonctions nouvelles qui ne pourrait pas être développées sans utiliser l'optique intégrée.

Parmi les matériaux les plus prometteurs dans ce domaine, on trouve les composés III-V tels que BN (Nitrure de Bore) et GaN (Nitrure de Gallium), et les composés II-VI comme ZnO (Oxyde de Zinc). Nous nous sommes intéressés dans le cadre de ce travail de thèse à ces deux types de matériaux. Ils ont en commun la propriété de posséder une large bande interdite (typiquement de l'ordre de 3.4 eV), d'être dure et stable physiquement et de pouvoir opérer à des températures élevées.

Par ailleurs, le Nitrure de bore (BN), a des propriétés semblables à celles du diamant. Il peut ainsi le remplacer pour des applications de filtrage HF pour la téléphonie mobile dans des dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) car la vitesse des ondes acoustiques est très élevée : elle est de l'ordre de 7Km/s.

L'oxyde de zinc est aussi un semi-conducteur à grand gap (3,3eV). Il est utilisé comme transducteur, par exemple dans les modulateurs EO (Electro-optique) car il a de grands coefficients piézoélectriques ( $e_{33}=1,2 \text{ C/m}^2$ ).

Le Nitrure de Gallium, (3,45eV), est un matériau idéal pour la fabrication de diodes électroluminescentes et de diodes lasers. La première DEL bleue à base de GaN a été élaborée en 1971, par Pankove. Les premières DEL de forte luminosité ont été réalisées en 1994 par Nakamura du groupe NICHIA au Japon. Par ailleurs les premières études qui ont été menées sur la réalisation de Nitrure de Bore pour l'optique guidée ont été faites au laboratoire MOPS (Matériaux Optiques Photonique et Systèmes) par Jean Boudiombo.

A l'heure actuelle, de nombreux travaux ont mis en évidence l'émission par photoluminescence dans l'UV de films de GaN et de ZnO, lorsqu'ils sont pompés par un laser en dessous du gap (à 355 nm). Cependant, aucune expérience par pompage en optique guidée n'a été faite à ce jour, pour obtenir la même émission à température ambiante, avec un seuil de pompe plus faible.

D'autre part, on note également qu'il existe peu de travaux qui portent sur l'étude des propriétés électrooptique et piézoélectrique de films minces dans ces semi-conducteurs, bien que potentiellement ils soient très intéressants à utiliser dans la fabrication de MEMS ou MOEMS. Ces réflexions nous ont donc amené à nous intéresser à ces matériaux pour l'optique intégrée.

C'est dans ce contexte que nous avons effectué un travail d'étude des propriétés optiques guidantes de couches minces de h-BN (Nitrure de bore hexagonal), ZnO et de GaN, en fonction des conditions de fabrication, afin de déterminer les conditions optimales pour obtenir des structures guidantes efficaces à faibles pertes optiques. Nous avons également tenté de procéder à des corrélations entre les propriétés optiques et les caractéristiques structurales et morphologiques des couches afin d'obtenir une meilleure compréhension du processus de fabrication. Ce travail constitue la première étape pour une utilisation pratique de ces matériaux sous forme de couches minces dans le domaine de l'optoélectronique intégrée.

Ce mémoire comprendra cinq parties :

Le premier chapitre sera consacré aux rappels théoriques de base pour comprendre et étudier les guides d'ondes optiques. Nous présenterons, également, les outils expérimentaux pour déterminer les propriétés optogéométriques, l'anisotropie et l'homogénéité des guides d'ondes. Nous rappellerons la technique de mesure des pertes optiques en utilisant la spectroscopie des lignes noires associée à une caméra CCD.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons l'étude de couches minces de h-BN déposées par la technique PECVD sur des substrats de verre. Deux études seront menées, l'une en fonction de la durée de dépôt et la seconde en fonction de la puissance du plasma. Suite aux résultats de ces expériences nous nous intéresserons à l'étude et à la corrélation entre les propriétés optiques des couches de BN à leurs propriétés structurales et morphologiques.

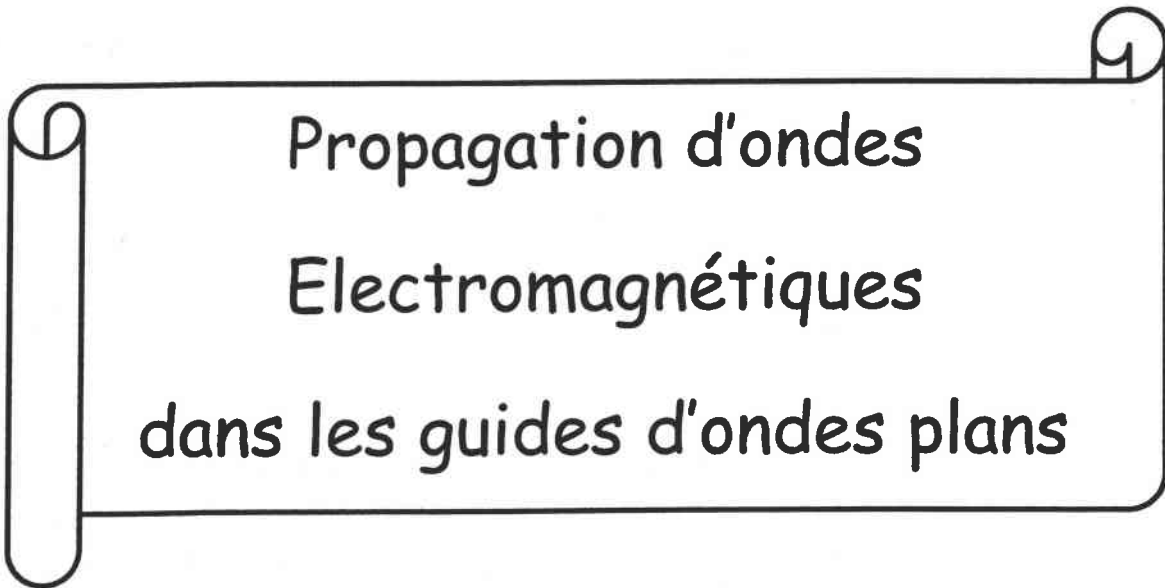
Le troisième chapitre sera consacré à l'étude de couches minces de ZnO déposées par la technique MOCVD sur des substrats de saphir qui possèdent le meilleur accord de maille possible avec ZnO. Nous avons étudié, en particulier, l'influence de l'orientation du substrat sur l'orientation et les propriétés optiques guidantes de la couche de ZnO obtenue.

Le chapitre quatre sera dédié à l'étude des propriétés structurales et optiques guidantes d'une couche mince de GaN déposée par EPVOM. Nous avons mesuré les pertes en onde guidée dans cette couche, à différentes longueurs d'ondes.

Dans le dernier chapitre, nous présenterons la technique du déplacement angulaire de modes guidés pour mesurer les coefficients électrooptiques (EO) de guides d'ondes. Nous développerons les modifications que nous avons apportées à cette technique afin d'améliorer sa sensibilité.

Enfin nous terminerons ce manuscrit par une conclusion générale et les perspectives ouvertes par ce travail pour une utilisation pratique de couches minces semi-conducteurs à grand gap pour l'optique intégrée active.

# Chapitre I



Propagation d'ondes  
Electromagnétiques  
dans les guides d'ondes plans

# Propagation d'ondes Electromagnétiques dans les guides d'ondes plans

## I.1 Généralités

Les guides d'ondes optiques sont des structures permettant de confiner une onde électromagnétique (onde lumineuse) et de la faire propager suivant une direction donnée.

Dans ce travail, on s'intéresse au cas d'une structure simple de guide d'onde asymétrique (figure I.1). Elle est constituée d'une couche diélectrique homogène et transparente d'indice de réfraction  $n_g$  (élevé), prise en sandwich entre deux milieux diélectriques présentant deux des faces semi-infinies et parallèles. Le milieu sur lequel repose la couche guidante est appelé substrat, et son indice sera noté  $n_s$ , l'autre milieu recouvrant la couche est appelé superstrat (en général l'air) et son indice sera noté  $n_a$ .

La propagation de l'onde lumineuse dans une telle structure se fait par des réflexions totales sur les deux interfaces guide-substrat et guide-superstrat. Pour que cette onde reste piégée dans la couche guidante, il faut que son indice de réfraction ( $n_g$ ) soit plus grand que les indices de substrat ( $n_s$ ) et de superstrat ( $n_c$ ):  $n_g > n_s > n_a$ .

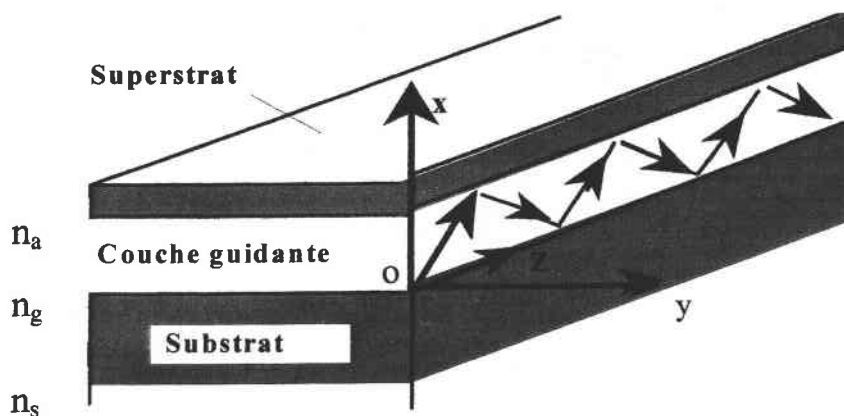


Figure (I.1): Guide d'onde plan asymétrique

### Guides d'ondes plans à saut et gradient d'indice

On peut distinguer deux types de guides d'ondes plans [1,2]: les guides à saut d'indice et les guides à gradient d'indice.

✧ Les guides d'onde à saut d'indice:

Ils sont des structures guidantes dont la valeur de l'indice de réfraction  $n$  le long de la profondeur  $x$  reste constante (Fig.(I.2.a)). On peut écrire:

$$n = \text{cte}$$

Dans ce cas, le problème du confinement de la lumière est facile à traiter et admet une solution exacte [3].

✧ Les guides d'ondes à gradient d'indice

Dans ce cas l'indice de réfraction varie en fonction de la profondeur  $x$  (voir (fig.I.2.b)). On peut écrire:

$$n = n(x)$$

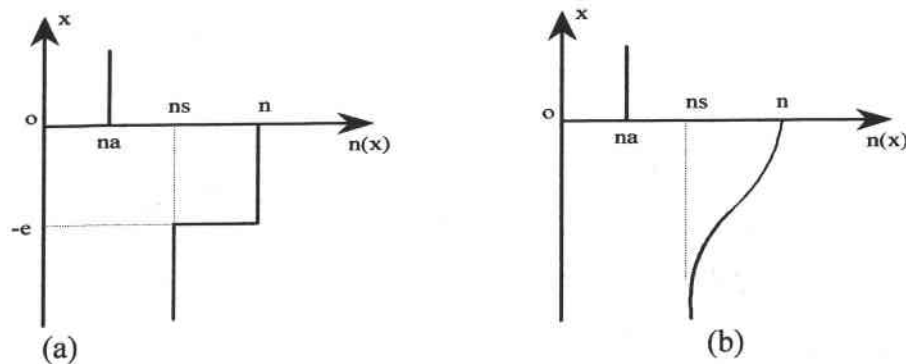


Figure (I.2): (a) Guide d'onde à saut d'indice

(b) Guide d'onde à gradient d'indice

A partir du phénomène de la réflexion totale (R.T) sur les deux interfaces  $(n_g, n_s)$  et  $(n_g, n_a)$ , on peut noter l'existence de deux angles critiques  $\theta_{ca}$  et  $\theta_{cs}$  tels que:

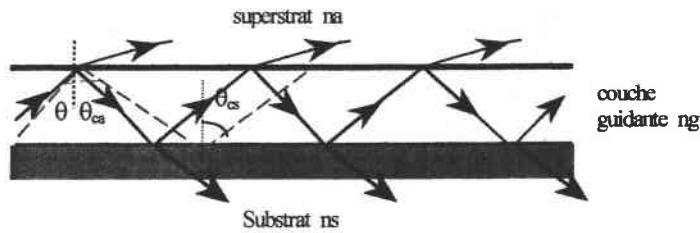
$$\sin \theta_{ca} = \frac{n_a}{n_g} \quad \text{à l'interface guide-superstrat} \quad (I.1)$$

$$\sin \theta_{cs} = \frac{n_s}{n_g} \quad \text{à l'interface guide-substrat} \quad (I.2)$$

Dans le cas où le superstrat est l'air, on peut distinguer trois cas:

**I.1.a) Modes d'air  $\theta < \theta_{ca}$  (si  $n_a=1$ )**

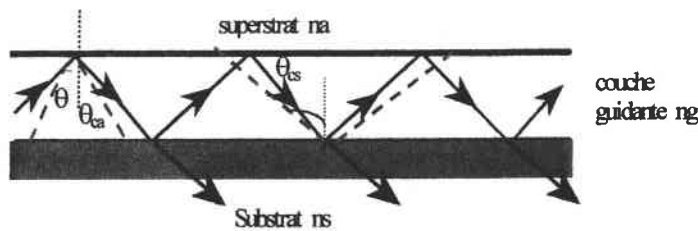
Les modes radiés sont obtenus lorsque  $\theta < \theta_{ca} = \arcsin(n_a/n_g)$ . Dans ce cas, les conditions de réflexion totale sur les deux interfaces ne sont pas satisfaites et il n'y a pas de confinement de la lumière dans aucun milieu particulier (fig.(I.3.a)).



**Figure (I.3.a): Modes d'air (radiés)**

**I.1.b) Modes du substrat  $\theta_{ca} < \theta < \theta_{cs}$**

Ils sont obtenus lorsque  $\theta_{ca} < \theta < \theta_{cs} = \arcsin(n_s/n_g)$ . La réflexion totale de la lumière se réalise uniquement sur l'interface couche guidante-superstrat (air). Une partie de la lumière est diffusée à travers l'interface couche guidante-substrat (fig.(I.3.b)).



**Figure (I.3.b): Modes de substrat**

**I.1.c) Modes guidés  $\theta > \theta_{cs}$ :**

Les modes guidés sont obtenus lorsque  $\theta > \theta_{cs} = \arcsin(n_s/n_g)$ , et dans ce cas la lumière est en réflexion totale sur les deux interfaces, couche guidante-superstrat et couche guidante-substrat.

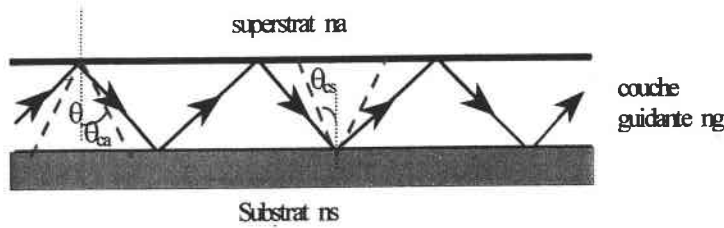


Figure (I.3.c): Modes guidés

L'onde électromagnétique reste bien confinée entre le substrat et le superstrat, et le champ  $\vec{E}$  produit des ondes évanescentes dans le substrat et le superstrat. On parle de modes guidés bien confinés.

A noter que les modes d'air et de substrat sont appelés les modes fuyants et ont été traités par Marcuse [4]. Ils peuvent être utilisés pour caractériser les propriétés optiques des guides d'ondes plans, comme l'ont montré T. N. Ding et al. [5]. Nous ne nous intéressons, dans ce qui suit, qu'aux modes guidés qui permettent, théoriquement, une propagation sans perte de la lumière dans la couche guidante  $n_g$ , et jouent un rôle très important en optique intégrée.

## I.2 Equation de dispersion des modes guidés à saut d'indice

L'obtention de l'équation de dispersion des modes guidés a fait l'objet de plusieurs travaux de thèses et de publications [6,7,8]. Elle est donnée par la relation suivante:

$$\frac{2\pi}{\lambda} h_g \sqrt{(n_g^2 - N_m^2)} = \Phi_{gs} + \Phi_{ga} + m\pi \quad (I.3)$$

avec:

$$\Phi_{gs} = \text{arctg} \left[ \left( \frac{n_g}{n_j} \right)^{2\rho} \left( \frac{(N_m^2 - n_j^2)}{(n_g^2 - N_m^2)} \right)^{1/2} \right]$$

$j = a, s$

$$\rho = \begin{cases} 0 & \text{en polarisation TE} \\ 1 & \text{en polarisation TM} \end{cases}$$



$N_m$  est l'indice effectif. Il est déterminé à partir des angles synchrones  $\theta_m$  qui correspondent aux positions angulaires des modes guidés. Ces deux paramètres sont donnés par la relation suivante :  $N_m = n_g \sin\theta_m$  ( $n_g$  : indice du guide).

$m$  est l'ordre du mode,  $h_g$  est l'épaisseur de la couche guidante,  $\lambda$  est la longueur d'onde dans l'air, et  $n_a$  et  $n_s$  sont respectivement les indices de réfraction du superstrat et du substrat.

L'équation de dispersion (I.3) représente la condition à satisfaire pour qu'il y ait propagation dans la couche guidante. Elle comprend trois termes:

- ✧ Deux termes  $\Phi_{g_s}$  et  $\Phi_{g_a}$  qui sont les déphasages de l'onde guidée dûs à la réflexion totale aux interfaces guide-substrat et guide-superstrat, et dépendent de l'angle d'incidence  $\theta$  et du type de polarisation de la lumière.
- ✧ Le troisième terme est le déphasage dû à la différence de chemin optique (propagation de la lumière).

Pour qu'il y ait interférences constructives, il faut que le déphasage total soit un multiple de  $2\pi$ ; c'est la condition de résonance.

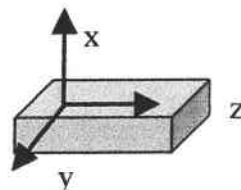
Cette équation de dispersion nous permet de remonter aux paramètres optogéométriques de la couche guidante (indices et épaisseur). Cependant, elle ne permet pas de déterminer la distribution du champ électromagnétique  $(\vec{E}, \vec{H})$ , qui ne peut être obtenue que par la résolution des équations de Maxwell.

### Les Equations de Maxwell

On considère une structure guidante diélectrique, homogène, isotrope ( $\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0 = \epsilon_0 n^2$ ) et sans perte entourée de deux milieux diélectriques avec  $\mu = \mu_0$ .

Dans ces conditions les équations de Maxwell s'écrivent sous la forme suivante [9]:

$$\left\{ \begin{array}{l} \nabla \times \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \\ \nabla \times \vec{H} = \epsilon_0 \times n^2 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \\ \text{div}(\vec{E}) = 0 \\ \text{div}(\vec{H}) = 0 \end{array} \right. \quad (\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r = \epsilon_0 n^2) \quad (I.4)$$



Pour simplifier le problème on suppose que la structure est infinie dans la direction OY (les propriétés sont donc invariantes dans la direction OY). On considère que la propagation de

l'onde est suivant OZ. La distribution du champ électromagnétique régnant dans le guide peut alors s'écrire sous la forme suivante:

$$\begin{pmatrix} E_p(x,z,t) \\ H_p(x,z,t) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e_p(x,z,t) \\ h(x,z,t) \end{pmatrix} * \exp(-j\omega t) * \exp(j\beta z) \quad (1.5)$$

Comme la direction OY est infinie, le problème ne dépend pas de y et on a  $\partial/\partial y = 0$ . Alors, les équations de Maxwell (I.4) dans le repère (OXYZ) donnent deux systèmes d'équations correspondant à la propagation d'une onde TE (transverse électrique) dont le champ  $\vec{E}$  est parallèle à OY et une onde TM (transverse magnétique) dont le champ  $\vec{E}$  est perpendiculaire à OY:

$$\text{Système 1} \begin{cases} \frac{\partial^2 e_y}{\partial x^2} + (k^2 \cdot n^2 - \beta^2) e_y = 0 \\ h_y = -\frac{\beta}{\omega \cdot \mu_0} e_y \\ h_z = -\frac{1}{j \cdot \omega \cdot \mu_0} \frac{\partial e_y}{\partial x} \end{cases} \quad \text{TE} \quad (1.6)$$

$$\text{Système 2} \begin{cases} \frac{\partial^2 h_y}{\partial x^2} + (k^2 \cdot n^2 - \beta^2) h_y = 0 \\ e_x = -\frac{\beta}{\omega \cdot \epsilon_0 \cdot n^2} \\ e_z = -\frac{1}{j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot n^2} \frac{\partial h_y}{\partial x} \end{cases} \quad \text{TM} \quad (1.7)$$

Il faut noter que la séparation précédente en polarisation TE et TM ne peut être effectuée que dans le cas d'un guide plan qui possède un profil d'indice  $n(x)$  ne dépendant que d'une seule coordonnée transverse.

D'une manière générale, l'équation à résoudre est celle de Helmholtz donnée par:

$$\frac{d^2 \Psi}{dx^2} + (k^2 n_i^2 - \beta^2) \Psi = 0 \quad (1.8)$$

où  $\Psi = \begin{cases} e_y & \text{en polarisation TE} \\ h_y & \text{en polarisation TM} \end{cases}$

On cherche les solutions de l'équation (I.8) pour chacune des trois régions (superstrat, guide et substrat).

On définit pour chaque milieu les constantes  $\gamma_i$ , suivantes :

$$\begin{aligned} \gamma_g^2 &= k^2 (n_g^2 - N_m^2) \text{ dans le guide} \\ \gamma_i^2 &= -k^2 (n_i^2 - N_m^2) \text{ dans le superstrat et le substrat, avec: } i=a, s \end{aligned} \quad (\text{I.9})$$

Les conditions de guidage dans le milieu d'indice  $n_g$  impose l'existence d'une solution sinusoïdale dans ce dernier avec évanescence du champ dans  $n_a$  et  $n_s$ . Donc, on peut écrire :

**En polarisation TE**

$$e_y(x) = \begin{cases} A \exp(-\gamma_a x) & \Rightarrow x \geq 0 \\ A \cos(\gamma_g x) + B \sin(\gamma_g x) & \Rightarrow -h_g \leq x \leq 0 \\ [A \cos(\gamma_g h_g) - B \sin(\gamma_g h_g)] \exp(\gamma_s(x+h_g)) & \Rightarrow x \leq -h_g \end{cases} \quad (\text{I.10})$$

**En polarisation TM**

$$h_y(x) = \begin{cases} C \exp(-\gamma_a x) & \Rightarrow x \geq 0 \\ C \cos(\gamma_g x) + D \sin(\gamma_g x) & \Rightarrow -h_g \leq x \leq 0 \\ [C \cos(\gamma_g h_g) - D \sin(\gamma_g h_g)] \exp(\gamma_s(x+h_g)) & \Rightarrow x \leq -h_g \end{cases} \quad (\text{I.11})$$

A, B, C et D sont des constantes qui peuvent être déterminées en utilisant les conditions de normalisation [10].

En somme, les équations de Maxwell nous permettent de déterminer la distribution du champ électromagnétique dans les trois régions. En plus, en utilisant les conditions aux limites et les conditions de continuité aux deux interfaces, elles nous permettent de remonter à l'équation de dispersion (I.3).

**En polarisation TE**

La continuité de  $de_y/dx$  en  $x=0$  et  $x=-h_g$  conduit aux équations:

$$-\gamma_a A = -\gamma_g B \quad (\text{I.12})$$

$$\gamma_g (A \cos \gamma_g h_g + B \sin \gamma_g h_g) = \gamma_s (A \cos \gamma_g h_g - B \sin \gamma_g h_g) \quad (\text{I.13})$$

En éliminant le rapport A/B du système d'équations (I.12) et (I.13) on obtient l'équation modale caractéristique des modes TE:

$$h_g \gamma_g = \tan^{-1} \left( \frac{\gamma_a}{\gamma_g} \right) + \tan^{-1} \left( \frac{\gamma_s}{\gamma_g} \right) + m\pi \quad (\text{I.14})$$

En remplaçant les équations (I.9) dans (I.14) on obtient une relation identique à (I.3) (en polarisation TE,  $\rho=0$ ). Elle s'écrit sous la forme:

$$Kh_g \sqrt{(n_g^2 - N_m^2)} = \tan^{-1} \left( \frac{\sqrt{(N_m^2 - n_s^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - N_m^2)}} \right) + \tan^{-1} \left( \frac{\sqrt{(N_m^2 - n_s^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - N_m^2)}} \right) + m\pi \quad (\text{I.15})$$

### **En polarisation TM**

La continuité de  $\left(\frac{1}{n}\right)^2 \frac{dh_y}{dx}$  en  $x=0$  et  $x=-h_g$  permet d'obtenir des conditions similaires aux équations (I.12) et (I.13):

$$-\left(\frac{n_g}{n_a}\right)^2 \gamma_a C = -\gamma_g D \quad (\text{I.16})$$

$$\gamma_g (C \cos \gamma_g h_g + D \sin \gamma_g h_g) = \left(\frac{n_g}{n_s}\right)^2 \gamma_s (C \cos \gamma_g h_g - D \sin \gamma_g h_g) \quad (\text{I.17})$$

En éliminant le rapport C/D du système d'équations (I.16) et (I.17) on obtient l'équation modale caractéristique des modes TM:

$$h_g \gamma_g = \tan^{-1} \left( \left(\frac{n_g}{n_a}\right)^2 \frac{\gamma_a}{\gamma_g} \right) + \tan^{-1} \left( \left(\frac{n_g}{n_s}\right)^2 \frac{\gamma_s}{\gamma_g} \right) + m\pi \quad (\text{I.18})$$

En remplaçant les équations (I.9) dans (I.18) on obtient une relation identique à (I.3) (en polarisation TM,  $\rho=1$ ). Elle s'écrit sous la forme:

$$Kh_g \sqrt{(n_g^2 - N_m^2)} = \tan^{-1} \left( \left(\frac{n_g}{n_a}\right)^2 \frac{\sqrt{(N_m^2 - n_s^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - N_m^2)}} \right) + \tan^{-1} \left( \left(\frac{n_g}{n_s}\right)^2 \frac{\sqrt{(N_m^2 - n_s^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - N_m^2)}} \right) + m\pi \quad (\text{I.19})$$

## **I.3 Fabrication des guides d'ondes plans**

Pour obtenir des guides d'ondes performants, il faut réunir deux conditions essentielles:

- ✧ **Un matériau adéquat**, qui présente un bon compromis entre ses coefficients non linéaires (de préférence élevés), son homogénéité optique et structurale et sa transparence.
- ✧ **Une technique de fabrication efficace**, qui réalise des guides d'ondes à faibles pertes permettant une grande interaction entre les champs.

C'est pour ces raisons qu'il est primordial de contrôler et de tester les caractéristiques de la structure guidante en fonction des paramètres de fabrication avant la mise au point définitive du guide.

Le principe de toute technique de fabrication de guide d'onde consiste à produire une couche centrale d'indice de réfraction élevé par rapport à ceux des deux couches adjacentes. On peut distinguer deux familles de techniques:

### **I.3.1 Techniques de modification de l'indice de réfraction d'un monocristal:**

Ce sont des techniques de substitution, basées sur l'introduction d'ions dans un substrat pour faire varier localement les indices de réfraction du milieu. Ces techniques donnent des guides d'onde à gradient d'indice. On trouve par exemple:

- La technique d'implantation ionique, qui est largement utilisée pour la fabrication de guides d'ondes (dans des matériaux cristallins dopés ou non dopés). Elle a été développée pour la première fois par P. D. Townsend et *al* [11]. Ces travaux portaient notamment sur l'implantation d'ions de  $\text{He}^+$  et leurs effets pour fabriquer des guides d'ondes dans  $\text{LiNbO}_3$  [12,13].

- La technique d'échange ionique: c'est l'une des techniques la plus utilisée actuellement. Elle consiste à introduire le substrat dans une solution chimique pour réaliser un échange entre les ions du bain et le cristal.

- La diffusion d'ions: (i) l'exo-diffusion, qui consiste à créer une couche mince d'indice élevé par extraction d'ions à travers la surface du substrat, sous des conditions de température et de pression particulières [14]; (ii) Diffusion dans le substrat, qui consiste à diffuser dans le substrat un ion déposé sur sa surface [15].

### **I.3.2 Techniques de dépôt de couche mince d'indice élevé sur un substrat à faible indice:**

L'avantage des couches minces est qu'il est possible de réaliser une intégration hybride (monolithique) compatible avec la technologie des semi-conducteurs déjà existante. Cependant pour que le film mince soit intéressant, il faudrait qu'il soit compétitif au niveau coût et performance, en comparaison aux matériaux massifs. On peut rappeler les techniques suivantes :

■ Dépôt chimique en phase vapeur (CVD: Chemical Vapor Deposition) assisté par ions et sans bombardement ionique. Cette technique consiste à provoquer des réactions chimiques entre les gaz mis en jeu et à les déposer sur un substrat [16]. Ces réactions chimiques sont produites sous différentes conditions.

On distingue plusieurs variantes dans la technique CVD qui sont: (i) la CVD conventionnelle, (ii) la CVD à basse pression (LPCVD: Low Pressure Chemical Vapor Deposition); (iii) la CVD assistée par plasma (PECVD: Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) que nous avons utilisée pour déposer des films minces de nitrure de bore hexagonal. Elle sera rappelée au chapitre II; (iv) la CVD assisté par laser; (v) la CVD est l'épithaxie par pyrolyse d'organométallique (MOCVD: Metal Organic Chemical Vapor Deposition) utilisée pour déposer des films minces d'Oxyde de Zinc (ZnO) et de Nitrure de Gallium (GaN) [17]. Elle sera rappelée dans le chapitre III.

■ Dépôt physique en phase vapeur (PVD: Physical Vapor Deposition) : ces techniques sont différentes principalement de par les types de ressources des éléments B, N et Zn..., et de par la façon dont ils sont transportés jusqu'au substrat.

On distingue plusieurs méthodes PVD qui sont: (i) la Pulvérisation Cathodique; (ii) le dépôt assisté par faisceau d'ions; (iii) l'Ablation Laser (PLD); (iv) PVD à faisceau d'électrons de type épithaxie par jet moléculaire.

Cependant, nous rappelons un certain nombre de critères de base qui permettent de sélectionner une technique de dépôt plutôt qu'une autre:

- L'épaisseur, et le profil d'indice.
- Les pertes optiques (doivent être faible  $\leq 1$  dB/cm).
- La pureté du matériau et la disposition de ses axes optiques.
- La stabilité et l'adhérence au substrat.
- La rugosité de surface.
- La reproductibilité du processus de fabrication.
- Le coût et l'intérêt du matériau.

Pour résoudre ces problèmes il est nécessaire avant toute utilisation pratique du film de mener des études sur l'optimisation des paramètres de dépôt.

## I.4 Caractérisation optique de guide d'onde plan:

La caractérisation de guides d'ondes plans passe par l'excitation des modes guidés de la structure à étudier. Dans cette partie du chapitre, nous allons rappeler les différentes techniques expérimentales qui permettent d'injecter la lumière dans un guide d'onde.

### I.4.1 Rappels des techniques de couplage en optique guidée

Ces techniques peuvent être réparties en deux familles: le couplage transversal, et le couplage longitudinal [18]. On peut noter que les critères essentiels d'un bon couplage peuvent se résumer dans les trois points suivants : l'efficacité, la sélectivité et la facilité de mise en œuvre.

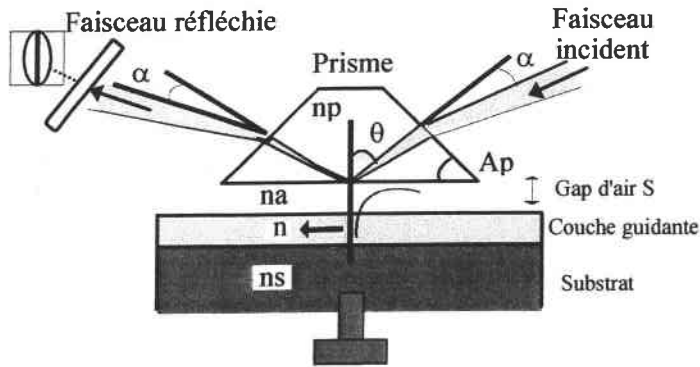
#### I.4.1.1 Méthode de couplage transversal:

- **Couplage par la tranche** [19]: c'est une méthode simple qui consiste à focaliser la lumière sur une section droite d'un guide d'onde. Cependant, elle nécessite un bon polissage des tranches. En plus, elle permet l'excitation de tous les modes guidés à la fois.
- **Couplage découplage par biseau** [20]: cette méthode est basée sur la notion d'épaisseur de coupure d'un guide d'onde asymétrique. Elle consiste à amincir l'extrémité du guide d'onde sur une distance de 10 à 100 fois la longueur d'onde pour former un biseau. Lorsque le mode guidé avance progressivement dans la partie amincie, son indice effectif diminue jusqu'au moment où il atteint une valeur limite  $\beta = k n_g$  qui correspond à l'épaisseur de coupure au delà de laquelle le mode guidé sera rayonné dans le substrat puis dans l'air.

#### I.4.1.2 Méthode de couplage longitudinal:

- **Couplage par réseau** [21]: cette méthode est utilisée pour coupler ou découpler un faisceau laser dans un guide. Son principe est d'utiliser la diffraction du faisceau incident par un réseau gravé ou déposé sur le guide pour exciter un mode propre du guide d'onde. Le couplage a lieu lorsque le faisceau diffracté sera en phase avec le mode guidé. Ce couplage dépend de trois paramètres: (i) l'ordre de diffraction; (ii) le pas du réseau; (iii) l'angle d'incidence.

• **Couplage par Prisme** [22]: c'est la méthode la plus utilisée en optique intégrée. Elle fera l'objet de notre travail. Elle est basée sur la réflexion totale à la base d'un prisme de haut indice: l'onde incidente à la base du prisme crée une onde évanescente qui excite les modes guidés dans la structure guidante. On peut ainsi mesurer les angles synchrones et remonter aux paramètres optogéométriques du guide d'onde.



**Figure (I.4):** Principe du couplage-découplage par prisme.

En outre, le couplage-découplage par prisme (Fig. (I.4)) consiste à réaliser l'accord de phase entre la composante horizontale du vecteur d'onde  $k^x$  de l'onde incidente et du mode guidé à exciter. Le guide est placé à une distance  $S$  parallèlement à la base du prisme. Le faisceau laser est alors totalement réfléchi sur la base du prisme et pour certains angles d'incidence dit angles synchrones, l'énergie est transférée dans le guide par « effet tunnel optique ».

Les paramètres qui peuvent affecter l'efficacité de couplage sont:

- ⇒ L'épaisseur  $S$  du gap d'air.
- ⇒ La qualité optique des faces en regard du gap d'air.
- ⇒ Le profil d'intensité de l'onde incidente.
- ⇒ La section du faisceau à la base du prisme.

Les deux derniers paramètres sont généralement définis par le type de laser et le montage optique utilisés. Par contre les deux premiers paramètres dépendent de la pression exercée et de la qualité optique des composants.



### I.4.2 La spectroscopie des lignes noires «m-lines»

La spectroscopie des lignes noires, est utilisée en optique intégrée pour caractériser les propriétés optiques, électro-optiques et optiques non-linéaires de guides d'ondes plans et de couches minces. Ceci s'effectue en utilisant le couplage par prisme pour exciter, d'une manière sélective les modes guidés de la structure considérée [23,8].

Cette technique est utilisée afin de mesurer les indices de réfraction et l'épaisseur de la couche guidante. La figure (I.5) présente le dispositif expérimental développé au laboratoire MOPS de l'Université de Metz et Supélec. Les composants optiques qui constituent ce dispositif sont détaillés dans la référence [23]. On note essentiellement:

- ❖ Un laser He-Ne émettant à une longueur d'onde de  $0.6328 \mu\text{m}$ .
- ❖ Une lame  $\lambda/2$  permettant de changer la polarisation du faisceau laser entre TE et TM par une rotation de  $45^\circ$ .
- ❖ Une lame séparatrice.
- ❖ Une lentille (L) à faible focale pour focaliser le faisceau sur la face d'entrée du prisme et réduire sa taille pour assurer un meilleur couplage.
- ❖ Une photodiode (PD) qui est reliée à un amplificateur, qui est aussi reliée à un système d'acquisition permettant de transformer un signal lumineux en signal électrique.
- ❖ Un prisme de Rutile ( $\text{TiO}_2$ ,  $n_{p,o} = 2.588$ ,  $n_{p,e} = 2.8652$  et  $A_p(\text{angle du prisme}) = 44.788^\circ$ ).

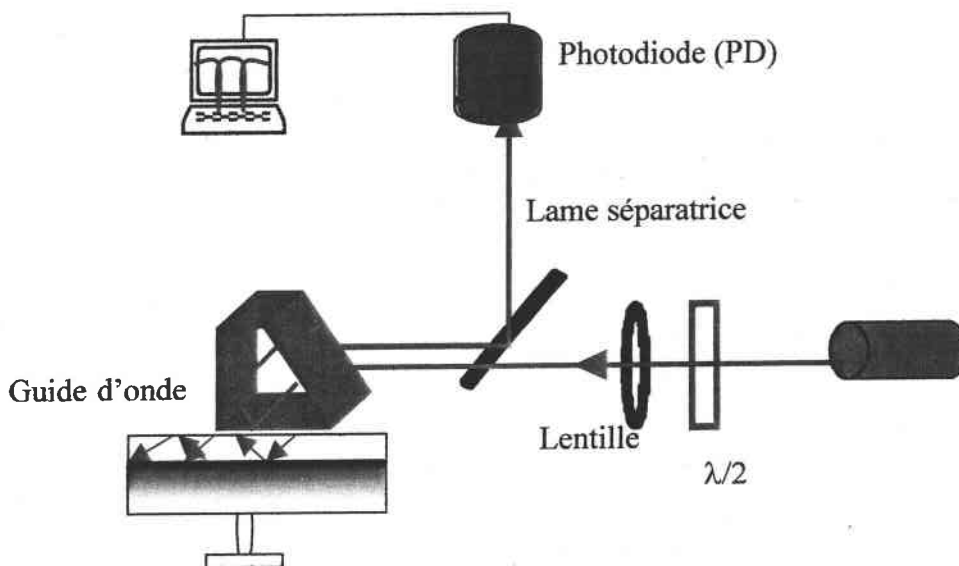


Figure (I.5): Montage expérimental de la spectroscopie m-lines

Le principe de cette méthode est très simple: elle consiste à mesurer l'intensité réfléchie sur la base du prisme en fonction de l'angle d'incidence  $\theta$ .

Les paramètres caractéristiques des guides d'ondes sont: les indices de réfraction, l'épaisseur et les indices effectifs des modes guidés. Ces trois paramètres sont liés entre eux par l'équation de dispersion. D'autre part, l'indice effectif d'un mode guidé donné dépend uniquement de sa position angulaire et s'écrit:

$$N_m = n_g \sin \theta_m = n_p \sin \theta_p \quad (\text{I.20})$$

avec 
$$\theta_p = A_p - \arcsin \left( \frac{\sin(\alpha_m)}{n_p} \right)$$

$\alpha_m$  et  $N_m$ : Angle externe et indice effectif du mode guidé d'ordre  $m$ .

$A_p$  et  $n_p$ : L'angle et l'indice du prisme.

On rappelle que la condition de confinement de la lumière dans une structure guidante peut être donnée par:

$$\beta_m \geq k n_s \geq k n_a \text{ avec } \beta_m = k N_m$$

#### I.4.2.1 Paramètres à mesurer

Les paramètres à mesurer sont : les indices de réfraction et l'épaisseur de la couche guidante. Le principe que l'on va utiliser est le suivant: l'équation de dispersion dans le cas des deux polarisations TE et TM peut être mise sous la forme:

$$f(m, N_m, n_a, n_g, n_s, h_g, \lambda) = 0 \quad (\text{I.21})$$

$n_a$ ,  $n_s$ ,  $\lambda$  sont supposés connus. Si on mesure les indices effectifs  $N_m$  pour deux modes différents, on pourra calculer l'indice et l'épaisseur, en résolvant le système suivant:

$$f(m_0, N_{m0}, n_a, n_g, n_s, h_g, \lambda) = 0 \quad (\text{I.22})$$

$$f(m_1, N_{m1}, n_a, n_g, n_s, h_g, \lambda) = 0$$

A partir des positions angulaires des modes guidés mesurés en polarisation TE et TM, on détermine les indices effectifs qui sont injectés dans l'équation de dispersion (I.3) pour la détermination des indices  $n_o$  et  $n_e$  et de l'épaisseur de la couche guidante.

Ce problème de la détermination des paramètres optogéométriques des guides plans (couches minces), en particulier l'indice de réfraction et l'épaisseur, a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches [8,23,24].

Suivant la nature et la structure du guide d'onde étudié, on peut distinguer plusieurs méthodes pour déterminer l'indice de réfraction et l'épaisseur de la couche guidante:

### 1.4.2.2 Extraction de $(n_g, h_g)$ par l'utilisation de l'équation de dispersion:

Cette approche consiste à utiliser directement l'équation de dispersion et les indices effectifs des modes guidés  $N_m$  mesurés par la spectroscopie des lignes noires. Elle est basée sur le principe du calcul itératif à partir de l'équation de dispersion que l'on va développer.

Dans le cas des guides d'ondes à saut d'indice, où l'indice du guide est constant suivant la normale, la résolution de l'équation modale dans le cas TE (éq.I.15) ou TM (éq.I.19) est facile et efficace. Elle a été discutée notamment par R. Ulrich et Torge [8].

Suivant le nombre de mode on peut distinguer deux cas:

Dans le cas des guides monomodes: on a un seul indice effectif, et la détermination de l'indice de réfraction nécessite la connaissance de l'épaisseur ou vice versa.

Dans le cas de deux modes guidés ou plus : le problème est simple. En remplaçant  $N_{m0}$ , et  $N_{m1}$  dans le système (I.22) de deux équations à deux inconnues que l'on résout.

Dans ce cas particulier le couple obtenu  $(n_g, h_g)$  représente la solution mathématique rigoureuse, et son calcul est difficile à effectuer. Dans certains cas lorsque la divergence entre les deux valeurs de l'épaisseur, en utilisant les valeurs des indices effectifs est importante, une optimisation s'impose.

Le plus souvent on dispose de plus de deux modes guidés, et on cherche à effectuer une optimisation pour trouver le meilleur couple  $(n_g, h_g)$ .

A partir des deux premiers indices effectifs  $N_0$  et  $N_1$  on peut montrer que l'indice de la couche recherché est proche de la valeur donnée par:

$$n_g = N_0 + \frac{N_0 - N_1}{3} \quad (I.24)$$

Cette valeur d'indice et de l'indice effectif de chaque mode permettant à partir de l'équation de dispersion de calculer les épaisseurs modales correspondant aux modes guidés. On cherche alors l'indice pour lequel l'écart type de la distribution des épaisseurs modales est très faible ( $10^{-3}$ ).

A partir de ce couple  $(n_g, h_g)$  d'indice et d'épaisseur, on calcule les indices effectifs théoriques, puis on cherche à minimiser la somme des carrés des écarts  $\sigma$  définie par:

$$\sigma = \sum_{i=0}^{m-1} (N_{m\ th} - N_{m\ exp})^2 \quad (I.25)$$

Le couple  $(n_g, h_g)$  obtenu après optimisation, présente les meilleures valeurs de l'indice et de l'épaisseur de la couche guidante en accord avec les indices effectifs mesurés.

#### I.4.2.3 Méthode des moindres carrées de Kersten:

Cette méthode est basée sur l'utilisation des indices effectifs mesurés. Elle a été rapportée par R. Th. Kersten [25] et G. Zhang et al. [26]. Elle consiste, à déterminer l'indice et l'épaisseur en optimisant les deux fonctions  $R(n)$  et  $U(e)$  respectivement données par:

$$R(n) = \sum_{m=0}^{m-1} \left[ \frac{m\pi + \Phi_{(n,na)}^m + \Phi_{(n,ns)}^m}{(m+1)\pi + \Phi_{(n,na)}^{m+1} + \Phi_{(n,ns)}^{m+1}} \frac{b(m)}{b(m+1)} \right]^2 \quad (1.26)$$

$$U(e) = \sum_{m=0}^{m-1} [m\pi + \Phi_{(n,na)}^m + \Phi_{(n,ns)}^m - eb(m)]$$

$$b(m) = k(n_g^2 - N_m^2)^{1/2}$$

En effet, les deux valeurs de  $n$  et  $e$  sont obtenues quand  $R(n) \rightarrow 0$  et  $U(e) \rightarrow 0$  respectivement.

Dans tout le calcul développé au-dessus, nous avons négligé l'influence de la présence du prisme sur le déphasage subit par l'onde à l'interface guide-superstrat. Cet effet peut être négligeable si le gap d'air est supérieur à  $0.15 \mu\text{m}$  ( $\lambda/4$ ) [25].

#### I.4.2.4 Méthode théorique de la Réflectivité:

Elle est basée sur l'ajustement des spectres expérimentaux des modes guidés, par des spectres théoriques en calculant le coefficient de réflexion d'une structure multicouche,  $R=R(n, n_s, n_a, e)$  [27].

Dans ce cas, on cherche les valeurs de l'indice « $n_g$ » et l'épaisseur « $h_g$ » pour lesquelles les spectres théoriques et expérimentaux se superposent. Cette procédure peut s'avérer parfois délicate à mettre en œuvre car il peut être nécessaire d'introduire d'autres paramètres tel que le coefficient d'atténuation, pour optimiser l'ajustement. Ce qui permet par ailleurs d'estimer les pertes dans la couche considérée.

#### I.4.2.5 Précision des mesures

La précision des mesures est basée sur la détermination de l'indice effectif  $N_m$  qui est donnée par la relation (I.20).

P. Th. Kersten [24] a abordé le problème de la détermination de l'incertitude de  $N_m$ , qui est donnée par:

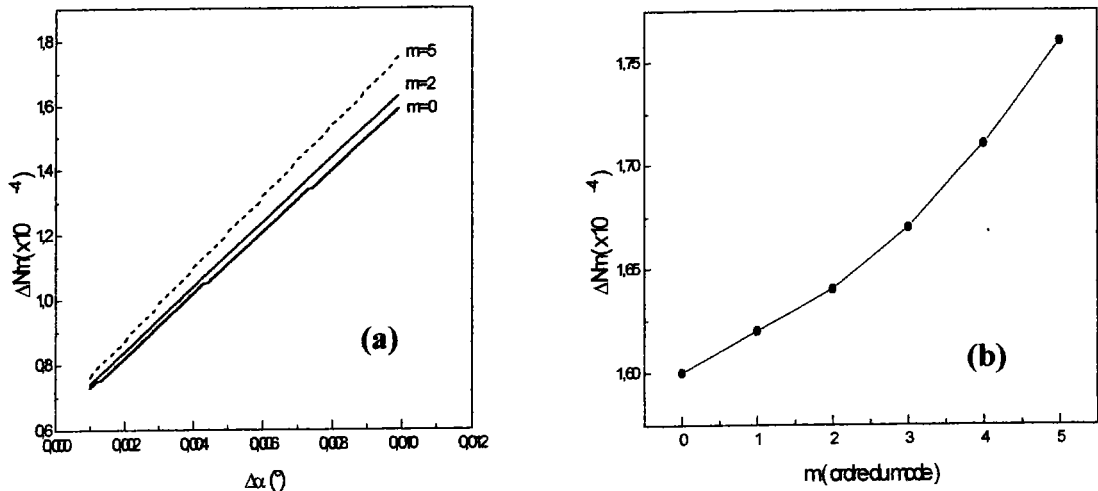
$$\Delta N_m = \left| \frac{\partial N_m}{\partial n_p} \right| \Delta n_p + \left| \frac{\partial N_m}{\partial A_p} \right| \Delta A_p + \left| \frac{\partial N_m}{\partial \alpha} \right| \Delta \alpha \quad (I.23)$$

L'incertitude absolue  $\Delta N_m$  est déterminée par les incertitudes  $\Delta n_p$ ,  $\Delta A_p$  et  $\Delta \alpha$ . Les incertitudes concernant l'indice  $n_p$  et l'angle  $A_p$  du prisme sont généralement connues avec une grande précision. Dans ces conditions, l'erreur maximale dans la détermination de  $N_m$  est introduite essentiellement par la mesure de l'angle  $\alpha$ .

A partir de la relation (I.20), on peut déduire les relations suivantes:

$$\begin{aligned} (\Delta N_m)_{n_p} &= \frac{n_p \sin(A_p)}{\sqrt{n_p^2 - \sin^2(\alpha)}} \Delta n_p \\ (\Delta N_m)_{A_p} &= \left[ \sin(A_p) \sin(\alpha) + \cos(A_p) \sqrt{n_p^2 - \sin^2(\alpha)} \right] \Delta A_p \\ (\Delta N_m)_{\alpha} &= \cos(\alpha) \left[ \cos(A_p) + \frac{\sin(A_p) \sin(\alpha)}{\sqrt{n_p^2 - \sin^2(\alpha)}} \right] \Delta \alpha \end{aligned}$$

La courbe de la figure (I.6.a) montre la variation de  $\Delta N_m$  en fonction de  $\Delta \alpha$  pour les modes d'ordre  $m = 0, 2$  et  $5$ . Celle de la figure (I.6.b) donne la variation de  $\Delta N_m$  en fonction de l'ordre des modes pour  $\Delta \alpha$  donné.



**Figure (I.6):** (a) variation de  $\Delta N_m$  en fonction de  $\Delta \alpha$   
 (b) variation de  $\Delta N_m$  en fonction de  $m$  ( $\Delta \alpha = 1.74 \times 10^{-4}$  rd)

La figure (I.6.a) montre que l'incertitude absolue  $\Delta N_m$  varie linéairement en fonction de  $\Delta \alpha$ . Elle ne dépend pas de l'ordre de mode. La figure (I.6.b) nous donne la variation de  $\Delta N_m$  en fonction de l'ordre de mode  $m$  pour  $\Delta \alpha$  donné. Elle montre que la détermination de la position

angulaire des modes d'ordre faible est meilleure que pour celle des modes d'ordre élevé. Ceci est dû, notamment à la sensibilité de ces derniers, à la présence du prisme et à l'élargissement des lignes noires en fonction de  $m$ .

Enfin, on peut dire qu'une précision angulaire  $\Delta\alpha$  de  $10^{-2}$  degré ( précision actuelle de notre dispositif) permet une détermination de  $N_m$  avec une précision très satisfaisante ( $10^{-4}$ ).

#### I.4.2.6 Etude de l'homogénéité optique des couches minces

Dans la pratique la fabrication des couches minces peut se heurter à des problèmes de croissance et d'homogénéité des couches déposées. En plus, dans certains cas cela peut induire des problèmes d'anisotropie, qui se traduisent par une croissance avec un axe  $\xi$  incliné ou dans le plan (dont l'anisotropie est indéfinie), d'où l'importance d'étudier ce problème par l'optique guidée.

L'étude de l'homogénéité optique consiste à étudier la variation de l'indice de réfraction en fonction de la profondeur. Il existe plusieurs méthodes pour traiter ce problème, dont la méthode iWKB (inverse Wentzel Kramers Brillouin), qui a été développée par Wentzel, Kramers et Brillouin [28]. Elle est applicable seulement pour les guides d'indices de réfraction qui varient lentement. En réalité cette méthode a été développée pour reconstruire le profil d'indice de guide d'onde à gradient d'indice. Cependant, nous l'avons appliquée, dans le cadre de ce travail, pour obtenir des informations sur l'homogénéité transversale de l'indice de réfraction.

Le principe de cette méthode est très simple: la couche est considérée comme un guide à gradient d'indice et on trace le profil d'indice qui traduit la variation de l'indice en fonction de la profondeur.

Dans le cas des guides d'ondes plans à gradient d'indice, l'équation de dispersion (I.3) change ; elle varie en fonction de la profondeur ( $x$ ). Elle est obtenue par l'approximation WKB [29], et s'écrit sous la forme:

$$\frac{2\pi}{\lambda} \int_0^{x_t} (n_g^2(x) - N_m^2)^{1/2} dx = m\pi + \Phi_{(n_g, n_a)} + \Phi_{(n_g, n_s)} \quad (I.27)$$

$x_t$  est le point tournant donné par  $n(x_t) = N_m = \beta_m/k$  ;  $\lambda$  est la longueur d'onde dans l'air.

$n_a$  et  $n_{g,0}$  désigne l'indice du superstrat (l'air) et l'indice du guide pour  $x=0$ .

Le calcul WKB inverse (qui a été reporté pour la première fois par White et al. [28]) consiste à utiliser directement les indices effectifs ( $N_m=N_m(i)$ ) est disponible pour chaque réel arbitraire  $i$ ) pour la reconstruction du profil d'indice. L'équation WKB sert à calculer (tracer) le profil d'indice de réfraction comme homogène en fonction de l'épaisseur.

La reconstruction des profils à partir de 5 modes guidés ou plus donne des résultats très satisfaisants. Dans ce travail, nous utiliserons la méthode WKB inverse basée sur l'approche de Chiang [30] pour la reconstruction des profils d'indices. Elle consiste à trouver une fonction continue  $N_m(m)$  en interpolant les valeurs  $N_m$  mesurées, et ensuite à utiliser l'équation WKB pour déterminer  $x_m$  (les épaisseurs effectives).

**1.4.2.7 Etude de l'anisotropie optique**

Le problème de la croissance des couches minces structurées est que l'axe optique  $\xi$  n'est pas toujours selon la direction recherchée. En plus, on ne connaît pas son orientation après le dépôt.

Théoriquement pour résoudre le problème de l'anisotropie optique, il y a deux situations:

1- **Cas d'une structure simple**: l'axe optique ( $\xi // \vec{k}$ ) est bien orienté perpendiculairement à la surface de substrat, ou dans le plan du substrat ( $\xi \perp \vec{k}$ ). Ce problème est traité par les équations de Maxwell déjà rappelées. Dans le cas d'un milieu uniaxe, les indices mesurés par chaque polarisation sont résumés dans le tableau suivant :

Orientation de l'axe optique	Polarisation TE	Polarisation TM
$\xi \perp$ au substrat	$n_o$ (indice ordinaire)	$n_e$ (indice extraordinaire)
$\xi //$ au substrat	$n_e$	$n_o$

**Tableau (I.1)** : différentes configurations pour la mesure d'indice.

Dans ce cas l'équation de dispersion s'écrit sous la forme suivante:

$$\frac{2\pi h}{\lambda} \sqrt{(n_g^2 - N_m^2)} = \arctg \left[ \left( \frac{n_g}{n_a} \right)^{2i} \sqrt{\frac{(N_m^2 - n_a^2)}{(n_g^2 - N_m^2)}} \right] + \arctg \left[ \left( \frac{n_g}{n_s} \right)^{2i} \sqrt{\frac{(N_m^2 - n_s^2)}{(n_g^2 - N_m^2)}} \right] + m\pi \tag{I.28}$$

En polarisation TE:  $i=0$

En polarisation TM:  $i=1$

**2- Cas d'une structure inclinée :** l'axe optique  $\mathcal{E}$  est incliné d'un angle  $\varphi$  par rapport à la normale. Dans ce cas l'équation de dispersion en polarisation TE est la même qu'une structure simple (I.28). Mais dans le cas d'une polarisation TM elle s'écrit sous la forme suivante :

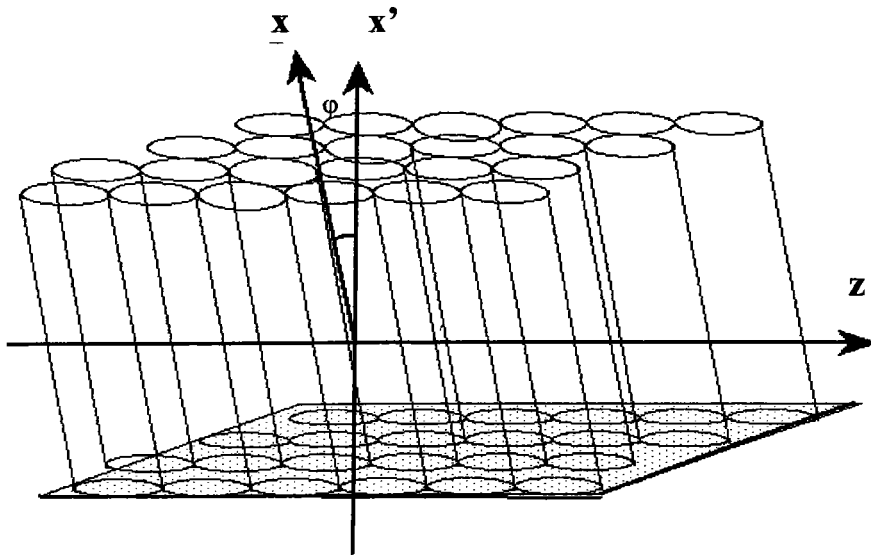
$$\frac{2\pi h}{\lambda} \sqrt{(n_g^2 - N_m^2)} = \Phi_{na} + \Phi_{ns} + m\pi \quad (\text{I.29})$$

avec:

$$\Phi_{ij} = \arctg \left[ \left( \frac{n_o n_e}{n_j^2} \right) \sqrt{\frac{(N_m^2 - n_j^2)}{(n_j^2 - N_m^2)}} \right] \quad (\text{I.30})$$

$$n_g^2 = n_o^2 \sin^2 \varphi + n_e^2 \cos^2 \varphi$$

$\varphi$  est l'angle que fait l'axe optique avec la normale au substrat.



**Figure (I.7):** Modèle d'une structure inclinée avec un angle  $\varphi$  par rapport à la normale.  $x$  est l'axe optique et  $x'$  est la normale au substrat.

En polarisation TE, on détermine l'indice  $n_{TE}$ . Ensuite, on peut déterminer l'indice  $n_{TM}$  et l'angle  $\varphi$  que fait l'axe optique de la couche avec la normale à la surface de la couche en polarisation TM.



Expérimentalement, pour étudier le problème d'anisotropie, on va ajouter un degré de liberté à la spectroscopie des lignes noires. Il consiste à faire tourner l'échantillon d'un angle  $\theta$  entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$  avec un pas donné par rapport à un système d'axe bien déterminé.

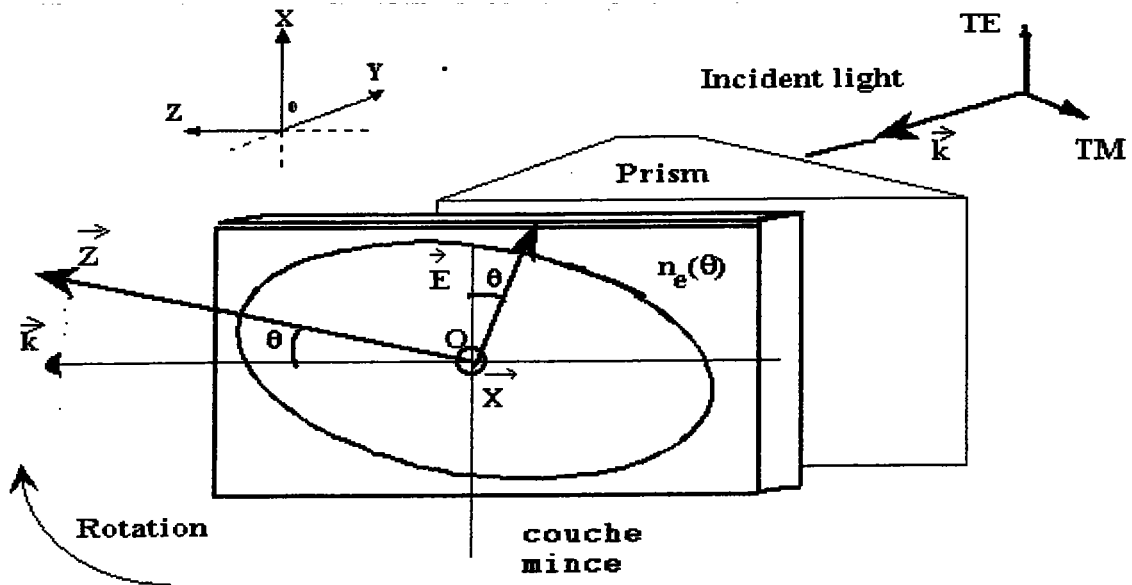


Figure (I.8): configuration expérimentale pour étudier l'anisotropie des couches minces

Dans le cas d'une structure simple, l'axe optique est perpendiculaire à la surface de la couche ou parallèle au substrat.

⊗ Si l'axe optique  $\xi$  est  $\perp$  au substrat : la position angulaire des modes guidés qui est liée à l'indice de la couche guidante ne varie pas en fonction de  $\theta$  quelle que soit la polarisation TE ou TM utilisée.

⊗ Si l'axe optique  $\xi$  est  $//$  au substrat : la position angulaire des modes guidés qui est liée à l'indice de la couche guidante ne change pas en polarisation TM et change en polarisation TE en fonction de  $\theta$ . L'indice déterminé avec la polarisation TE suit la relation suivante :

$$n_s(\theta) = \frac{n_o \cdot n_e}{(n_o^2 \sin^2 \theta + n_e^2 \cos^2 \theta)^{1/2}}$$

Dans le cas d'une structure inclinée, l'axe optique fait un angle  $\phi$  par rapport à la normale au substrat.

⊗ Dans ce cas, la position angulaire des modes guidés qui est liée à l'indice de la couche guidante ne change pas en polarisation TE et change en polarisation TM en fonction de  $\theta$ .

Ces conclusions sont résumées dans le tableau suivant:

	<i>La position angulaire qui est liée à l'indice de la couche en TE</i>	<i>La position angulaire qui est liée à l'indice de la couche en TM</i>	<i>L'axe optique <math>\xi</math></i>
<b>Structure simple</b>	ne change pas	ne change pas	$\xi$ est $\perp$ au substrat
	change	ne change pas	$\xi$ est // au substrat
<b>Structure inclinée</b>	ne change pas	change	$\xi$ est incliné par rapport à la normale au substrat

**Tableau (I.2):** Tableau récapitulatif pour étudier l'anisotropie optique des couches minces.

## **1.5 Mesure des pertes dans les guides plans**

L'étude des pertes dans un guide d'onde est un problème difficile car les origines des pertes sont nombreuses, et elles ne sont pas toujours faciles à séparer.

Le principe de base pour mesurer les pertes, consiste à comparer la puissance de la lumière sortante après sa propagation dans le guide à celle injectée au départ. D'autre part, l'étude de ce problème complexe nécessite la connaissance des origines des pertes (couplage, découplage, guide, surfaces, volumes). On distingue trois techniques:

### **1.5.1 Mesure des pertes par couplage-découplage par la tranche [31]**

Cette méthode consiste à utiliser le couplage par la tranche, et à comparer la transmittance de plusieurs guides d'ondes de différentes tailles pour déterminer le coefficient d'atténuation  $\alpha$ . La lumière est injectée dans le guide en utilisant un objectif de microscope voire une fibre optique et on mesure l'intensité transmise à la sortie.

Les inconvénients de cette technique sont:

- Elle est délicate à mettre en œuvre. Par exemple la nécessité de polir les tranches du guide qui doivent être de très bonne qualité optique.
- C'est une méthode destructive.
- Elle est non sélective en modes.

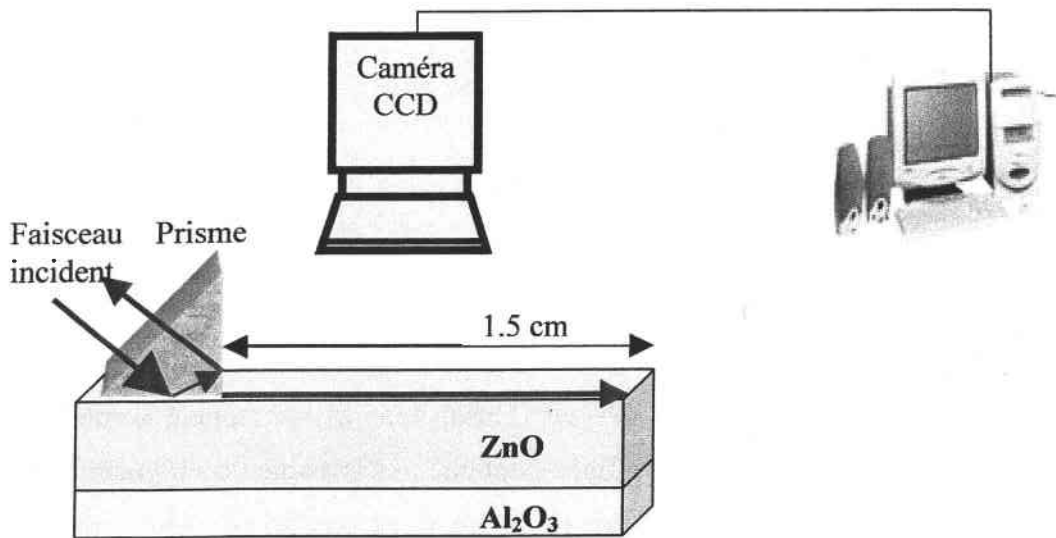
### **1.5.2 Mesure des pertes par couplage par prisme [32]**

Cette méthode consiste à coupler et à découpler la lumière à l'aide de deux prismes. Le premier sert à injecter la lumière dans le guide. Il est maintenu fixe. Le deuxième sert à découpler cette lumière pour mesurer l'intensité guidée, et il peut être déplacé le long du guide. Plusieurs mesures permettent de déterminer le coefficient d'atténuation en fonction de la longueur  $L$  entre les deux prismes. Elle est adaptée pour plusieurs type de guides d'ondes, mais elle est moins précise car il est difficile de reproduire avec fiabilité les mêmes conditions de découplage à chaque fois.

### **1.5.3 Mesure des pertes par analyse de la surface [33]**

En général, les différents types de pertes optiques dans les guides d'ondes sont : les pertes par absorption, les pertes par radiation, les pertes par diffusion en volume et sur les interfaces.

Dans ce travail on s'est intéressé à mesurer les pertes par diffusion à l'aide d'une caméra CCD.



**Figure (I.9):** Montage expérimental pour mesurer les pertes optiques par diffusion à l'aide d'une caméra CCD.

La figure (I.9) montre le montage expérimental associé au montage «m-lines» pour mesurer les pertes par diffusion à l'aide d'une caméra CCD.

Dans un premier temps on enregistre les spectres des modes guidés en polarisation TE et TM. Ensuite, on mesure l'intensité diffusée sur une longueur L à l'aide d'une caméra CCD (l'intensité diffusée est numérisée à l'aide du logiciel WIMA).

Enfin, l'ajustement de la courbe d'intensité diffusée en fonction de la longueur L permet de déterminer le coefficient d'atténuation en utilisant l'équation suivante :

$$I(L) = I_0 \exp(-\alpha L) \quad (I.31)$$

avec :  $I(L)$  l'intensité diffusée en L,  $I_0$  l'intensité diffusée à l'entrée du film, L la longueur de propagation, et  $\alpha$  le coefficient d'atténuation.

Finalement, le coefficient d'atténuation du guide est donné par la relation suivante:

$$A = -\frac{10}{L} \log \left( \frac{I_0}{I} \right) \quad (\text{en dB/cm}) \quad (I.32)$$

Cette méthode simple ne permet pas de différencier l'origine des différentes pertes (volume, surface). Elle a ses limites aussi, car si le guide est de très bonne qualité optique, il est difficile de distinguer le signal diffusé du bruit.

## **I.6 Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons rappelé le principe utilisé pour étudier les propriétés optiques de guides d'ondes plans.

Ensuite, nous avons rappelé les différentes approches théoriques et expérimentales pour caractériser les propriétés optogéométriques des guides d'ondes à saut d'indice ou à gradient d'indice.

Nous avons aussi décrit comment l'optique guidée pouvait déterminer l'anisotropie du guide, perpendiculairement et parallèlement au substrat. Enfin, nous avons rappelé comment on pouvait obtenir d'une manière simple un paramètre optique très important d'un guide d'onde, à savoir son aptitude à guider une onde optique, en mesurant son coefficient d'atténuation.

## Références

- [1] A. Yariv & P. Yeh. "Optical Waves in Crystals" (J. Wiley et Sons, New York 1984).
- [2] R. G. Hunsperger "integrated optics: theory and Technology" Ed. T. Tamir, Springer-Verlag (Berlin, 1985).
- [3] P. K. Tien, Appl. Optics, Vol. 10 (1971), p. 2395-2413.
- [4] D. Marcuse, Bell. Syst. Tech. J. 48, 3187 (1969).
- [5] T. N. Ding and E. Garmin, Appl. Optics 22, 20 (1983).
- [6] P. K. Tien, S. Riva-Sanseverino, R. J. Martin, A. A. Ballman and H. Brown, Appl. Phys. Lett., Vol. 24, 503 (1974).
- [7] P. K. Tien, Rev. Mod. Phys, Vol. 49, N°2, p. 361 (1977).
- [8] R. Ulrich and R. Torge, Appl. Opt. 12, 2901-2909 (1973) et voir aussi R. Ulrich, W. Prettl, Appl. Phys. 1, (1973) 55.
- [9] D. Marcuse: Light Transmission Optics (Van Nostrand Reinhold, New York 1974).
- [10] I. Kadad, « Réalisation et étude de guide d'ondes optiques plans de nitrure d'aluminium par pulvérisation magnétron réactive » Thèse de Doctorat, université de Saint-Étienne (1989).
- [11] P. J. Chandler and P. D. Townsend, Nucl. Inst. Meth. B19/20, 921 (1987).
- [12] L. Zhang, P. J. Chandler and P. D. Townsend et al., Appl. Phys. Lett. 53(7), 544 (1988).
- [13] P. D. Chandler, P. J. Chandler, et L. Zhang "Optical effects Of Ion Implantation", p. 167, Cambridge University press, 1994.
- [14] M. Papuchon, ' Waveguides Optoelectronics', (Eds.), J. H. Marsh and R. M. De la Rue (1990).
- [15] J. L. Jackel, et al., Opt. Com. 3, 82 (1982).
- [16] K. L. Chopra, V. Agarwal, V. D. Vanker, C. V. Deshpandey, R. F. Bunshah, Thin Solid Films 126, (1985) 307.

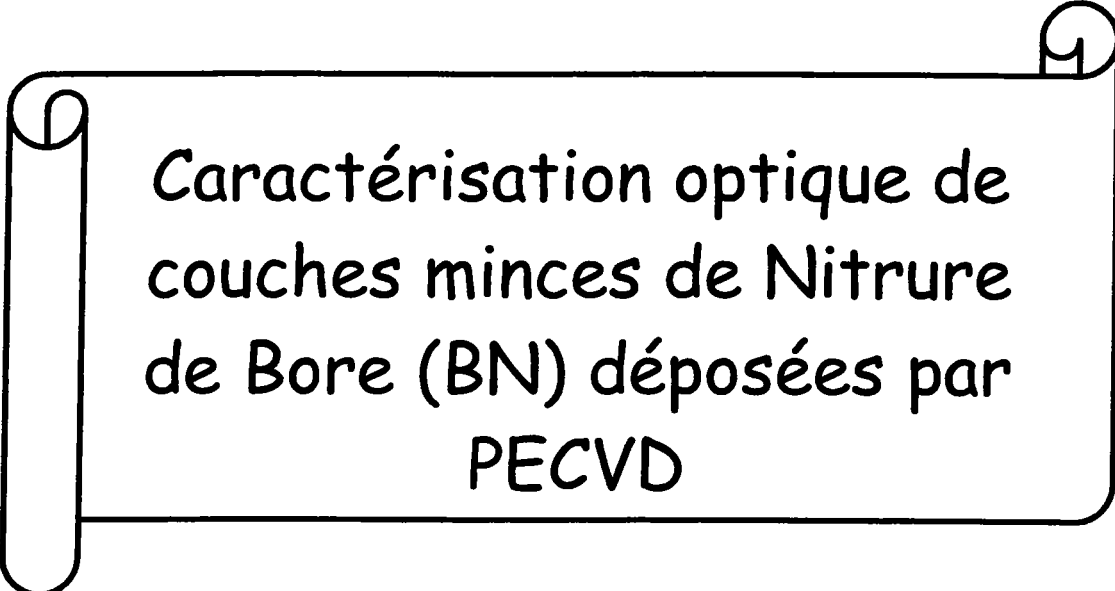
- [17] D. K. Fork, F. Armani-Leplingard et al, «Application of electroceramic thin films to optical waveguide devices», MRS Bulletin, 53 (1996).
- [18] T. TAMIR: Integrated Optics (Springer- Verlag, Berlin 1979) p.85.
- [19] F. P. Strohkendl, D. Fluck, P. Gunter, R. Irmsher and CH. Buchal, Appl. Phys. Lett., 59 (26), 23 (1991).
- [20] P. K. Tien and R. J. Martin, Appl. Phys. Lett., Vol. 14, pp. 291-294 (1971).
- [21] M. L. Dakss, L. Kuhn, P. F. Heidrich and B. A. Scott, Appl. Phys. Lett., Vol. 16, pp. 523-525 (1970).
- [22] P. K. Tien, G. Smolinsky, and R. J. Martin, Appl. Opt., Vol. 11, pp. 637-642 (1972).
- [23] A. Boudrioua, Thèse de Doctorat, Université de Metz (1996).
- [24] R. Th. Kersten, Optica Acta, 22 (6), 503-513 (1975).
- [25] R. Th. Kersten, Opt. Communication, 9 (4), 427-431 (1973).
- [26] G. Zhang and K. Sasaki, Appl. Opt. 27 (7), (1988).
- [27] V. Dentan, Y. Lévy, M. Dumont, P. Robin and E. Chastaing, Optics Com., 69 (56), (1989).
- [28] J. M. White, and F. P. Heidrich, Appl. Optics, vol.15, No 1, Jan. 1976.
- [29] L. D. Landau, E. M. Lifshitz, Quantum Mech., Pergamon Press, New York, 1960.
- [30] K. S. Chiang, J. Lightwave Tech. LT-3, 385-391 (1985).
- [31] D. Kip, S. Aulkemeyer and P. Moretti, Optic. Lett. 20 (11), 1256 (1995).
- [32] A. Boudrioua and J. C. Loulergue, « New approach for losses measurements in optical Waveguides », Opt. Comm., 137, 37 (1997).
- [33] H. P. Weber, F. A. Dunn and W. N. Leibolt, Appl. Optics 12, 755 (1973).
- Voir aussi, Y. Okamura, S. Yoshinaka and S. Yamamoto, Appl. Optics 22, 3892 (1983).

# CHAPITRE II : CARACTERISATION OPTIQUE DE COUCHES MINCES DU NITRURE DE BORE DEPOSEES PAR PECVD

<b>II.1 Généralités sur le BN</b> .....	31
II.1.1 Introduction.....	31
II.1.2 Structure et variétés allotropiques du nitrure de bore.....	32
II.1.2.1 Structure.....	32
II.1.2.2 Les différentes phases cristallines de BN.....	32
II.1.2.2.a Nitrure de Bore hexagonal h-BN.....	32
II.1.2.2.b Nitrure de Bore Rhomboédrique r-BN.....	33
II.1.2.2.c Nitrure de Bore Cubique c-BN.....	34
II.1.2.2.d Nitrure de Bore Wurtzite w-BN.....	35
II.1.3 Principales propriétés et applications du nitrure de Bore.....	35
II.1.3.1 Propriétés du nitrure de bore.....	35
II.1.3.2 Applications du nitrure de bore.....	36
<b>II.2 Elaboration du h-BN par la technique PECVD</b> .....	37
<b>II.3 Etude de couches minces de BN pour l'optique intégrée</b> .....	40
II.3.1 Etude en fonction de la durée de dépôt.....	40
II.3.1.1 Caractérisation optique.....	41
II.3.1.1.1 Etude de l'échantillon S1.....	41
II.3.1.1.2 Etude de l'échantillon S4.....	44
II.3.2 Etude en fonction de la puissance de plasma.....	48
II.3.2.1 Condition de dépôt.....	48
II.3.2.2 Caractérisation optique.....	49
Etude de l'échantillon BN342.....	49
Etude de l'échantillon BN343.....	51
Etude de l'échantillon BN345.....	52
II.3.2.3 Caractérisation structurale et morphologique.....	54
II.3.2.3.1.Détermination de l'orientation de l'axe optique par spectroscopie infrarouge....	54
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN342.....	56
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN343.....	57
Spectre de transmission IR de l'échantillon BN345.....	58
Modèle de Schubert.....	59
II.3.2.3.2 Analyse AFM de la surface de h-BN.....	62
II.3.3 Mesure des pertes optiques.....	63
<b>II.4 Conclusion</b> .....	64
<b>Références</b> .....	65



## Chapitre II



Caractérisation optique de  
couches minces de Nitrure  
de Bore (BN) déposées par  
PECVD

# Caractérisation optique de couches minces de Nitrure de Bore (BN) déposées par PECVD

## II.1 Généralités sur le Nitrure de Bore

### II.1.1 Introduction

Le nitrure de bore est un matériau qui possède intrinsèquement d'excellentes propriétés physico-chimiques. Il est formé par l'association d'atomes de bore (B) et d'azote (N) pouvant présenter des états d'hybridation tetragonal  $sp^3$  ou trigonal  $sp^2$ .

Il présente quatre phases : (i) hexagonale (h-BN), (ii) Rhomboédrique (r-BN), (iii) wurtzite (w-BN), (iv) et cubique (c-BN) qui est similaire à celle du diamant. Ses principales qualités sont sa haute conductivité thermique, sa forte résistivité électrique et sa faible densité.

Sous sa forme cubique, il est considéré comme étant le matériau le plus dur après le diamant. Il possède l'avantage d'être chimiquement inerte [1]. Mais du fait de sa grande thermostabilité et de sa stabilité chimique plus importante, le nitrure de bore cubique est préféré pour l'usinage des matériaux ferreux et des alliages hautes températures [2].

Ces différents aspects rendent ce composant (BN) particulièrement intéressant pour de nombreuses applications technologiques, notamment pour l'électronique et la photonique. 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 (hexagonale au cubique), ou les paramètres de dépôt qui favorisent la croissance d'une phase ou d'une autre.

Dans un premier temps, nous allons rappeler les différentes structures cristallographiques du nitrure de bore (BN), les principales propriétés mécaniques, électroniques, et optiques. Puis, dans un deuxième temps, nous exposerons les différentes méthodes qui ont été utilisées pour élaborer ce composé sous forme de couches minces (notamment la technique PECVD). Enfin, la troisième partie sera consacrée à l'étude des propriétés structurales, optiques linéaires des films minces de h-BN, en fonction des paramètres de dépôt.

## II.1.2 Structure et variétés allotropiques du nitrure de bore

### II.1.2.1 Structure

Comme le carbone, le BN a des propriétés fortement dépendantes de sa structure cristalline. Il présente deux états d'hybridation, à partir desquels on peut les classer en deux catégories selon leur dureté respective:

1- Les phases douces du nitrure de bore, dont la cohésion se fait par des liaisons d'hybridation de type  $sp^2$ . On y distingue la forme hexagonale h-BN ( $\alpha$ -BN) qui est isotype du graphite, ainsi que la forme rhomboédrique r-BN. Selon les défauts cristallins, on y trouve aussi les structures turbostatique (t-BN) et amorphe (a-BN).

2- Les phases dures du nitrure de bore, formées par des liaisons d'hybridation  $sp^3$  constituent les structures denses du BN. Elles se composent des formes wurtzite (w-BN), ainsi que zinc-blend ou cubique (c-BN ou  $\beta$ -BN) qui est l'analogue du carbone diamant.

Les paramètres de maille du réseau cristallin des différentes formes de nitrure de bore sont présentés dans le tableau suivant:

		a (nm)	c (nm)	Groupe d'espace
Phases douces	h-BN	0,2504	0,6786	P6 <sub>3</sub> /mmc
	r-BN	0,2507	1	R3m
Phases dures	w-BN	0,2556	0,4175	P6 <sub>3</sub> mc
	c-BN	0,3615	0,3605	F43m

Tableau (II.1): Constantes de réseau cristallin des différentes phases du BN.

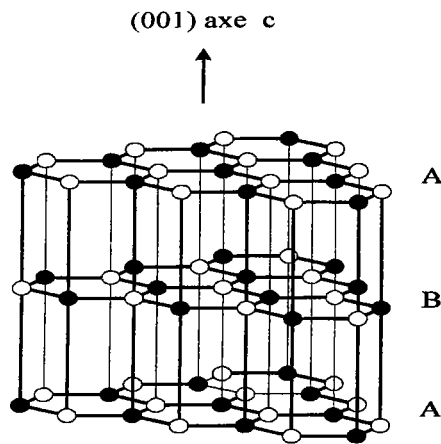
### II.1.2.2 Les différentes phases cristallines de BN

#### II.1.2.2.a Nitrure de Bore hexagonal (h-BN):

La phase hexagonale BN dispose de plans cristallins suivant le schéma ABAB... la maille hexagonale du nitrure de bore est constituée d'un empilement de phase d'hexagone  $B_3N_3$  suivant l'axe c (0001) où chaque atome de bore est lié, dans le même plan avec trois atomes d'azote et réciproquement, le plan B étant déduit du plan A par rotation de  $60^\circ$ .

Le nitrure de bore hexagonal est un composé appelé graphite blanc noté h-BN (ou  $\alpha$ -BN), lamellaire constituée par un empilement de plans parallèles (figure (II.1)), très anisotrope de structure cristallographique voisine de celle du graphite. Alors que ce dernier est un semi-métal, le h-BN est un isolant électrique.

Les liaisons à l'intérieur de chaque plan entre les orbitales atomiques est de type  $sp^2$ , ce qui assure un lien fort entre les atomes d'un même feuillet (liaisons covalentes). Par contre, entre les feuillets, les liaisons sont de type Van der Waals, et donc très faibles.



**Figure (II.1):** Structure cristalline du nitrure de bore hexagonal

Le h-BN est produit à haute température ( $T \geq 1000\text{K}$ ) et basse pression ( $P \leq 1000\text{ KPa}$ ) [3]. Dans l'industrie, le h-BN est préparé par pressage à chaud de poudre de nitrure de bore obtenue par synthèse métallurgique classique à haute température ( $1000^\circ\text{C}$ ) ou par croissance CVD (dépôt chimique en phase vapeur). Ce même matériau, moulé à chaud est appelé «BN pressé à chaud» (Hot-pressed BN). Celui obtenu par croissance CVD est appelé BN pyrolytique (PBN).

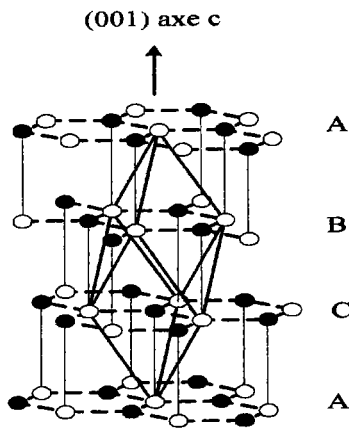
En général les propriétés physico-chimiques de PBN sont considérées comme les plus représentatives de la qualité du nitrure de bore, en raison de l'absence de ligands et d'une meilleure cristallinité.

#### **II.1.2.2.b Nitrure de Bore Rhomboédrique (r-BN):**

Sa structure est très proche de la structure du nitrure de bore hexagonal, constituée également de plans  $\text{B}_3\text{N}_3$  avec un empilement le long de l'axe c de type ABCABC... Les hexagones sont décalés d'un plan à l'autre en maintenant l'alternance entre les atomes de bore et d'azote perpendiculairement aux plans.

Le nitrure de bore rhomboédrique a pour principales applications d'être isolant et luminophore à hautes températures, détecteur de radiations (UV Lointains) et pyroélément.

La structure électronique de r-BN est très similaire au h-BN [4] (malgré leurs différences significatives dans leurs structures cristallines). Sa bande interdite est de 4.8 eV, comparée à celle de h-BN autour de 4.65 eV.



**Figure (II.2):** Structures cristallines du nitrure de bore rhomboédrique

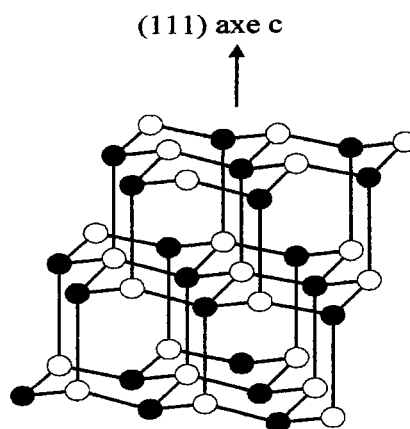
### II.1.2.2.c Nitrure de Bore Cubique (c-BN):

Le nitrure de bore cubique c-BN (ou  $\beta$ -BN) cristallise dans la structure zinc-blende. Les atomes d'azote constituent un réseau cubique à face centrée et les atomes de bore se logent dans les sites tétraédriques. Chaque atome de bore est situé au centre d'un tétraèdre formé par quatre atomes d'azote, et inversement.

Comme le diamant, on peut obtenir le nitrure de bore cubique, en soumettant du h-BN mélangé à un solvant et à un catalyseur adéquat sous haute température ( $T > 1800^\circ\text{C}$ ) et haute pression ( $P > 4\text{GPa}$ ).

Ses propriétés les plus connues sont sa large bande indirecte ( $E_g = 6.4 \pm 0.5$ ) [5], son extrême dureté, sa haute température de fusion et sa haute conductivité thermique. Sa densité théorique est de  $3.450\text{ g.cm}^{-3}$  [21] [6].

Le c-BN, de par sa structure, est un matériau chimiquement très stable d'une grande résistivité électrique. Il n'existe pas à l'état naturel (première synthèse en 1957).

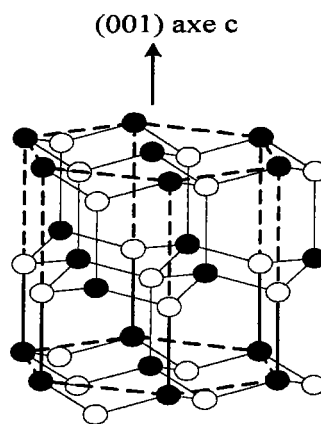


**Figure (II.3):** Structures cristallines du nitrure de bore cubique

**II.1.2.2.d Nitrure de Bore Wurtzite (w-BN):**

Le nitrure de bore wurtzite (noté w-BN ou  $\gamma$ -BN) peut être décrit comme un empilement de tétraèdres dont les liaisons entre chaque atome sont de type  $sp^3$  (tout comme c-BN). Il provient d'une déformation de la maille hexagonale. En effet, l'espace entre les plans dans le h-BN peut être réduit par une compression sous haute pression avec une déformation des hexagones, ce qui conduit à un changement d'hybridation  $sp^2 \rightarrow sp^3$ . Lorsque le h-BN est soumis à une série de chocs compressifs, la phase wurtzitique a toujours été observée avant l'apparition de la phase cubique.

Dans l'industrie, le w-BN synthétisé est composé généralement de cristallites de très petites tailles, et métastable dans les conditions normales de températures et de pression. Sa densité théorique est de  $3.485 \text{ g cm}^{-3}$ .



**Figure (II.4):** Structures cristallines du nitrure de bore wurtzite

**II.1.3 Principales propriétés et applications du nitrure de Bore**

**II.1.3.1 Propriétés du nitrure de bore**

Plusieurs publications ont décrit les propriétés du nitrure de bore [7]. Ces propriétés sont résumées dans le tableau (II.2), et comparées avec le carbone diamant:

Structure cristalline	a-BN	h-BN	w-BN	c-BN	Diamant
<b>Propriétés physico-chimiques</b>					
Paramètres de maille a (Å)/c (Å)	-	2,494/6,66	2,536/4,199	3,615	3,567
Masse volumiques ( $\text{g/cm}^3$ )	2.03	2.27	3.48	3.45	3.52
Stabilité chimique	-	inerte	-	inerte	
Longueur de liaison (nm)	-	0.145		0.157	0.154

<b>Propriétés thermiques</b>					
Conductivité Thermique $W\ cm^{-1}\ K^{-1}$	-	0.625/0.017	-/0.6	9 à 13	10-20
Point de fusion (K)	-	2800		>2975	3800
Stabilité de l'oxydation (°C)	-	>1000°C		1200	600
<b>Propriétés optiques</b>					
Transparence	Opaque	Vis-IR	-	UV-Vis-IR	-
Indice de réfraction	1.7	1.6 - 2.0	-	2 - 2.12	2.4
Bande interdite (eV)		3.2 - 5.9	5.8	6.1 - 6.6	5.45
<b>Propriétés électriques</b>					
Résistivité (à 20 °C) ( $\Omega.cm$ )	$10^5-10^6$	$10^{13}$	-	$10^{10}$	$10^{16}$
Constante diélectrique	4 - 8	2.7 - 7.7	-	5.6 - 7	-
<b>Propriétés mécaniques</b>					
Vitesse acoustique ( $10^3 m.s^{-1}$ )	-	3.6	-	4 - 15	11 - 18
Dureté ( $Kg.mm^{-2}$ )	-	1000	-	4000 - 5000	9000

**Tableau (II.2):** Récapitulatif de quelques propriétés importantes du BN.

### II.1.3.2 Applications du nitrure de bore

Les applications les plus importantes du BN sont:

- ✓ Une application importante du BN concerne les techniques de lithographie. Il peut être utilisé comme masque dans les procédés de gravure car il a une grande transparence aux rayons X, ultraviolet, le visible, et dans le proche IR.
- ✓ Il peut constituer une source de diffusion d'atome de bore pour la réalisation de jonction p-n sur silicium dopé n.
- ✓ Il est le premier des semi-conducteurs III-V à grand gap, donc il peut être utilisé en tant qu'isolant de grille pour des applications MISFET (transistor à effet de champ) [8].
- ✓ L'application la plus importante des poudres de h-BN est l'usage de creuset à haute température et d'évaporateurs employés dans l'industrie des semi-conducteurs pour contenir le Si et GaAs fondus [9]. Il participe en tant que revêtement de protection dans beaucoup d'applications commercialisées.
- ✓ Il est partiellement transparent aux radiations infrarouges et micro-ondes, ce qui lui a permis d'être utilisé pour la fabrication de radars et fenêtres infrarouges.
- ✓ Des diodes électroluminescentes (DEL) émettant dans le bleu ont été fabriquées au laboratoire avec du nitrure de bore cubique [10].

- ✓ La phase hexagonale présente une anisotropie des propriétés optiques, qui peut être exploitée pour la fabrication de modulateurs électro et acousto-optiques.
- ✓ Il peut remplacer le diamant pour des applications aux dispositifs à ondes acoustiques de surfaces (SAW), car il a une vitesse du son très élevée de l'ordre de 7 km/s [11].

## II.2 Elaboration du h-BN par la technique PECVD

*Les couches minces de h-BN ont été réalisées dans le laboratoire MOPS avec l'aide de P. Thevenin, et A. Soltani.*

La PECVD (Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté par Plasma) est une technique de dépôt chimique dont la réaction est activée par plasma (voire la figure (II.5)). Cette méthode a l'avantage de permettre d'élaborer des dépôts doux à de basses températures. Ainsi, Bath et al., [12,13] ont déposé des couches minces de h-BN sur des substrats fragiles tels que InP. La procédure de dépôt des couches minces du BN est résumée par les étapes suivantes:

L'énergie micro-onde est délivrée au travers d'un guide d'onde par un générateur SAIREM de fréquence 2.45 GHz, et d'une puissance maximale de 1200 W. L'adaptation d'impédance entre le générateur et le plasma est obtenue par l'intermédiaire de deux pistons d'accord et de trois vis  $\lambda/4$  permettant de minimiser les pertes par réflexion et d'obtenir ainsi l'onde stationnaire adéquate.

Le porte-substrat est connecté à un générateur RF à 13.56 MHz, afin de pouvoir le polariser négativement et mieux contrôler l'élaboration des films de BN (mais il n'est pas indispensable pour l'obtention de la phase hexagonale mais uniquement pour mieux contrôler l'orientation de l'axe optique).

L'injection des gaz Ar et N<sub>2</sub> s'effectue au niveau supérieur du tube de réacteur. Le précurseur de bore est le borane diméthyle amine ou (BDMA -BH<sub>3</sub>NH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) dont la température de fusion est de 36°C. Il est introduit dans la chambre du réacteur par barbotage d'un flux d'azote maintenu constant pendant la croissance des films. Le débit de BDMA est déterminé au moyen de la pression dans le barboteur qui est fixée et mesurée par une jauge baratron. L'ensemble est chauffé à environ 70°C pour éviter la condensation du produit à l'intérieur des tubes. Enfin, les vapeurs de BDMA sont transportées dans la zone de réaction par un flux d'azote et sont injectées à proximité du substrat par l'intermédiaire de tube en pyrex.



Réacteur de dépôt PECVD micro-ondes

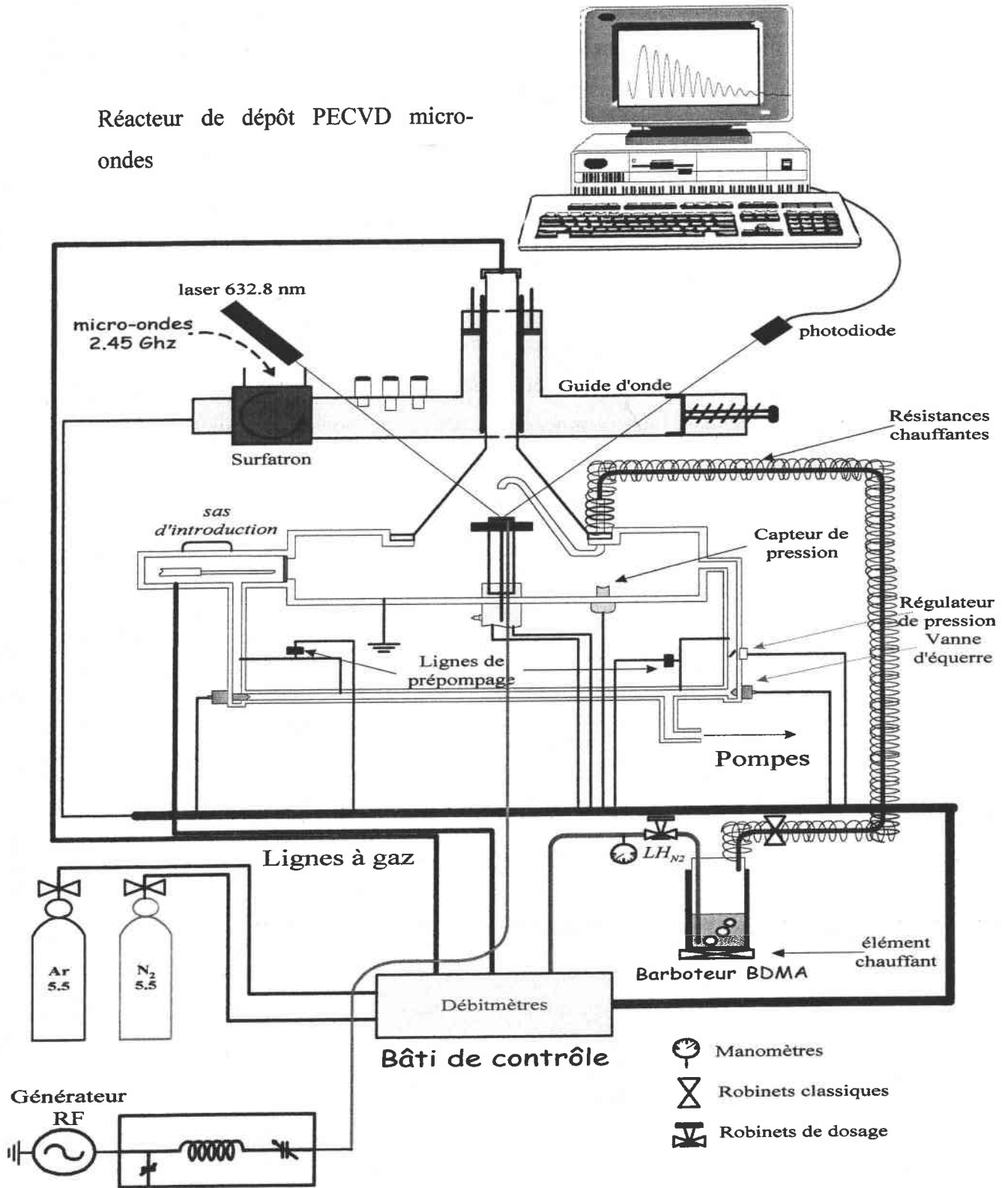


Figure (II.5): Schéma du Réacteur de dépôt PECVD micro-onde [14].

Les principales caractéristiques du réacteur de dépôt chimique en phase vapeur (PECVD) utilisées pour l'obtention de couches minces de BN sont données sur la figure (II.5). Une telle installation comprend:

- (1) Une enceinte en quartz où se forme dans des proportions adéquates le mélange gazeux: gaz vecteur, azote et composé volatile du matériau à composer (BDMA+N<sub>2</sub>+Ar). On trouve également un circuit de refroidissement (circulation d'eau) qui permet de maintenir une température constante dans l'enceinte en acier. De plus, un groupe de pompage est utilisé pour préserver une certaine pureté de l'enceinte de dépôt.
- (2) Un porte échantillon circulaire dont le diamètre utile est de 10 cm muni d'une résistance chauffante permettant de fixer la température de dépôt (350-650°C). Il est situé à une distance réglable verticalement sous l'injecteur du précurseur de bore et peut être polarisé.
- (3) Un bâti muni d'un sas d'introduction d'échantillons et possédant une partie servant à contrôler l'entrée des gaz, avec tout le système de réglage des débits (robinets, débitmètres) qui permettent de fixer les débits des gaz. Ces gaz (N<sub>2</sub> et Ar) sont introduits par la tête de l'enceinte en quartz. La pression dans l'enceinte est régulée automatiquement.
- (4) Un générateur micro-onde (2,45 GHz) qui permet de générer le plasma.

La mise en œuvre de dépôt dans le réacteur PECVD nécessite plusieurs étapes de travail:

- La création du vide total dans l'enceinte par pompage ( $10^{-1} < \text{pression} < 10^2$  Pa)
- Après stabilisation des débits, on allume alors le plasma.

La réflectométrie laser permet de contrôler l'épaisseur des films au cours du dépôt (in-situ). Elle consiste en la réflexion d'un faisceau laser dans le rouge (à 632,8 nm) sous un angle d'incidence de 42° sur un substrat de silicium de référence (dont le coefficient de réflexion est élevé), à travers les parois en quartz du réacteur. Une photodiode permet la mesure de l'intensité lumineuse réfléchie en fonction du temps de dépôt (cf. la figure II.5).

## II.3 Etude de couches minces de BN pour l'optique intégrée

L'objectif de ce travail est d'étudier les couches minces de nitrure de bore déposées par PECVD pour l'optique intégrée, en raison de leur intérêt pour l'électro-optique, l'acousto-optique et l'émission dans l'ultraviolet (car le BN est un matériau à grand gap - 6 eV).

Cependant, la première étape de cette étude consiste à obtenir des couches minces homogènes, bien orientées et qui présentent une morphologie de surface bien adaptée à la propagation guidée. En plus, la maîtrise de l'épaisseur de la couche déposée constitue un élément essentiel pour réaliser des structures guidantes monomodes nécessaires pour toute utilisation pratique dans le domaine de l'optique intégrée.

Les travaux effectués au sein du laboratoire (MOPS) [15] ont montré que les propriétés structurales, l'homogénéité et la morphologie des couches de h-BN obtenues dépendent principalement des paramètres de dépôt suivants :

- ✧ La durée de dépôt qui influence l'épaisseur et l'homogénéité des couches.
- ✧ La puissance du plasma qui détermine l'orientation de l'axe optique  $\xi$  et donc l'anisotropie optique.

Forts de ces conclusions, nous nous sommes intéressés à l'étude des propriétés optiques et guidantes des couches de BN en fonction des paramètres de dépôt précédemment évoqués. Nous nous sommes également intéressés à la corrélation de ces caractéristiques optiques linéaires avec les propriétés structurales et morphologiques.

Nous avons mené deux études : la première en fonction de la durée de dépôt pour une puissance de plasma donnée, et la deuxième en fonction de la puissance de plasma pour une durée de dépôt donnée.

### II.3.1 Etude en fonction de la durée de dépôt

Les paramètres de dépôt sont regroupés dans le tableau (II.3). La durée du dépôt est le paramètre pris en considération pour contrôler la croissance, la qualité optique et l'épaisseur des couches minces de h-BN déposées par la méthode PECVD.

Echantillons	Conditions de dépôt				
	Substrat	Puissance de Plasma (W)	Durée du Dépôt (h)	Pression du barboteur (Torr)	Pression du réacteur (Torr)
S1	Verre	300-500	2	3,3	0,2
S2	Verre	300-500	3	3,57	0,2
S3	Verre	500	6	3,5	0,2
S4	Verre	500	9	3,3	0,2

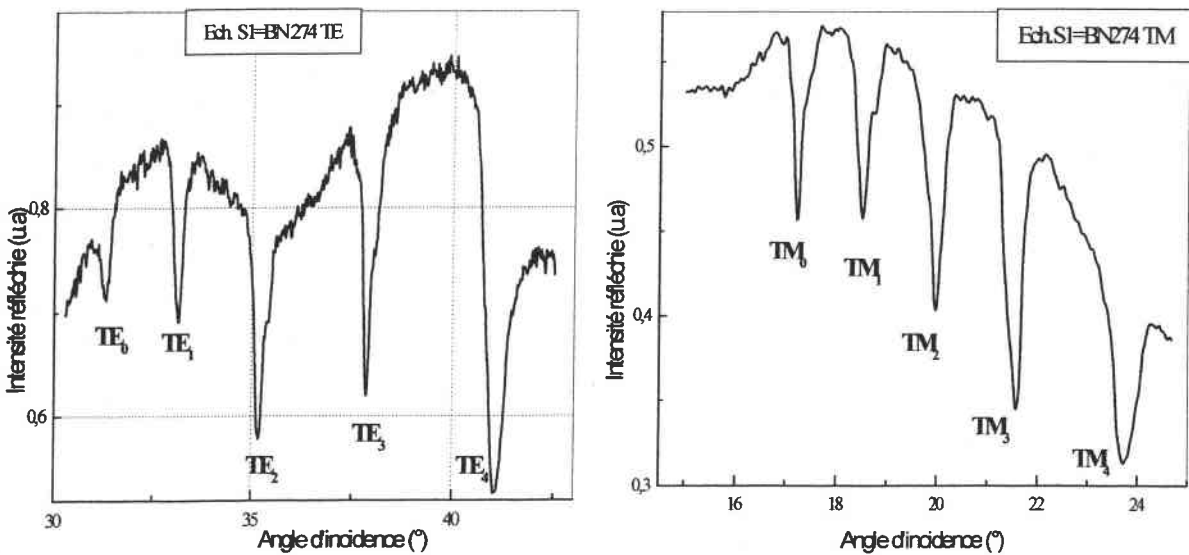
**Tableau (II.3):** Les paramètres de dépôt des films minces de h-BN déposées par PECVD sur un substrat de verre pour différentes durées de dépôt.

### II.3.1.1 Caractérisation optique

#### II.3.1.1.1 Etude de l'échantillon S1

Pour effectuer cette étude, nous avons utilisé la spectroscopie des lignes noires décrite dans le premier chapitre. Le laser utilisé est un He-Ne (@ 632 nm). La mesure de l'intensité réfléchie à la base du prisme de couplage en fonction de l'angle d'incidence permet d'obtenir les spectres de modes guidés.

La figure (II.6) représente les spectres des modes guidés mesurés en polarisation TE et TM de l'échantillon S1.



**Figure (II.6):** Spectre des modes guidés en polarisation TE et TM de l'échantillon S1 (BN déposé sur verre  $n_v = 1,515$  par PECVD).

Cinq modes guidés ont été excités en polarisation TE et TM, avec un bon confinement local de la lumière manifesté par la propagation de la lumière dans la couche lors de l'excitation de chaque mode guidé.

A partir de la position angulaire des creux de reflectivités, nous avons déterminé les valeurs expérimentales des indices effectifs. Elles sont rapportées dans le tableau (II.4). Nous avons également, rapporté les valeurs théoriques des indices effectifs attendues, calculées à partir de l'équation de dispersion de modes guidés (I. 3). Ces résultats ont été obtenus en considérant le cas d'une structure guidante à saut d'indice (pour  $\Delta N_m = 10^{-4}$ ).

Polarisation	Mode (m)	$\theta_m$ (°)	$N_m$ (mesuré)	$N_m$ (calculé)	$\Delta N_m$
<b>TE</b>	0	31.26	1.6730	1.6731	0.0001
	1	33.12	1.6658	1.6665	-0.0002
	2	35.16	1.6590	1.6612	-0.0022
	3	37.86	1.6425	1.6460	-0.0035
	4	41.04	1.6327	1.6378	-0.0051
<b>TM</b>	0	17.24	1.6887	1.6888	-0.0001
	1	18.54	1.6784	1.6822	-0.0038
	2	19.96	1.6606	1.6572	0.0034
	3	21.56	1.6381	1.6337	0.0044
	4	23.70	1.6193	1.6071	0.0122

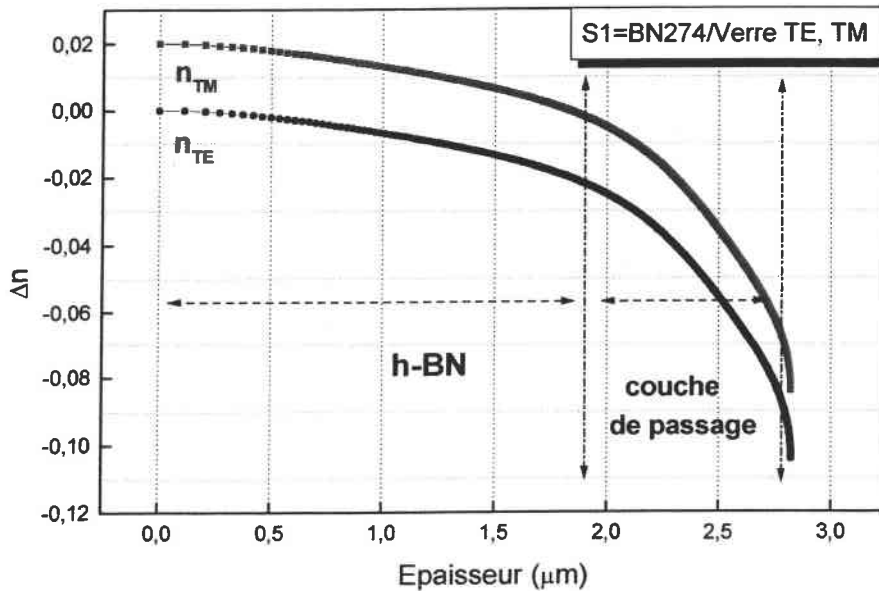
**Tableau (II.4):** Comparaison des valeurs des indices effectifs  $N_m$  théoriques et expérimentales de l'échantillon S1

On constate que l'écart,  $\Delta N_m$ , entre  $N_{m \text{ exp}}$  et  $N_{m \text{ the}}$  est supérieur à  $10^{-4}$  notamment pour les modes guidés d'ordre faible. Cette observation laisse supposer que la couche du BN - S1 ne présente pas une structure guidante rigoureusement à saut d'indice. En effet, il est connu que pour une structure à saut d'indice, l'écart entre les valeurs des indices effectifs mesurées et celle calculées ne devrait pas excéder  $10^{-4}$ .

En somme, nous pouvons déduire que la croissance de la couche de BN - S1 ne s'effectue pas d'une manière optiquement homogène dans la direction perpendiculaire à la surface du substrat. D'où l'intérêt d'étudier le profil d'indice de cette couche.

La figure (II.7) représente le profil d'indice de la couche S1 obtenue en utilisant la méthode iWKB - rappelée dans le premier chapitre.

La variation des indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  en fonction de l'épaisseur se fait d'une manière monotone et décroissante à partir d'une valeur maximale  $n_g$  (l'indice du guide en surface). Ce comportement montre que la couche de h-BN - S1 déposée sur un substrat de verre présente une structure guidante à gradient d'indice - car la frontière entre la partie guidante et le substrat n'est pas rigoureusement bien définie.



**Figure (II.7):** Profil d'indice obtenu par la méthode iWKB de l'échantillon S1 BN/verre.

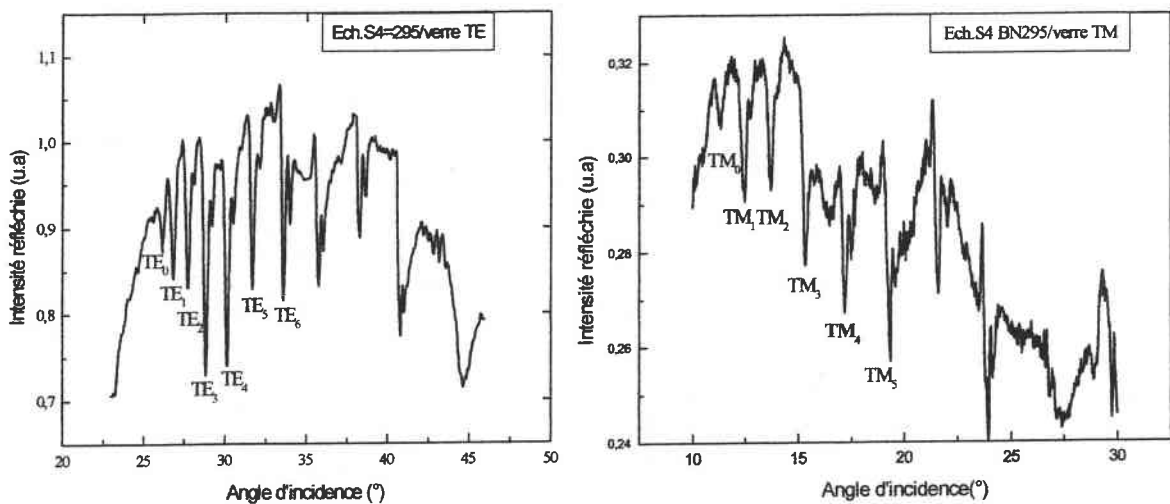
D'autre part, on constate que la croissance de la couche s'effectue en deux étapes: dans un premier temps on a une couche amorphe de BN (couche tampon) qui croît sur le substrat de verre sur une épaisseur de l'ordre de  $0,7 \mu\text{m}$ , et dans un deuxième temps, on a une couche de h-BN relativement homogène d'indice  $n_{TE} = 1,664 \pm 0,008$ ,  $n_{TM} = 1,688 \pm 0,004$  et d'une épaisseur de  $1,78 \pm 0,02 \mu\text{m}$ . Ces valeurs sont comparables à celles rapportées par Boudiombo et *al.* dans la référence [15].

La même étude a été effectuée sur les échantillons S2, S3 et S4. A titre comparatif, nous présentons les résultats obtenus dans le cas de l'échantillon S4.

**II.3.1.1.2 Etude de l'échantillon S4**

Le spectre des modes guidés TE et TM de l'échantillon S4 sont représentés dans la figure (II.8). Plus de six modes guidés ont été excités pour les deux polarisations, avec des creux de réflectivité bien fins. A noter que la largeur à mi-hauteur des creux de réflectivité est généralement associée à l'absorption dans le guide. Par conséquent, on peut s'attendre à avoir des pertes optiques relativement faibles dans le cas de cet échantillon.

Par ailleurs, on observe un doublement de creux de réflectivité. Cela est probablement dû à un problème d'anisotropie optique. Autrement dit, la propagation de la lumière ne s'effectue pas suivant une direction principale de la couche. Cela est d'autant plus vrai que l'orientation de ces couches déposées n'est préalablement pas connue.



**Figure (II.8):** Spectre des modes TE et TM de l'échantillon S4 déposé sur verre par PECVD.

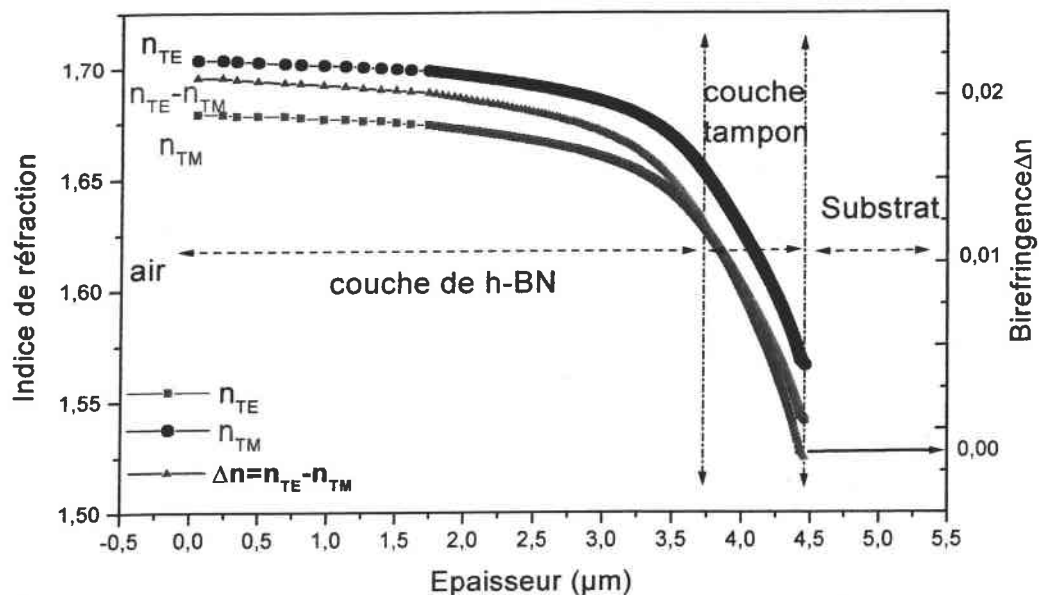
Le tableau (II.5) rapporte les valeurs des indices effectifs TE et TM mesurées et calculées ainsi que leurs écarts respectifs.

Polarisation	Mode (m)	$\theta_m$ (°)	$N_m$ (mesuré)	$N_m$ (calculé)	$\Delta N_m$
TE	0	25.22	1.6899	1.6900	-0.0001
	1	26.16	1.6808	1.6826	-0.0018
	2	26.86	1.6690	1.6703	-0.0013
	3	27.8	1.6552	1.6530	0.0022
	4	28.88	1.6387	1.6306	0.0081

<b>TM</b>	0	11.20	1.6841	1.6842	-0.0001
	1	12.40	1.6684	1.6722	-0.0038
	2	13.76	1.6506	1.6521	-0.0015
	3	15.48	1.6281	1.6237	0.0044
	4	17.32	1.6039	1.5871	0.0168

**Tableau (II.5):** Comparaison des valeurs des indices effectifs  $N_m$  théoriques et expérimentaux de l'échantillon BN 295 déposé sur verre.

On remarque que l'écart  $\Delta N_m$  est de l'ordre de  $10^{-3}$  ( $\Delta N_m > 10^{-4}$ ). Par conséquent, de la même manière que l'étude précédente, on peut déduire que l'échantillon S4 se comporte comme un guide à gradient d'indice. Pour confirmer cette hypothèse, nous avons reconstruit les profils d'indices par la méthode iWKB, comme le montre la figure (II.9).



**Figure (II.9):** Profils d'indices obtenus par la méthode iWKB de l'échantillon BN - S4.

L'évolution des deux profils d'indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  en fonction de l'épaisseur met en évidence l'existence d'une couche tampon d'une épaisseur de l'ordre de 0,7  $\mu m$ ; après quoi la croissance du BN se fait d'une manière relativement homogène [16].

A partir des valeurs des indices effectifs mesurés, nous avons calculé les indices en polarisation TE et TM de la couche BN-S4 déposée sur du verre. Ils ont pour valeurs:  $n_{TE} = 1.675 \pm 0.004$  et  $n_{TM} = 1.695 \pm 0.008$  à 0,63  $\mu m$ . Ces valeurs d'indices de réfraction sont similaires à celles trouvées par Boudimobo, Schubert et *al.* [17,18].



Concernant les échantillons S2 et S3, nous avons obtenu des résultats sensiblement semblables à ceux rapportés précédemment sur l'échantillon S4.

On peut conclure, que la croissance des couches de h-BN sur du verre donne des structures guidantes à gradient d'indice. En plus, elle passe par une couche intermédiaire presque amorphe  $\Delta n=0,00$ , et son épaisseur dépend de la durée de dépôt.

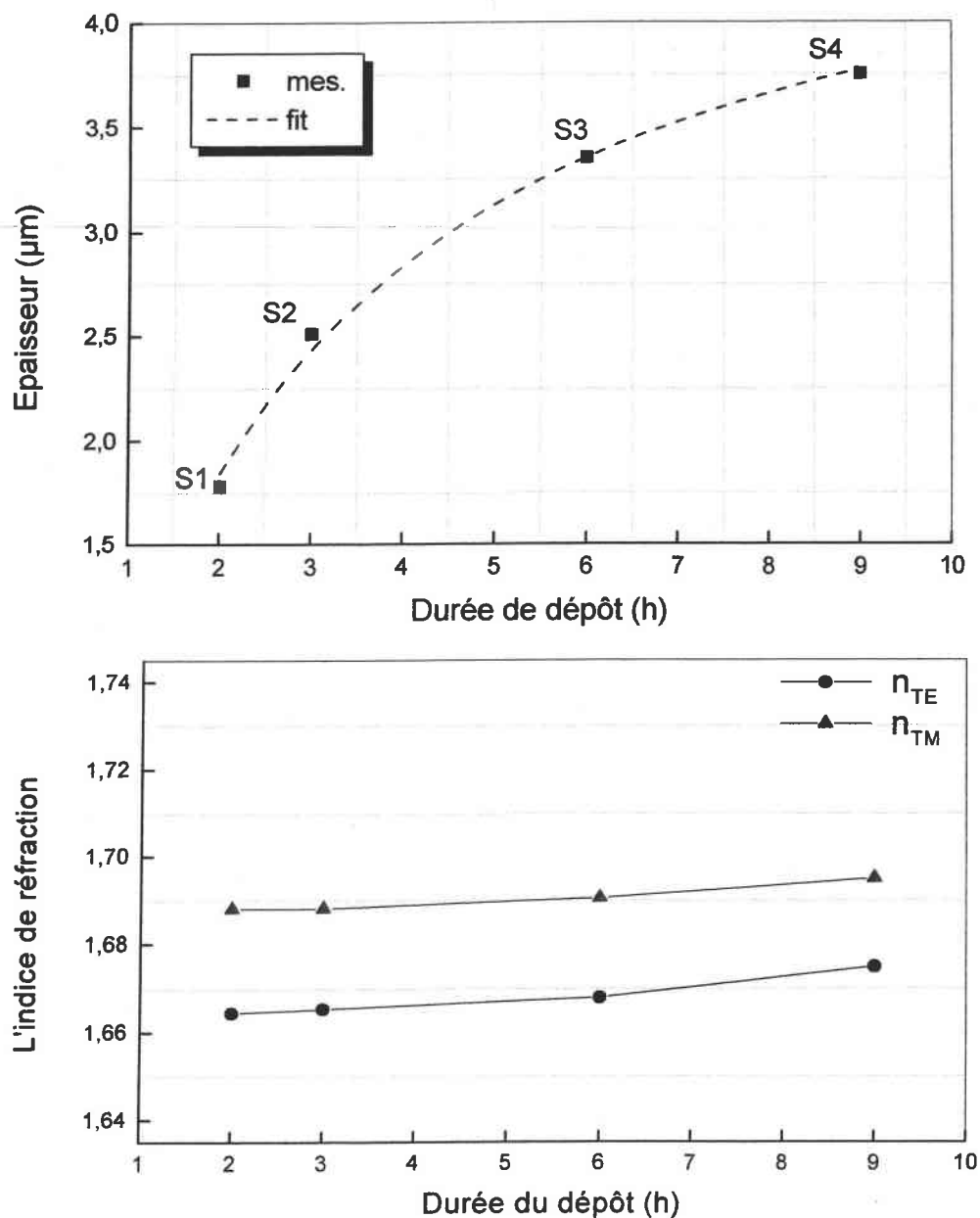
A partir des valeurs des indices effectifs mesurées, nous avons calculé les indices en polarisation TE et TM et l'épaisseur des couches de BN déposées sur du verre. Les résultats sont résumés dans le tableau (II.6).

Echantillons	Substrat	Longueur d'onde $\lambda=628.3\text{nm}$		
		$n_{TE}$	$n_{TM}$	Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )
<b>S1</b>	<b>Verre</b>	$1,664 \pm 0.008$	$1,688 \pm 0.004$	<b><math>1,78 \pm 0.02</math></b>
<b>S2</b>	<b>Verre</b>	$1,665 \pm 0.008$	$1,688 \pm 0.004$	<b><math>2,51 \pm 0.02</math></b>
<b>S3</b>	<b>Verre</b>	$1,668 \pm 0.008$	$1,690 \pm 0.004$	<b><math>3,35 \pm 0.02</math></b>
<b>S4</b>	<b>Verre</b>	$1,675 \pm 0.008$	$1,695 \pm 0.004$	<b><math>3,75 \pm 0.02</math></b>

**Tableau (II.6):** Les paramètres optogéométriques des quatre couches minces de h-BN déposé sur substrat de verre avec différente durée de dépôt, par la technique PECVD.

Les valeurs expérimentales trouvées de l'indice en polarisation TE et TM sont similaires aux valeurs rapportées par J. Boudiombo dans son manuscrit de thèse [17].

La figure (II.10) représente la variation des indices ( $n_{TE}$ ,  $n_{TM}$ ) et l'épaisseur en fonction de la durée du dépôt.



**Figure (II.10):** (a) Variation de l'épaisseur des couches étudiées de BN en fonction de la durée du dépôt.

(b) Variation des indices ordinaire et extraordinaire en fonction de la durée du dépôt.

On remarque que l'épaisseur des couches minces de h-BN déposées sur verre, augmente d'une façon exponentielle en fonction de la durée de dépôt.

Par contre, les indices en polarisation TE et TM ont des valeurs relativement constantes et similaires au cristal massif quand la durée de dépôt est supérieure à 2 heures.

En conclusion, cette étude montre que le dépôt de BN sur des substrats de verre donne des couches inhomogène (à gradient d'indice) dont l'orientation de l'axe optique n'est pas déterminée, et cela quelque soit la durée de dépôt comprise entre 2 et 9 heures. Cela est certainement dû à l'incompatibilité entre la couche de BN et le substrat de verre amorphe ( $n(\text{verre}) = 1,515$ ). En plus les couches déposées sont fortement multimodes à cause notamment de la différence d'indice de réfraction entre la couche de BN (guide) et le substrat (verre). D'une manière générale, ces résultats sont en bon accord avec les conclusions rapportées par différents auteurs - comme indiqué ci-dessus.

### II.3.2 Etude en fonction de la puissance de plasma

#### II.3.2.1 Condition de dépôt

Trois échantillons ont été préparés avec les mêmes paramètres de dépôt sauf la puissance du plasma qui varie entre 300 et 700 W. La température de BDMA a été fixée à 37°C, et la pression du réacteur à 0.2 Torr. A noter que la durée du dépôt reste relativement faible.

Les paramètres de dépôt sont rapportés dans le tableau (II.7) suivant :

Conditions de dépôt	Échantillons		
	Ech.1 BN342	Ech. 2 BN343	Ech. 3 BN345
Substrat	verre	Verre	Verre
Durée de dépôt (h)	5	2	5
Puissance du Plasma (W)	300	500	700
Flux d'Argon (Ar) cm <sup>3</sup> /mn	100	100	100
Flux de Nitrogène (N <sub>2</sub> ) cm <sup>3</sup> /min	20	20	20
Température de Substrat °C	350	350	350

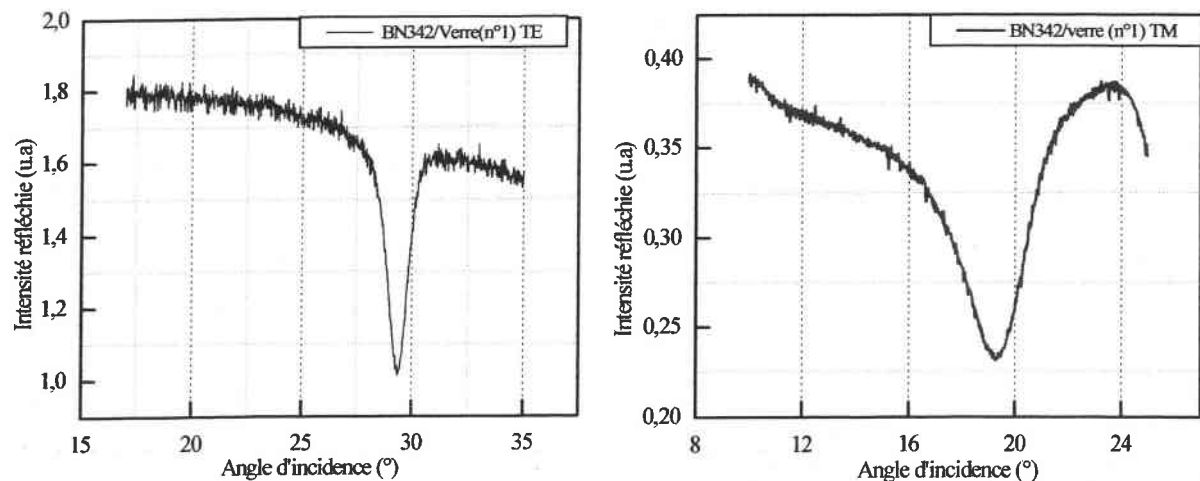
**Tableau (II.7):** Les paramètres de dépôt des films minces de h-BN déposés par PECVD.

### II.3.2.2 Caractérisation optique

L'étude des propriétés optiques de ces trois couches a été réalisée en utilisant la spectroscopie des lignes noires (@ 632 nm). Dans cette partie du travail, nous nous attachons principalement à étudier l'anisotropie optique des couches obtenues afin de déterminer l'orientation de leurs axes. On considère le cas d'un guide d'onde ( $n_o$ ,  $n_e$ ,  $e$ ) entouré par deux couches homogènes et isotropes  $n_a$  et  $n_s$ .

#### Etude de l'échantillon BN342

Les spectres de modes guidés en polarisation TE et TM sont rapportés dans la figure (II.11)). On remarque qu'il y a un seul mode guidé avec un creux de réflectivité large en polarisation TM, ce qui indique des pertes optiques relativement élevées.



**Figure (II.11):** Spectres de modes guidés en polarisation TE et TM de l'échantillon BN342

A partir de la position angulaire de ces deux spectres de modes guidés en polarisation TE et TM, on détermine les indices effectifs.

Cependant, la détermination des indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  et l'épaisseur de la couche demande la connaissance d'au moins deux indices effectifs (excitation de deux modes guidés). C'est la raison pour laquelle, nous avons d'abord mesuré l'épaisseur de la couche en utilisant la spectroscopie infrarouge (IR). La valeur trouvée a été utilisée, par la suite, avec l'équation de

dispersion pour déterminer les indices de réfraction. Cette procédure a été appliquée pour les trois couches étudiées.

En remplaçant les valeurs des indices effectifs dans l'équation de dispersion (I.29) indiquée au chapitre I, on peut déduire les paramètres optogéométriques de la couches de h-BN342:

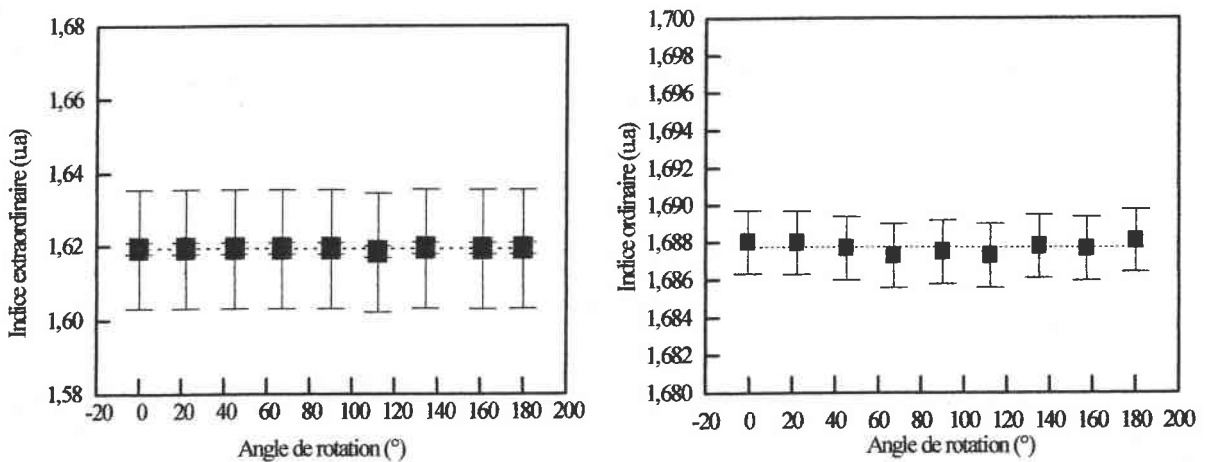
l'indice en polarisation TM est  $n_{TM} = 1.688 \pm 0.008$ , l'indice en polarisation TE est  $n_{TE} = 1.619 \pm 0.004$ , et l'épaisseur de la couche est  $e = 0.67 \pm 0.02 \mu\text{m}$ .

Ces valeurs d'indices sont du même ordre de grandeur que celles trouvées pour l'échantillon S1.

L'étude de l'anisotropie de l'échantillon BN342 a été faite, en le faisant tourner à la base du prisme d'un angle  $\theta$  entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$  avec un pas de  $20^\circ$ .

La figure (II.12) présente la variation de l'indice en polarisation TE et TM en fonction de la variation de l'angle  $\theta$ . Elle montre que les positions angulaires qui sont liées aux indices ordinaire et extraordinaire de la couche guidante demeurent inchangées en fonction de  $\theta$  quelle que soit la polarisation utilisée.

Donc, on peut conclure que l'orientation de l'axe optique de la couche BN342 ( $n^\circ 1$ ) est perpendiculaire au substrat ( $c \perp Z$ ).



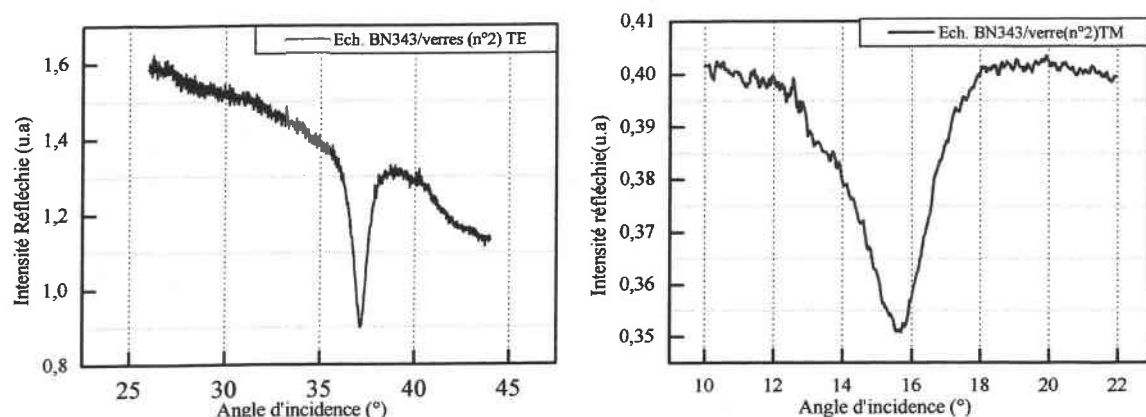
**Figure (II.12):** Variation de l'indice ordinaire et extraordinaire de l'échantillon n°1 h-BN342 en fonction de la variation de l'angle de rotation.

Dans ces conditions, l'indice de réfraction mesuré en utilisant la polarisation TE correspond à l'indice ordinaire  $n_o$  et celui mesuré en TM correspond à l'indice extraordinianire  $n_e$ .

Par conséquent, la couche de BN déposée est optiquement uniaxe positif avec une biréfringence de l'ordre de 0.07.

### Etude de l'échantillon BN343

La même étude a été réalisée sur l'échantillon n°2 BN343. Les spectres de réflectivité en polarisation TE et TM sont représentés dans la figure (II.13). Un seul mode guidé a été excité pour les deux polarisations avec un large creux de réflectivité en polarisation TM.



**Figure (II.13):** Spectre du mode guidé en polarisation TE et TM de l'échantillon (2) BN 343.

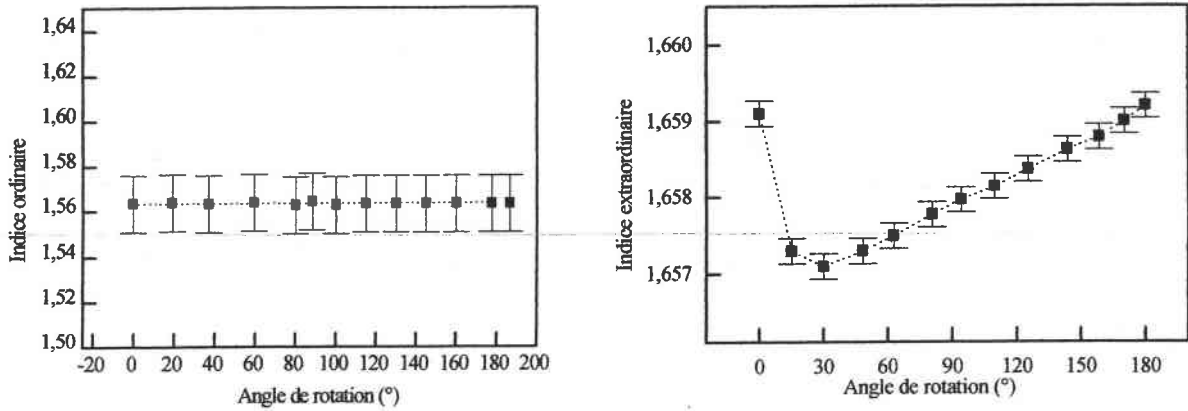
A partir de ces spectres de modes guidés (fig.II.13), on peut déduire les paramètres optogéométriques de la couche h-BN343 déposée sur du verre.

L'indice en polarisation TE est  $n_{TE} = 1.564 \pm 0.008$ , l'indice en polarisation TM est  $n_{TM} = 1.659 \pm 0.004$ , et l'épaisseur de la couche est  $e = 1.69 \pm 0.02 \mu\text{m}$ .

On note une légère décroissance des indices de réfraction par rapport aux valeurs trouvées pour le premier échantillon.

A noter que, pour effectuer ces calculs, nous avons utilisé comme première approche le modèle d'une structure guidante à trois couches, homogène et bien orientée qui permet la propagation de modes TE et TM séparément. Par conséquent, les valeurs des indices et de l'épaisseur trouvées sont probablement surestimées. Il faut les prendre avec précaution.

L'étude de l'anisotropie optique de l'échantillon BN343 montre que l'indice en polarisation TE ( $n_{TE}$  - dans le plan) reste inchangé, par contre l'indice en polarisation TM ( $n_{TM}$  - perpendiculaire au plan) varie en fonction de l'angle d'incidence et il passe par un minimum au voisinage de  $30^\circ$ , comme le montre la figure (II.14).

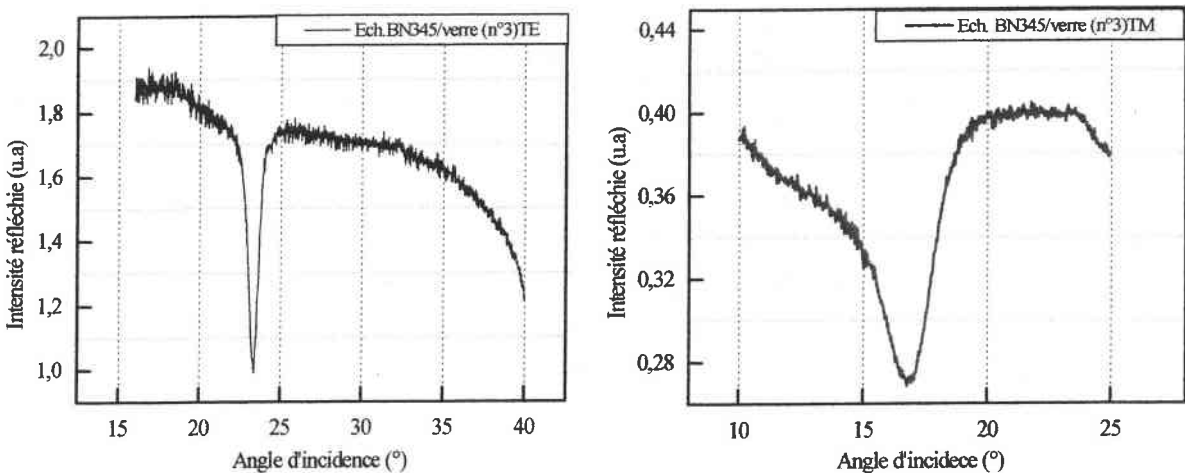


**Figure (II.14):** Variation de l'indice ordinaire et extraordinaire de l'échantillon n°2 h-BN343 en fonction de la variation de l'angle d'incidence.

A partir de ce résultat on peut déduire que l'axe optique  $\xi$  de la couche BN343 (n°2) est incliné par rapport à la normale au substrat. La détermination de l'angle d'inclinaison et des indices ordinaire ( $n_o$ ) et extraordinaire ( $n_e$ ) peuvent être effectuées en utilisant le modèle d'une couche mince anisotrope développé par Flory *et al.* [19].

### Etude de l'échantillon BN345

Enfin, la même étude a été réalisée sur l'échantillon n°3 BN345. Les spectres de réflectivité en polarisation TE et TM sont donnés sur la figure (II.15). On remarque que le creux de réflectivité est bien fin en polarisation TE, ce qui indique un bon confinement local de la lumière dans le guide. Par contre il est plus large en polarisation TM - similairement aux deux résultats précédents.



**Figure (II.15):** Spectre du mode guidé en polarisation TE et TM de l'échantillon 3 BN 345.

A partir des spectres de modes guidés en polarisations TE et TM (fig.II.15), on peut déduire les paramètres optogéométriques de la couche h-BN345 déposée sur du verre.

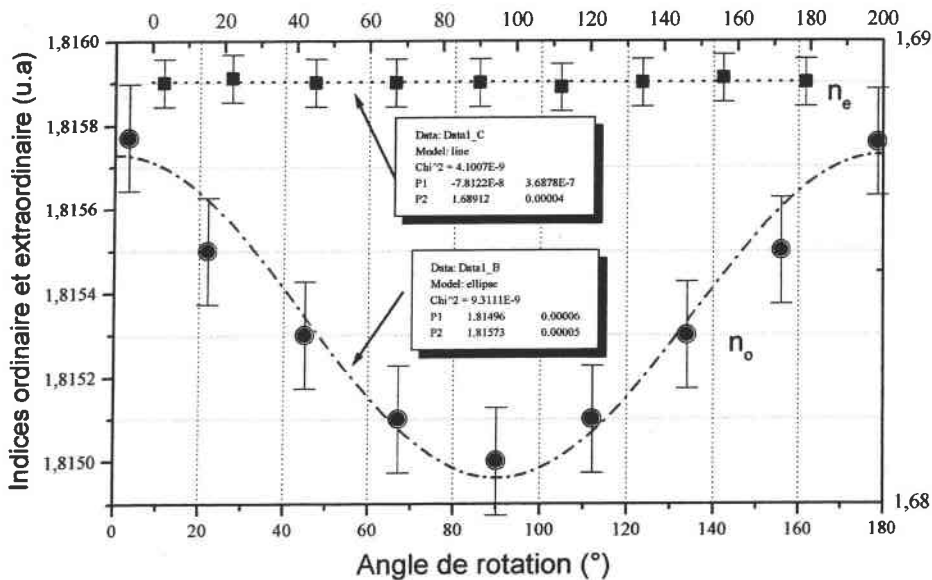
Ces paramètres optogéométriques sont:  $n_{TE} = 1.815 \pm 0.008$ ,  $n_{TM} = 1.689 \pm 0.004$ , et  $e = 0.40 \pm 0.02 \mu\text{m}$ .

L'étude de l'anisotropie de la troisième couche BN345 montre que l'indice  $n_{TM}$  demeure inchangé en polarisation TM. Par contre, en polarisation TE l'indice de réfraction  $n_{TE}$  varie en fonction de l'angle de rotation  $\theta$  et il passe par un minimum à  $90^\circ$ , comme nous le montre la figure (II.16). Cette dernière peut être ajustée par la relation (II.1) qui donne les indices de réfraction de la couche étudiée:

$$n = \frac{n_o n_e}{(n_o^2 \sin^2 \theta + n_e^2 \cos^2 \theta)^{1/2}} \quad \text{u(II.1)}$$

$n_o, n_e$  sont les indices ordinaire et extraordinaire.

$\theta$  : est l'angle que fait le vecteur d'onde  $k$  avec l'axe optique.



**Fig. (II.16):** Variation de l'indice ordinaire et extraordinaire de l'échantillon n°3 h-BN345 en fonction de la variation de l'angle de rotation.

A partir de ces résultats on peut déduire que l'axe optique de la couche n°3 de BN345 est parallèle(c // Z) au substrat de verre.



Pour confirmer les résultats d'anisotropie obtenus par la spectroscopie des lignes noires, des études de l'orientation de l'axe optique ont été effectuées en utilisant la spectroscopie infrarouge (IR).

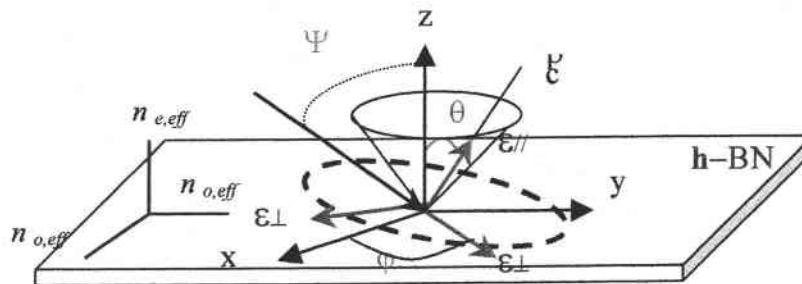
### II.3.2.3 Caractérisation structurale et morphologique

#### II.3.2.3.1 Détermination de l'orientation de l'axe optique par spectroscopie infrarouge

Les résultats infrarouges que l'on va présenter ont été réalisés en collaboration avec A.Soltani, P. Thevenin, et A. Bath au laboratoire MOPS.

Pour déterminer l'orientation de l'axe optique des cristallites de h-BN, nous avons utilisé une méthode simple dont le principe a été utilisé en ellipsométrie IR par Schubert et al. [18]. En effet, lors des mesures IR effectuées sous incidence oblique, les modes LO (longitudinal optique) et TO (transverse optique) excités ne se déplacent pas en fréquence lorsqu'on tourne l'échantillon autour de son support incliné (isotrope dans le plan). Aussi, ces modes (TO et LO) ne varient pas de façon similaire suivant l'orientation de l'axe optique. Le modèle adopté est donc celui d'un axe incliné contenu dans un cône (figure II.17) de façon à garder une isotropie par rapport à la normale à de l'échantillon.

L'origine physique de l'inclinaison  $\theta$  de l'axe optique réside uniquement dans l'intensité du champ électrique qui règne au niveau du porte-substrats (ddp entre porte-substrat et plasma). En effet, le réacteur ayant une symétrie cylindrique, le champ électrique reste toujours perpendiculaire aux substrats au cours du dépôt, seul son intensité change en fonction des conditions expérimentales [20].



**Figure (II.17):** Représentation de l'orientation de l'axe optique avec z la normale à la surface de l'échantillon,  $\theta$  est l'angle entre z et l'axe optique  $\xi$  de la cristallite hexagonale et  $\Psi$  l'angle d'incidence.

Cependant, suivant le dépôt considéré, l'observation des modes excités en IR en incidence oblique, peut donner lieu à des résultats différents: apparition ou non des modes  $LO_{\perp}$  et  $TO_{//}$ . Grâce au modèle de la fonction diélectrique effective [20], applicable à un milieu uniaxe, nous avons pu interpréter l'ensemble de nos spectres. Le film est décrit par une fonction diélectrique effective dans laquelle intervient l'angle  $\theta$ , décrivant l'orientation moyenne des axes "c" des cristallites par rapport à la normale au film (cf. figure II.17), mais avec une projection dans le plan isotrope.

Les permittivités classiques de Lorentz constituent le point de départ de la nouvelle fonction diélectrique[18]:

$$\epsilon_j = \epsilon_{0j} \frac{\omega_{LOj}^2}{\omega^2 - \omega_{LOj}^2} + \epsilon_{0j} \omega_{TOj}^2 \frac{1 - \frac{\omega_{TOj}^2}{\omega^2 - \omega_{LOj}^2}}{\omega^2 - \omega_{TOj}^2 - i\omega\Gamma}$$

Indice  $j = //$  (en dehors du plan) ou  $\perp$  (dans le plan)

Les fonctions diélectriques effectives ordinaire et extraordinaire sont données par [20]:

$$\begin{aligned} - \quad \epsilon_{o,eff} &= \epsilon_{\perp} \left[ \frac{3 + \cos 2\theta}{4} \right] + \epsilon_{//} \left[ \frac{1 - \cos 2\theta}{4} \right] && \text{pour une polarisation TE (S)} \\ - \quad \epsilon_{e,eff} &= \epsilon_{\perp} \sin^2 \theta + \epsilon_{//} \cos^2 \theta && \text{pour une polarisation TM (P)} \end{aligned}$$

Les modes excités en réflexion sont les mêmes que ceux excités en transmission. L'étude théorique des modes excités en réflexion, et la détermination de l'influence de trois orientations particulières a été développée dans la thèse de doctorat de A. Soltani [14].

Ces figures donnent une indication sur le comportement général des films de BN. Les conclusions à retenir et qui nous intéressent particulièrement dans le cadre de cette étude, peuvent être résumées comme suit :

- Les modes LO ne sont jamais activés en polarisation S (TE).
- Le mode  $LO_{//}$  n'est activé en polarisation P (TM) que si  $\vec{E}$  est perpendiculaire à la surface.
- Le mode  $LO_{\perp}$  n'est activé en polarisation P (TM) que si  $\vec{E}$  est parallèle à la surface.
- Par ailleurs, le mode  $TO_{//}$  n'est pas observé quand  $\vec{E}$  est perpendiculaire à la surface.

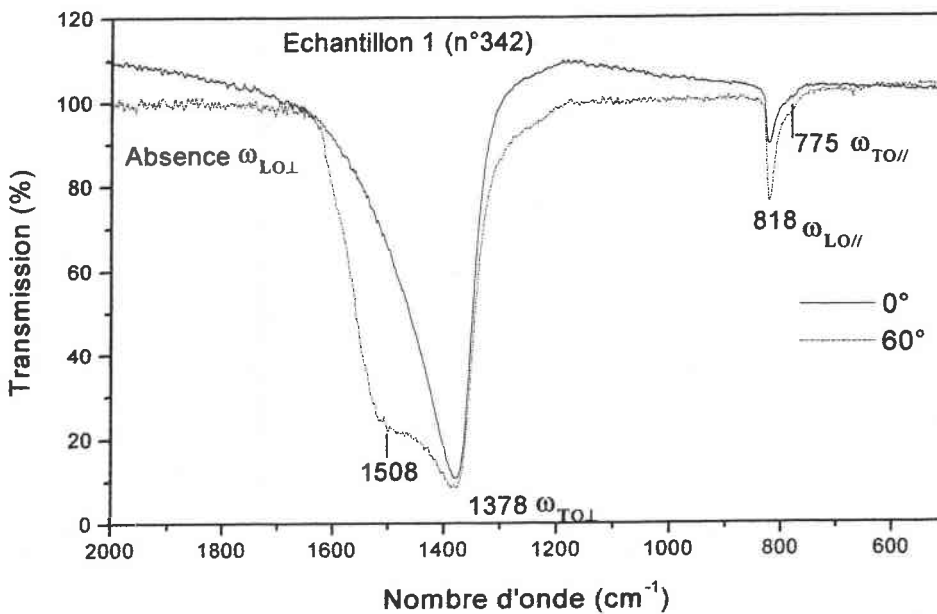
Ces divers comportements nous renseignent sur l'orientation de l'axe optique à partir du type de mode excité pour une polarisation donnée.

**Etude expérimentale des Spectres en Transmission IR à une incidence normale et à une incidence oblique à 60°:**

Le nitrure de bore hexagonal est caractérisé par deux bandes d'absorption en Infrarouge (IR) à des longueurs d'ondes de  $1367\text{ cm}^{-1}$  et  $767\text{ cm}^{-1}$  [21]. Elles correspondent à deux modes transverses optiques, la première bande est dans le plan et la deuxième bande est à l'extérieur du plan de vibration. On peut les référer aux modes  $TO_{\perp}$  et  $TO_{//}$  respectivement. On associe à cela l'existence de deux modes optiques longitudinaux,  $LO_{\perp}$  et  $LO_{//}$  à des longueurs d'ondes de  $1610\text{ cm}^{-1}$  et  $828\text{ cm}^{-1}$  respectivement.

**Spectre de transmission IR de l'échantillon BN342**

Les spectres infrarouges en transmission à une incidence normale et une incidence oblique sont donnés dans la figure (II.18). Nous avons comparé ce spectre de transmission IR, avec le spectre de réflectivité obtenue par A. Soltani [14] sur l'échantillon BN210 déposée sur silicium et verre (qui a la même orientation que BN342). Cela montre qu'on a excité les mêmes modes en réflexion et en transmission. Ce résultat est très important car il montre que la nature du substrat n'influence pas les modes excités.



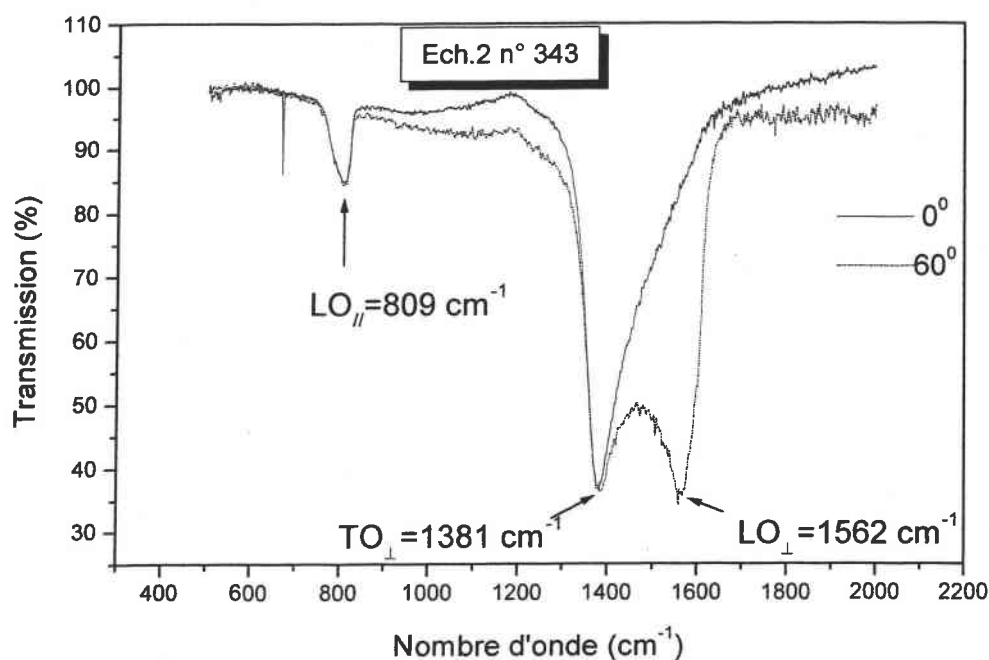
**Figure (II.18):** Spectre de transmission IR à une incidence normale et à 60° de l'échantillon BN342, avec un axe optique perpendiculaire au substrat.

La figure (II.18) montre qu'on a deux modes actifs à une incidence oblique ( $60^\circ$ ):  $\omega_{LO//} = 818 \text{ cm}^{-1}$  qui n'est observable que si l'axe  $\xi$  est perpendiculaire au substrat et  $\omega_{TO\perp} = 1508 \text{ cm}^{-1}$ . Elle montre aussi que le mode  $TO//$  disparaît en incidence oblique, et que le mode  $LO_{\perp}$  est absent quelle que soit la polarisation. Notons que le mode  $LO_{\perp}$  ( $1610 \text{ cm}^{-1}$ ) n'est pas activé quand l'axe optique est normal au substrat.

A partir de ces résultats, on peut conclure que l'axe optique de l'échantillon BN342 est perpendiculaire à la surface du substrat. Cela confirme le résultat précédemment obtenu.

### Etude de l'échantillon BN343

La figure (II.19) montre que les modes  $LO//$  et  $TO_{\perp}$  sont invariants avec l'angle d'incidence. En plus le mode  $LO_{\perp}$  n'est pas excité en incidence normale à  $1562 \text{ cm}^{-1}$ .



**Figure (II.19):** Spectre de transmission IR à une incidence normale et à  $60^\circ$  de l'échantillon BN343, avec un axe optique incliné d'environ  $32^\circ$ .

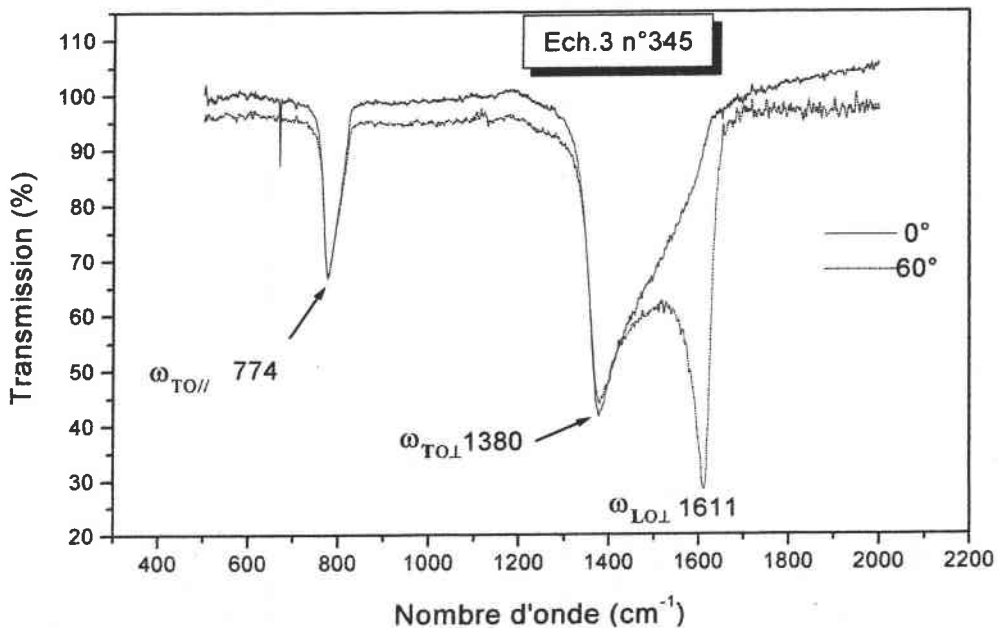
On a une grande absorption du mode  $\omega_{LO\perp} = 1562 \text{ cm}^{-1}$  à une incidence oblique ( $60^\circ$ ), ce qui indique que  $\xi$  n'est pas perpendiculaire au substrat. En plus, on a une faible absorption du mode  $LO// = 809 \text{ cm}^{-1}$  en incidence normale et oblique.

De la même manière, on peut conclure que l'orientation de l'axe optique de l'échantillon BN343 est ni dans le plan ni perpendiculaire au substrat, donc il est incliné par rapport à la normale au substrat.

C'est le cas le plus général, et pour déterminer l'angle d'inclinaison on injecte les fréquences des modes de ces échantillons dans la courbe déduite à partir du modèle de Schubert, que l'on va étudier par la suite.

### Spectre de transmission IR de l'échantillon BN345

La figure (II.20) présente la variation du spectre de transmission infrarouge en fonction du nombre d'onde de la couche BN345.



**Figure (II.20):** Spectre de transmission IR à une incidence normale et à 60° de l'échantillon BN345, avec un axe optique parallèle au substrat

On a une grande absorption du mode  $TO_{//}$ . Il a été excité en incidence normale et oblique à  $\omega_{TO_{//}} = 774 \text{ cm}^{-1}$ . Aussi en incidence oblique, on a excité le mode longitudinal optique  $\omega_{LO_{\perp}}$  à  $1611 \text{ cm}^{-1}$ , que l'on peut très facilement découpler sous polarisation. En polarisation TM (P) et sous incidence oblique, les modes LO ressortent davantage que les modes TO.

A partir de ces résultats on peut conclure que l'orientation de l'axe optique de l'échantillon BN345 est dans le plan du substrat ( $c // Z$ ).

### Modèle de Schubert

Dans le cas général, pour déterminer l'angle d'inclinaison deux méthodes ont été employées. La première méthode consiste à calculer, à partir du spectre mesuré en réflexion sous incidence quasi-normale ( $12^\circ$ ), les constantes optiques du film mince au moyen de la méthode classique de Kramers-Krönig. La deuxième méthode consiste à calculer ces mêmes constantes optiques au moyen des courbes mesurées en transmission, en incidence normale et en réflexion en incidence quasi-normale. On obtient deux équations (R et T) à deux inconnues (n et k) dont la résolution se fait numériquement au moyen de la méthode de Raphson-Newton [14].

La permittivité complexe  $\epsilon$  déduite de ces deux méthodes donne des valeurs comparables. Ces données injectées dans la permittivité diélectrique effective permettent de calculer la réflectivité théorique du film sous incidence oblique où l'angle du cône  $\theta$  est inconnu. Il nous reste à faire varier ce paramètre  $\theta$  jusqu'à l'ajustement de la courbe expérimentale et de la courbe théorique. Ainsi,  $\theta$  fixé correspond à l'angle que fait l'axe optique avec la normale à l'échantillon.

A partir de ces mesures et selon le modèle développé par Schubert [18] nous pouvons remonter à l'orientation de l'axe optique des couches à étudier. Nous avons calculé la fonction diélectrique pour un milieu anisotrope uniaxe. Elle est présentée dans la figure (II.21). Elle présente la variation des fréquences longitudinales optiques du réseau polycrystalline des couches minces de BN en fonction de l'orientation moyenne de l'axe optique des grains.

◆ Les fréquences des modes transverses optiques  $\omega_{TO}$  sont obtenues à partir de  $\epsilon_{o,eff}$ . Deux fréquences  $\omega_{TO\perp}$  et  $\omega_{TO//}$  sont observées en polarisation TE (S) et TM (P), respectivement dans le plan et en dehors du plan.

◆ Les fréquences des modes longitudinaux optiques  $\omega_{LO}$  sont obtenues à partir de  $\epsilon_{e,eff}$ . Sous incidence oblique, le mode LO optique est absorbé en polarisation incidente P. Dans ce cas, les fréquences des modes  $\omega_{LO//}$  (noté  $\omega_-$ ) et  $\omega_{LO\perp}$  (noté  $\omega_+$ ) dépendent de l'angle au cône  $\theta$  et peuvent être calculées à partir de l'équation suivant [18]:

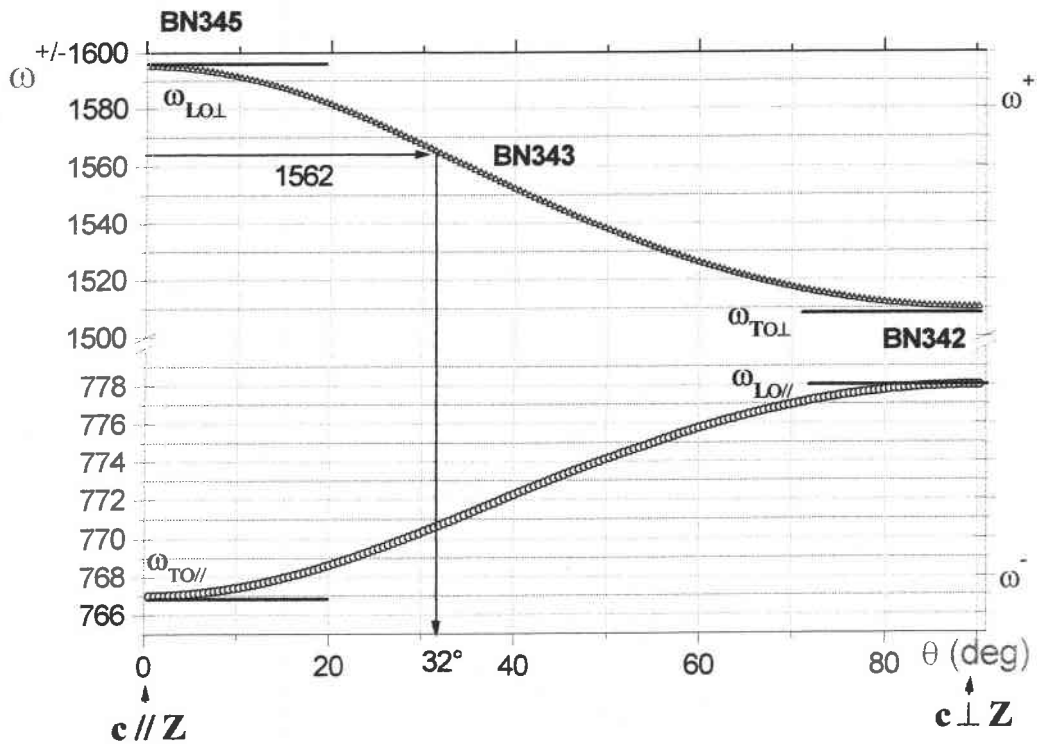
$$\tilde{\omega}_{+/-} = \sqrt{\frac{\alpha \pm \sqrt{\alpha^2 - 4\beta(\epsilon_{o//} \cos 2\theta + \epsilon_{o\perp} \sin 2\theta)} \omega_{LO//}^2 \omega_{TO//}^2 \omega_{LO\perp}^2 \omega_{TO\perp}^2}{2\beta}} \quad (II.2)$$

avec:

$$\alpha = \epsilon_{o//} \omega_{LO\perp}^2 \omega_{TO//}^2 (\omega_{TO\perp}^2 + \omega_{LO//}^2) \cos \theta + \epsilon_{o\perp} \omega_{TO\perp}^2 \omega_{LO//}^2 (\omega_{LO\perp}^2 + \omega_{TO//}^2) \sin \theta \quad (II.3)$$

$$\beta = \epsilon_{o//} \omega_{LO\perp}^2 \omega_{TO//}^2 \cos 2\theta + \epsilon_{o\perp} \omega_{TO\perp}^2 \omega_{LO//}^2 \sin 2\theta$$

Les fonctions  $\omega_{-}$  et  $\omega_{+}$  sont tracées dans la figure (II.22) et permettent par l'observation des fréquences des modes LO d'un film mince d'en déduire la valeur de l'angle  $\theta$  correspondant, d'où l'orientation de l'axe optique.



**Figure (II.21):** Variation des fréquences longitudinales optiques des couches minces de h-BN en fonction de l'orientation moyenne de l'axe optique des grains [18].

L'utilisation des courbes de Schubert constitue un moyen rapide et efficace pour estimer avec une bonne précision l'orientation de l'axe optique de nos couches minces de BN. La projection des fréquences des modes longitudinaux et transverses de nos trois couches de BN dans la figure (II.21) va nous permettre de déterminer l'orientation de leur axe optique. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Echantillons	Incidence oblique		Incidence normale		Axe optique
	$\omega_{LO//}$	$\omega_{TO\perp}$	$\omega_{LO\perp}$	$\omega_{TO//}$	
BN342	818 cm <sup>-1</sup>	1378 cm <sup>-1</sup>	---	775 cm <sup>-1</sup>	$\xi \perp$ au substrat
BN343	809 cm <sup>-1</sup>	1381 cm <sup>-1</sup>	1562 cm <sup>-1</sup>	---	$\xi$ est incliné de 32° par rapport à la normale
BN345	---	1380 cm <sup>-1</sup>	1611 cm <sup>-1</sup>	774 cm <sup>-1</sup>	$\xi //$ au substrat

**Tableau (II.8) :** Détermination de l'orientation de l'axe optique de nos trois couches de BN, après avoir injecté leurs fréquences de modes dans la courbe de Schubert (II.21).

**Conclusion**

Les résultats obtenus à partir de la spectroscopie des lignes noires pour déterminer l'orientation de l'axe optique des couches de BN étudiées, sont en bon accord avec ceux obtenus par la spectroscopie Infrarouge (IR) [22]. Ces résultats sont résumés dans le tableau suivant:

Echantillons	L'orientation de l'axe C	
	IR	Etude optique «m-lines »
S1=342	C $\perp$	C $\perp$
S2=343	C incliné de 32° $\pm$ 3 par rapport à la normale	C incliné $\sim$ 30° $\pm$ 4
S3=345	C //	C //

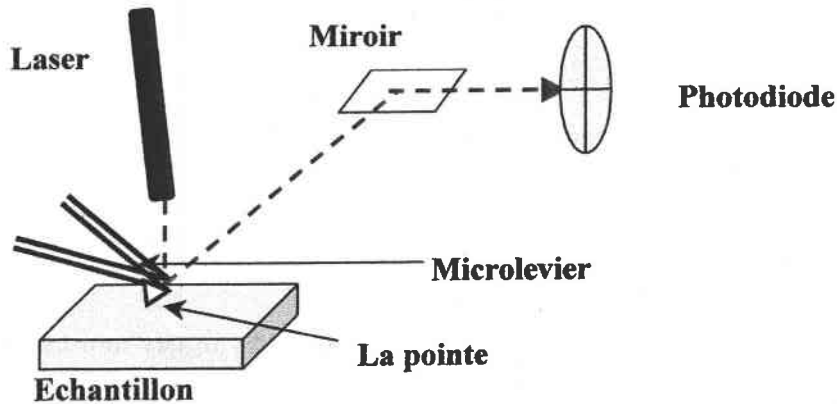
**Tableau (II.9):** Comparaison entre l'étude IR et l'optique guidée des couches minces de h-BN pour la détermination de l'orientation de l'axe optique vis à vis de la normale au substrat.

Enfin, pour avoir des couches de BN bien orientées, il faut utiliser des plasmas avec des puissances faibles ou élevées. Les puissances intermédiaires forment des structures avec un axe optique incliné.



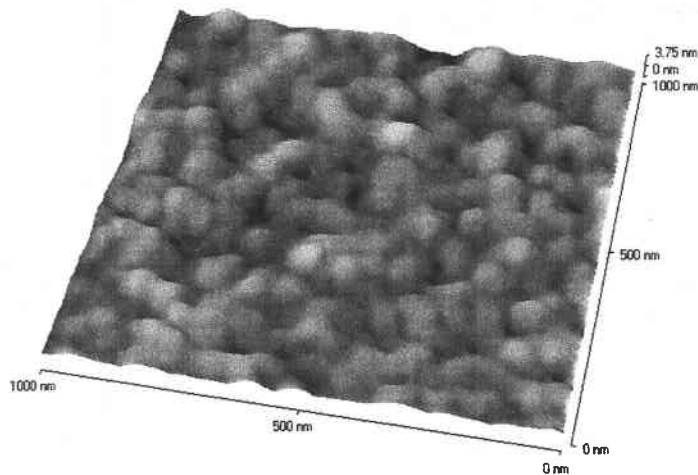
### II.3.2.3.2 Analyse AFM de la surface de h-BN

La figure (II.22.a) donne une représentation schématique du montage AFM. L'analyse de surface de cet échantillon par microscopie à force atomique a été réalisée au service commun de microscopie en champ proche de l'Université de Metz. Cette technique permet de connaître la qualité, l'homogénéité, et la rugosité surfacique d'un matériau.



**Fig.(II.22.a):** Principe du microscope à force atomique. Balayage de la surface de l'échantillon par la pointe qui provoque une déflexion du faisceau laser suite à la réflexion sur le micro levier.

A titre d'exemple, la figure (II.22) montre une image AFM (microscope à force atomique) d'une couche mince de h-BN élaborée au laboratoire par A. Soltani.



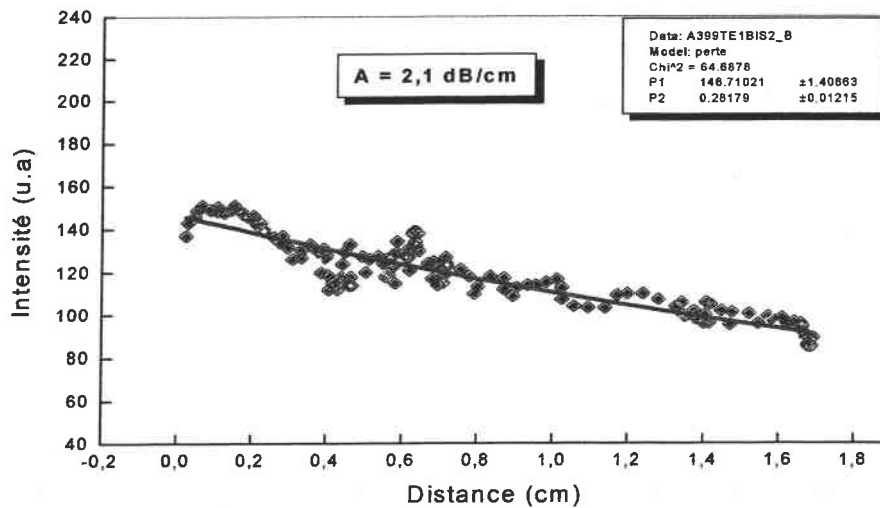
**Figure (II.22.b):** Image AFM de la surface d'une couche de h-BN [thèse Soltani 14]

Elle a une rugosité de surface (RMS), en moyenne égale à 0.43 nm. Cette valeur est relativement faible. Elle indique que les couches minces de BN réalisées par PECVD peuvent présenter des pertes optiques par diffusion faibles, car ces couches sont polycristallines.

### II.3.3 Mesure des pertes optiques

Cette étude a été réalisée en utilisant le montage de la spectroscopie des lignes noires associée à une caméra CCD pour enregistrer la trace de la propagation de la lumière lors de l'excitation de modes guidés. Les détails de cette technique ont été rappelés dans le premier chapitre.

A titre d'exemple, la figure (II.23) représente la variation de l'intensité diffusée en surface en fonction de la distance de propagation dans la couche de h-BN342 pour le mode d'ordre zéro.



**Figure (II.23):** Variation de l'intensité diffusée à la surface de la couche guidante en fonction de la distance de propagation L.

L'ajustement théorique des données expérimentales donne une valeur de pertes optiques de l'ordre de 2 dB/cm. Ce résultat est de bonne augure pour une utilisation pratique des couches de BN en optique intégrée.

## II-4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'étude des propriétés optiques linéaires de couches minces de h-BN déposées par PECVD sur des substrats de verre. Nous avons principalement effectué deux études : l'une en fonction de la durée de dépôt et l'autre en fonction de la puissance du plasma. La première a montré que les couches de h-BN obtenues sont à gradient d'indice et présentent une orientation quelconque de l'axe optique quelque soit la durée du dépôt. En plus, cette étude a mis en évidence que la croissance s'effectue en deux étapes; la première donne une couche intermédiaire, amorphe d'une épaisseur de l'ordre de  $0,7 \mu\text{m}$  et la deuxième, une couche de h-BN qui présente une biréfringence constante, relativement homogène. Enfin, l'ensemble des couches étudiées sont fortement multimodes.

La seconde étude a montré que pour obtenir des couches de h-BN bien orientées (l'axe optique dans ou perpendiculaire au plan) il faut utiliser des puissances de plasma faible ( $< 500 \text{ W}$ ) ou élevées ( $> 500 \text{ W}$ ). Ces résultats ont été confirmés par une étude de l'orientation de l'axe optique en utilisant la spectroscopie IR (infrarouge).

En plus, dans ces conditions les couches réalisées sont monomodes. Cela présente un grand intérêt pour toute utilisation pratique en optique intégrée.

Finalement, nous avons mesuré les pertes optiques en utilisant la technique de la caméra CCD associée au montage de la spectroscopie des lignes noires. Les résultats obtenus révèlent des pertes optiques de l'ordre de  $2 \text{ dB/cm}$ . Cette valeur est relativement faible. Ceci est notamment dû à une faible rugosité de surface qui est de l'ordre de  $0,4 \text{ nm}$ - mesurée par la technique AFM.

L'analyse de l'ensemble de ces résultats montre que pour obtenir des couches minces de h-BN homogènes, il est nécessaire d'utiliser un substrat possédant des paramètres de mailles en accord avec ceux du h-BN pour permettre une croissance 'colonnaire'. En plus, l'orientation optique des couches est déterminée par la puissance du plasma utilisée. Par ailleurs, une durée de dépôt faible permettrait de réaliser des couches monomodes.

Dans ces conditions, nous pourrions envisager l'étude des propriétés électrooptiques (EO) et optiques non linéaires de ces couches guidantes.

## Références

- [1] Diamond Films & Coatings, Developements, Properties, and Applications, ed. R. F. Davis (1993). Voir aussi, C. R. Aita, pp.120, P. K. Lam, R. M. Wentzcovitch & M. L Cohen, pp. 165-192; Mc Kenzie 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] G. Demazeau Rapport de fin de contrat SGDN « Les matériaux ultra-durs: diamant et niture de bore cubique. Nouveaux développements et perspectives à moyen terme » (1991).
- [3] R. H. Wentorf, Journal chem. Phys., 26 (1957) 956.
- [4] S. N. Grinyaev, V. V. Lopatin, Sov. Phys. J. (USA), 35 (1992) 122-126.
- [5] Mohamed Abdou Ajouadi, Thèse de doctorat de l'Université de Paris sud «centre d'Orsay», 1993.
- [6] R. H. Wentorf, J. Chem. Phys. (USA), 36 (1962).
- [7] Synthesis and properties of Boron Nitrides, John. J. Pouch and Samuel. A. Atterovitz, Trans. Tech. Publications, Brookfield, Vermont 1990.
- [8] S. P. S. Arya and A. D'amici, Thin Solid Films 157 (1988) p. 267-282.
- [9] R. L. Finicle. Ind. Res. Dev. 25, 6 (1983) 113-116.
- [10] E. Yamagauchi, pp. 329-352, dans « synthesis and properties of Boron Nitride », Mat. Sci. Forum 54/55 ed. J. J. Pouch & S. A. Alterovitz, Trans. Tech. Pub. (1990).
- [11] H. A. Macleod, SPIE 325, Optical Thin Films, 21 (1982).
- [12] A. Bath, P. J. Van der Put, J. G. Becht, and J. Schoonman, J. Appl. Phys. 70 (8) (1991), p. 4366.
- [13] A. Bath et al. Thin Solid Films, 241 (1994) 278.
- [14] Ali Soltani, Thèse de doctorat de l'Université de Metz, 2001.

- [15] J. Boudiombo, O. Baher, A. Boudrioua, P. Thévenin, J. C. Loulergue, and A. bath, *Mat. Sci. Engine.* B46, 96 (1997).
- [16] J. Boudiombo, A. Boudrioua, J. C. Loulergue, S. Malhouitre, J. Machet, *J. Optical Materials*, 10 (1998), pp. 143-153.
- [17] J. Boudiombo, Thèse de doctorat de l'Université de Metz, 1998.
- [18] M. Schubert, B. Rheinländer, E. Franke, H. Neumann et al. *Appl. Phys. Lett.*, 70, (1997) 1819.
- Voir aussi : E. Franke, M. Schubert, H. Neumann, T. E. Tiwald, D. Thompson, J. A. Woollam, J. Hahn, F. Richter, *J. Appl. Phys.*, 82 (6) (1997), 2906-2911.
- [19] F. R. Flory (Ed.) et *al.*, *Thin Films for Optical systems*, (M. Dekker Inc., 1996).
- [20] A. Soltani, P. Thévenin, A. Bath, *Diamond and Related Materials*, 10 (2001) 1369-1374.
- [21] D. R. Mckenzie, W. G. Sainty, D. Green, in *Synthesis and Properties of Boron Nitride*, *Mat. Science Forum* 54&55, edited by J. J Pouch and S. A. Alterovitz, Trans Tech publications, Zurich, Switzerland (1990) 201.
- D. M. Hoffman, G. L. Doll, P. C. Eklund, *Physical Review B* 10 (1984) 6050-6056.
- [22] A. EL-Yadouni, A. Soltani, P. Thévenin, A. Boudrioua, A. Bath, J. C. Loulergue, *Optical Materials*, 17 (2001) 319-322.

# CHAPITRE III : CARACTERISATION OPTIQUE DE COUCHES MINCES D'OXYDE DE ZINC DEPOSEES PAR MOCVD

<b>III.1 Généralités sur le ZnO</b> .....	69
III.1.1 Introduction.....	69
III.1.2 Domaine d'utilisation.....	70
<b>III.2 Elaboration des couches minces du ZnO par la technique MOCVD</b> .....	71
<b>III 3 Etude de couches minces de ZnO pour l'optique intégrée</b> .....	75
III.3.1 Préparations des échantillons.....	75
III.3.2 Etude structurale et morphologique.....	76
Spectre de Rayon-x.....	76
Spectroscopie Raman.....	77
Spectroscopie Micro-Raman.....	78
Analyse de la surface du film de ZnO par AFM.....	79
III.3.3 Caractérisation optique.....	80
a- Spectre de Transmission.....	80
b- Caractérisation optique guidée.....	83
c- Profils d'indice.....	88
d- Etude de l'anisotropie.....	91
III.3.4 Mesure des pertes optiques par diffusion.....	93
III.3.4.1 Les pertes à 632.8 nm.....	93
III.3.4.2 Les pertes à 1550 nm.....	94
<b>III.4 Conclusion</b> .....	96
<b>Références</b> .....	97

## Chapitre III



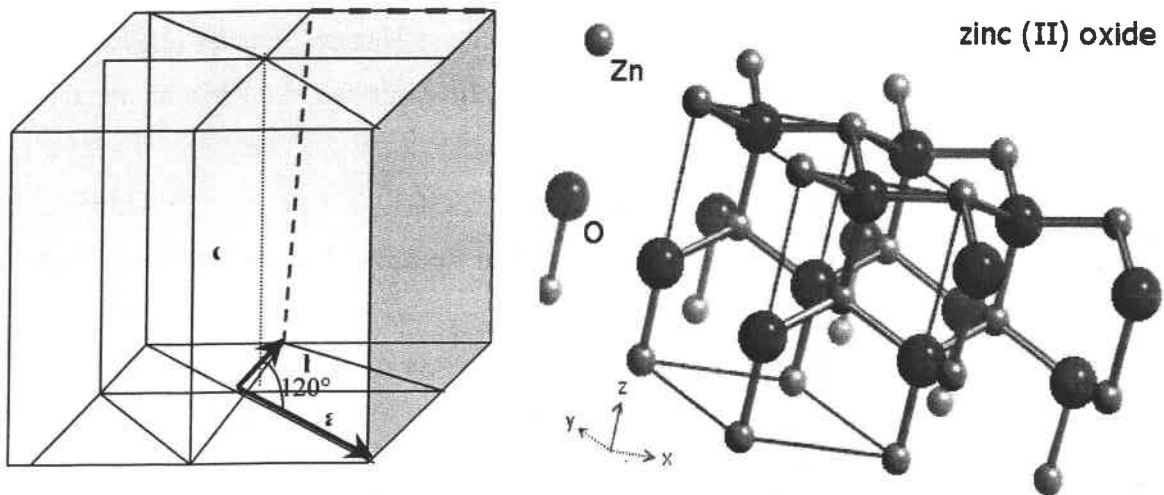
Caractérisation optique de  
couches minces d'oxyde de zinc  
(ZnO) déposées par MOCVD

## Caractérisation optique de couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) déposées par MOCVD

### III.1 Généralités sur l'oxyde de zinc (ZnO)

#### III.1.1 Introduction

Le ZnO est un semi-conducteur II-VI à gap direct. Il possède une largeur de bande interdite à 300K de 3.37 eV. Il cristallise dans une structure hexagonale de symétrie 6 mm. La figure (III.1) donne une représentation de la maille élémentaire d'un tel cristal.



**Figure (III.1):** maille élémentaire du réseau hexagonal et la structure cristallographique du ZnO.

Les paramètres de cette maille ont pour valeur:

$$a = b = 3.24 \text{ \AA}$$

$$c = 5.19 \text{ \AA}$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

$$\gamma = 120^\circ$$

La densité de cet oxyde est de  $5.66 \text{ g/cm}^3$ .



Le ZnO est un matériau qui a des propriétés optiques linéaires et non linéaires très intéressantes. Sous forme de couches minces, il est utilisé dans de nombreuses applications et notamment dans les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) [3,4].

De plus, le ZnO est un composé déjà largement utilisé en tant que transducteur ainsi que dans des dispositifs optoélectroniques comme par exemple modulateur électro-optique [5].

L'oxyde de zinc est un matériau intéressant pour les guides d'ondes optiques en raison de sa transparence dans la gamme spectrale allant de 0.4 à 2  $\mu\text{m}$  (visible-IR). Il présente l'effet EO (Pockels) [6]. Il est piézoélectrique et a des coefficients de polarisation non-linéaire importants. Il peut également être dopé pour devenir un excellent photoconducteur. Il est naturellement type n et peut-être surdopé pour encore diminuer sa résistivité.

### III.1.2 Domaine d'utilisation

Les couches minces de ZnO, avec des caractéristiques appropriées, sont utilisées comme fenêtre transparente conductrice et comme couche de mémoire tampon pour les piles solaires [7]. La stabilité, et l'énergie de liaison élevée de l'exciton ont fait du ZnO un matériau prometteur pour les applications en laser bleu et UV [8].

Au plan international, l'activité des semi-conducteurs II-VI à large bande interdite s'est concentrée au début des années 90 essentiellement autour de ZnSe et de ses hétérostructures en vue de la réalisation des sources laser émettent dans le bleu. Depuis quelques années, on assiste à un renouveau d'activité autour de ZnS pour la détection UV.

Ces familles de matériaux présentent une spécificité par rapport aux semi-conducteurs III-V, à savoir de grandes énergies de liaison excitonique, ce qui les rend intéressants pour l'optique visible-proche UV ainsi que pour des études physiques en microcavité par exemple.

ZnO connaît aussi un regain d'intérêt. Ses propriétés sont très analogues à celles de GaN (gap à 3,4 eV, structure wurtzite avec champ électrique interne très élevé, bonne dureté. ZnO est un candidat potentiel pour l'émission dans le proche UV et comme substrat pour l'épitaxie de GaN avec lequel il présente un faible désaccord de maille [9].

Nous exposerons dans ce chapitre les propriétés structurales et optiques linéaires de couches minces d'oxyde zinc (ZnO) élaborées par épitaxie en phase vapeur par pyrolyse d'organométalliques (MOCVD). Elles ont été réalisées au laboratoire de Physique du Solide et de Cristallographie (CNRS-LPSC) par Mr. Vincent Sallet.

Nous présenterons tout d'abord le principe de la méthode de fabrication MOCVD utilisée pour l'élaboration des échantillons. Par la suite nous développerons les résultats expérimentaux obtenus, suivis de leur interprétation.

### **III.2 Elaboration des couches minces de ZnO par la technique MOCVD**

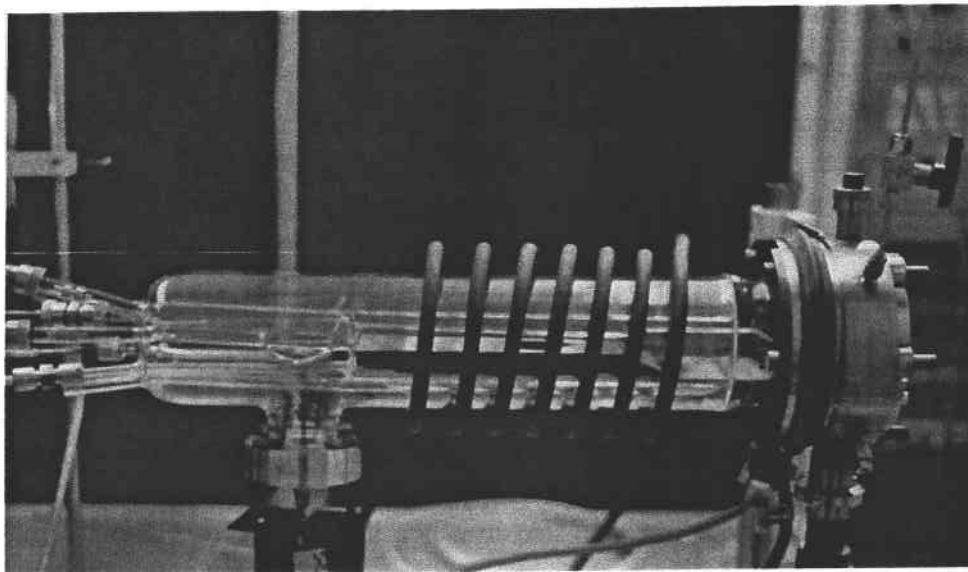
La technique MOCVD (Organometallic Chemical Vapor Deposition) est l'épitaxie en phase vapeur par pyrolyse de composés organométalliques. Ces espèces organométalliques sont transportées par un gaz vecteur (hydrogène, hélium, azote), puis réagissent et se décomposent au niveau du substrat chauffé. Ce mode de croissance fait intervenir des mécanismes chimiques et réactionnels difficiles à observer, ce qui rend la technique imprévisible lorsque l'on change par exemple les espèces organométalliques. Cependant la MOCVD connaît de nombreux avantages:

- ✧ Croissance de couches monocristallines de grande surface et simultanément sur de nombreux substrats, ce qui rend les procédés industrialisables.
- ✧ Programmation possible pour réaliser des structures complexes.
- ✧ Coût moindre par rapport à l'épitaxie par jets moléculaires (EJM).
- ✧ Bonnes uniformités latérales et en profondeur.

#### Principe de la technique MOCVD

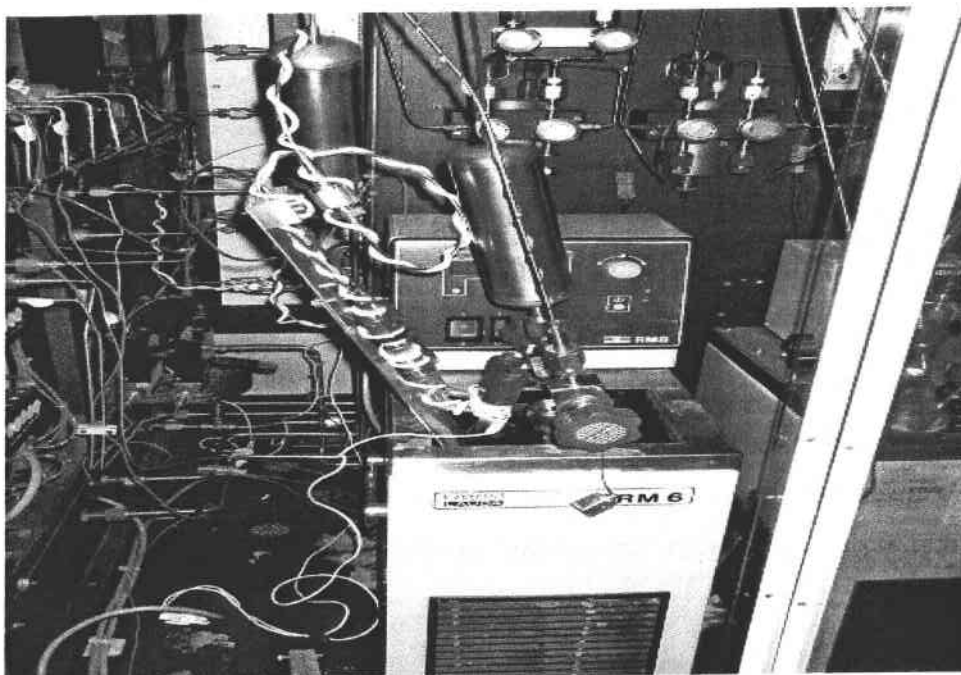
Plusieurs types de réacteurs et plusieurs géométries sont commercialisés; Aixtron propose un réacteur horizontal en silice à substrat rotatif, alors que Emcore a développé un réacteur vertical en acier inox avec substrat tournant à grande vitesse.

Le banc utilisé au laboratoire LPSC de Meudon, est un appareil semi-industriel Quantax 226 MR Semicon. Le réacteur en silice dans lequel se fait le dépôt possède une configuration horizontale (figure III.2). La section d'écoulement des gaz est rectangulaire; elle est entourée d'une enveloppe cylindrique purgée par un flux constant d'hydrogène.



**Figure (III.2) :** Réacteur horizontal en silice dans lequel se fait le dépôt MOCVD

Les conteneurs (bulleurs) d'organométalliques (fig. III.3) sont placés dans des bains thermostatés. L'hydrogène vecteur est purifié par passage à travers une membrane palladium-argent avant d'entrer dans le bulleur. Puis, saturé en espèces organométalliques, il est transporté vers le réacteur grâce à un ensemble de tubulures en acier inox (fig. III.4). Les flux sont contrôlés par des débitmètres massiques.



**Figure (III.3) :** Bulleurs d'organométalliques.

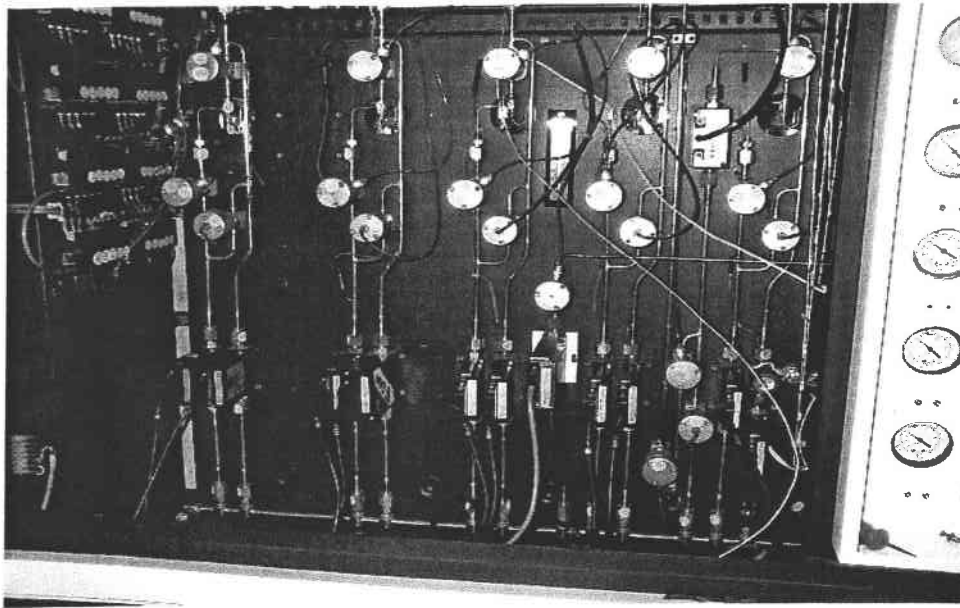


Figure (III.4) : Panneau de gestion des flux gazeux

### Les sources organométalliques

Plusieurs sources d'éléments sont commercialisées sous forme organométallique pour les croissances MOCVD ou CBE (Chemical Beam Epitaxy) de composés II-VI, III-V ou d'oxydes supraconducteurs. De réels progrès sont intervenus dans la synthèse et surtout dans la purification des produits [10].

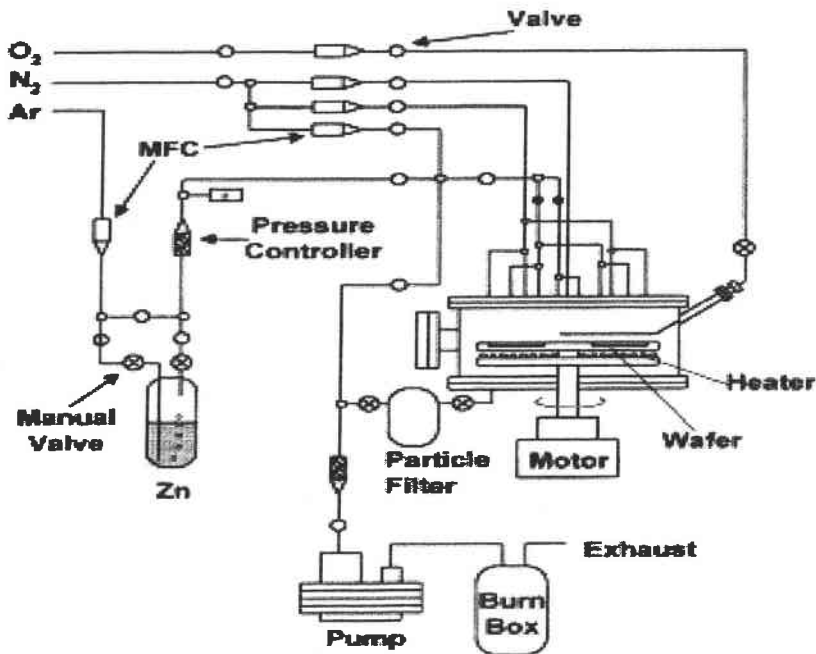


Fig. (III.5): Schéma du diagramme de croissance des couches minces de ZnO par la méthode MOCVD [10].

Le choix du substrat n'est pas simple, car il implique un matériau répondant à l'ensemble des exigences suivantes: qualité cristalline, accord de paramètre de maille, accord de coefficient d'expansion thermique, faible coût et grande surface disponible. Néanmoins, il est généralement assez difficile de trouver un substrat qui répond à toutes ces exigences. Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi le saphir  $\text{Al}_2\text{O}_3$  comme substrat car il présente des paramètres de mailles très proches de ceux de  $\text{ZnO}$  ( $< 15\%$ ).

La technique de dépôt en phase vapeur par organométallique (MOCVD) permet de produire des couches semi-conductrices épitaxiales de haute pureté. Elle se distingue des autres techniques par sa simplicité et son potentiel de production en volume, tout en permettant l'élaboration des structures avec un très bon contrôle de composition. Cela est surtout vrai pour les composés III-V (filiales GaAs et InP): composants optoélectroniques pour les télécoms.

### III.3 Etude de couches minces de ZnO pour l'optique intégrée

L'objectif de ce travail consiste à étudier les propriétés optiques linéaires de couches minces de ZnO déposées par MOCVD sur des substrat de saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Nous nous intéresserons, particulièrement à l'influence de l'orientation du substrat sur les caractéristiques des couches obtenues.

Le saphir est un cristal uniaxe, qui appartient au groupe d'espace Trigonal à symétrie Rhomboédrique ( $R3c$ ). Les indices de réfraction du saphir sont :  $n_o=1.7654$  et  $n_e=1.7575$  à une longueur d'onde de 632,8 nm.

#### III.3.1 Préparations des échantillons

Les couches de ZnO ont été déposées à pression atmosphérique et à une température de l'ordre de 420°C dans un réacteur MOCVD horizontal (M. Semicon 102) commercialisé. Le Diethylzinc (DEZn) et le Tertiarybutanol sont respectivement utilisés comme source de zinc et d'oxygène. Le gaz porteur est l'hydrogène.

Les paramètres de dépôt sont regroupés dans le tableau (III.1). L'orientation du substrat est un paramètre très important pour la détermination de l'orientation de l'axe optique des couches minces de ZnO déposées par la technique MOCVD.

Echa.	Orientation du substrat ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	Température de substrat (Saphir)	Flux total	Pression du Zinc	Pression de t-Butane	Pression totale
ZnO1	$\perp$ (0001)	420	5.5 l/mn	14 Pa	70 Pa	Atm.
ZnO(A)	// (1000)	420	5.5 l/mn	14 Pa	70 Pa	Atm.
ZnO(R)	Incliné (0112)	420	5.5 l/mn	14 Pa	70 Pa	Atm.

**Tableau (III.1):** conditions de dépôt des couches minces de ZnO déposées sur du saphir par la méthode MOCVD (Laboratoire LPSC de Meudon)

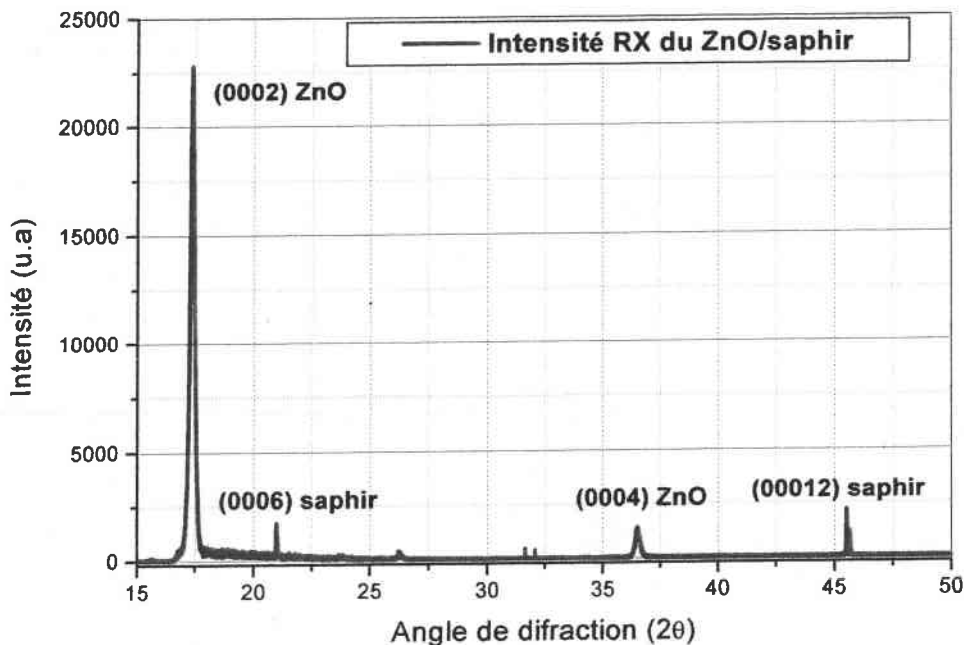
### III.3.2 Etude structurale et morphologique

Dans cette partie, nous allons nous intéresser plus particulièrement à l'étude de l'échantillon ZnO1.

#### Spectre de Rayon-x

Pour étudier la qualité structurale de couche de ZnO1 déposée, nous avons utilisé la diffraction de rayon X. Le spectre XRD de la figure (III.6) représente la variation de l'intensité en fonction de l'angle de diffraction.

On observe qu'il y a un pic dominant de ZnO (0002) à l'angle de diffraction  $\theta = 17.4^\circ$ , et un pic moins prononcé de ZnO (0004) à l'angle de diffraction  $\theta = 17.4^\circ$ . Deux crêtes faibles caractéristiques du substrat  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0006) et (00012) sont respectivement observées aux angles de diffraction  $\theta=20.96^\circ$  et  $2\theta=45.51$ . Le paramètre de maille le long de l'axe  $c'$  est extrait à partir de (0002) la valeur d'angle de diffraction  $2\theta = 17.4^\circ$  et il a pour valeur 5,20 Å, ce qui est près du paramètre du massif ( $c(\text{bulk}) = 5,207$ ).



**Figure (III.6):** Spectre de diffraction rayon x du film mince de ZnO1 déposé sur un substrat de saphir (0001) à une température de 420°C.

A partir de ce spectre XRD on peut conclure que la couche mince de ZnO1 déposée sur saphir est monocristalline, et présente une structure hexagonale avec un axe optique orienté perpendiculairement à la surface de la couche.

## Spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman est une technique largement employée pour étudier les modes de vibration d'assemblages atomiques ou moléculaires et notamment de réseaux cristallins.

La diffusion Raman est une diffusion inélastique de photons entraînant un changement de la longueur d'onde de la radiation émise par l'échantillon. Elle correspond à la modulation de la polarisabilité du cristal par les modes de vibrations optiques (pour un vecteur d'onde  $q = 0$ ). Les décalages de fréquences observés entre la fréquence initiale du faisceau incident et les fréquences du spectre de diffusion sont caractéristiques d'une liaison donnée et correspondent aux fréquences de vibration des atomes constitutifs de l'assemblage.

Le spectre Raman du film de ZnO, avec une structure ZnO de wurtzite, appartient au groupe de symétrie de  $C_{6v}$ . La théorie de groupe prévoit deux modes  $A_1$ , deux modes  $E_1$ , deux modes  $E_2$  et deux modes  $B_1$ , c'est à dire les modes optiques potentiels pour ZnO sont comme suit:

$$1 A_1(\text{TO}) + 1 A_1(\text{LO}) + 2B_1 + 1 E_1(\text{LO}) + 2 E_2$$

Parmi eux, deux modes  $B_1$  ne sont pas actifs en Raman, et cinq actifs qui sont observés aux fréquences suivantes [13]:  $E_2(\text{high}) = 437 \text{ cm}^{-1}$ ,  $E_2(\text{low}) = 101 \text{ cm}^{-1}$ ,  $A_1(\text{TO}) = 380 \text{ cm}^{-1}$ ,  $A_1(\text{LO}) = 574 \text{ cm}^{-1}$ ,  $E_1(\text{TO}) = 407 \text{ cm}^{-1}$  et  $E_1(\text{LO}) = 583 \text{ cm}^{-1}$ , respectivement. A condition que la lumière incidente soit exactement normale sur la surface des échantillons de ZnO, seulement  $A_1(\text{LO})$  et les modes  $E_2$  sont observés. Les autres modes sont interdits selon la règle de sélection Raman.

La figure(III.7) présente un spectre Raman de ZnO obtenu par Zhang Zhaochun et *al.*, [13].

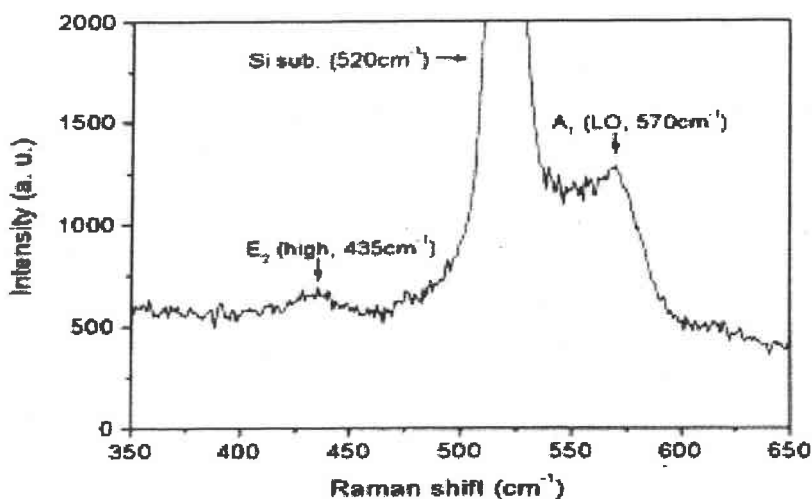


Figure (III.7): Spectre Raman d'un échantillon de ZnO non dopé [13].



Il est important de noter que le profil et la position du pic Raman dépendent de la cristallisation et du désordre structural dans un échantillon.

En général dans l'expérience, on observe que les deux bandes des modes  $A_1(\text{LO})$  et  $E_2(\text{high})$  du film non dopé de ZnO sont élargies et décalées dans l'ordre des basses fréquences.

En fait, la perfection du cristal, telles l'épaisseur et la technique de croissance des films peuvent être les résultats du changement des activations des modes Raman et du déplacement des pics Raman [14].

### Spectroscopie Micro-Raman (MR)

Pour certaines observations, l'utilisation d'un dispositif Micro-Raman s'avère bénéfique. Dans ce montage, le faisceau laser He-Ne ( $\lambda=632.8$  nm) est focalisé sur l'échantillon grâce à un objectif de microscope ( $\times 10 \times 50 \times 100$ ); on peut donc étudier des zones très réduites ( $\sim 220 \mu\text{m}^2$ ). Le signal émis est observé en rétrodiffusion; il est analysé par une caméra CCD qui permet d'enregistrer toutes les longueurs d'ondes en même temps. Le dispositif permet d'effectuer des mesures jusqu'à  $4000 \text{ cm}^{-1}$  mais par contre, il est limité aux niveaux des très basses fréquences.

La Figure (III.8) présente le spectre MR obtenu au laboratoire MOPS sur la couche de ZnO1 déposée sur saphir (0001) par la technique MOCVD.

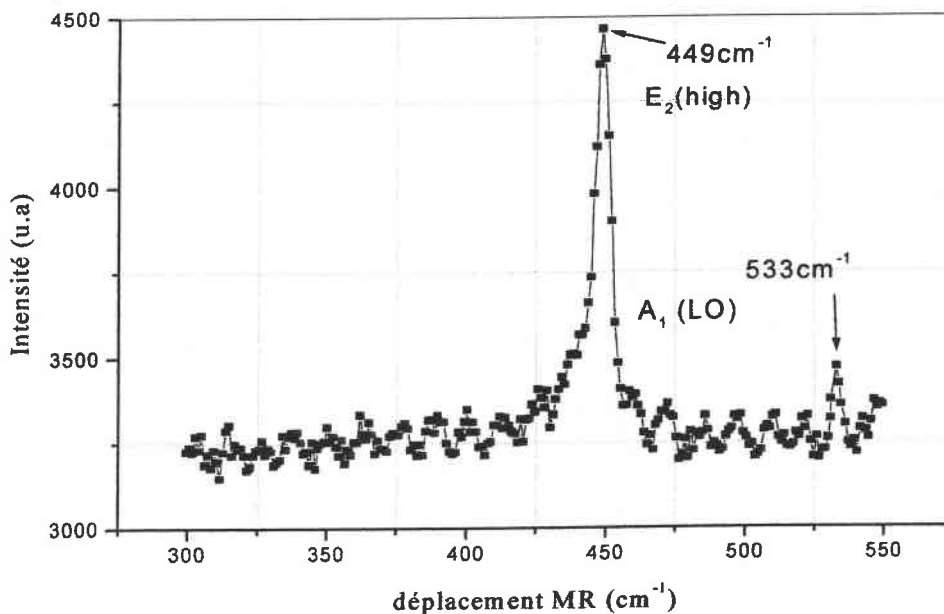


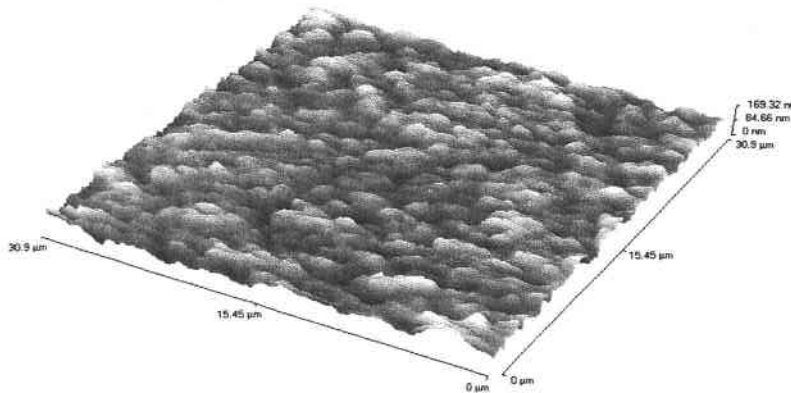
Figure (III.8):: Spectre  $\mu$ -Raman de la couche de ZnO1 déposée sur  $\text{Al}_2\text{O}_3$  par MOCVD.

On observe un très grand pic à  $449\text{ cm}^{-1}$  qui est une contribution du mode  $E_2$  (high) de ZnO associé à un manque d'oxygène (lacune) [15]. En effet on s'attend à avoir beaucoup de lacunes dans les couches ZnO, lacunes à l'origine du fort type n résiduel. Un deuxième pic à  $533\text{ cm}^{-1}$  qui est une contribution de mode  $A_1$  (LO) de ZnO.

Le décalage des pics Micro-Raman par rapport à ce qui a été rapporté dans la littérature est dû à la méthode de fabrication [16].

### Analyse de la surface du film de ZnO par AFM

A titre d'exemple la figure (III.9) présente une photo AFM d'un film mince de ZnO déposé par MOCVD. On observe une rugosité de surface relativement importante de l'ordre de 9 nm.



**Figure (III.9):** Image AFM de la surface de la couche de ZnO<sub>2</sub> déposée sur Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> réalisée au laboratoire LIPM (Université de Metz)

On peut conclure que la couche de ZnO, n'est pas très bonne au niveau de la surface. A noter que l'échantillon ZnO1 présente une rugosité de surface de l'ordre de 5 nm.

En somme, la croissance de couches minces de ZnO sur saphir par la technique MOCVD peut permettre d'obtenir des couches monocristallines qui présentent une structure hexagonale avec un axe optique orienté perpendiculairement à la surface de la couche dans le cas d'un substrat orienté (0001). Cependant, ces couches peuvent présenter un manque d'oxygène (lacune).

Concernant les autres échantillons (ZnOA et ZnOR), le travail réalisé par V. Sallet (pour étudier le diagramme de canalisation) en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB) a montré que l'orientation de la couche déposée ne suit pas forcément l'orientation du substrat. Les conclusions de ce travail sont résumées dans le tableau suivant :

<b>Echa.</b>	<b>Orientation du substrat (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)</b>	<b>Orientation de la couche de ZnO</b>
<b>ZnO1</b>	<b>⊥, C=(0001)</b>	<b>⊥</b>
<b>ZnO(A)</b>	<b>//, C=(1000)</b>	<b>⊥</b>
<b>ZnO(R)</b>	<b>Incliné, (0112)</b>	<b>Incliné de 57,6°/C</b>

**Tableau (III.2):** Comparaison entre l'orientation du substrat du saphir et l'orientation de la couche de ZnO (étude MEB réalisée par V. Sallet).

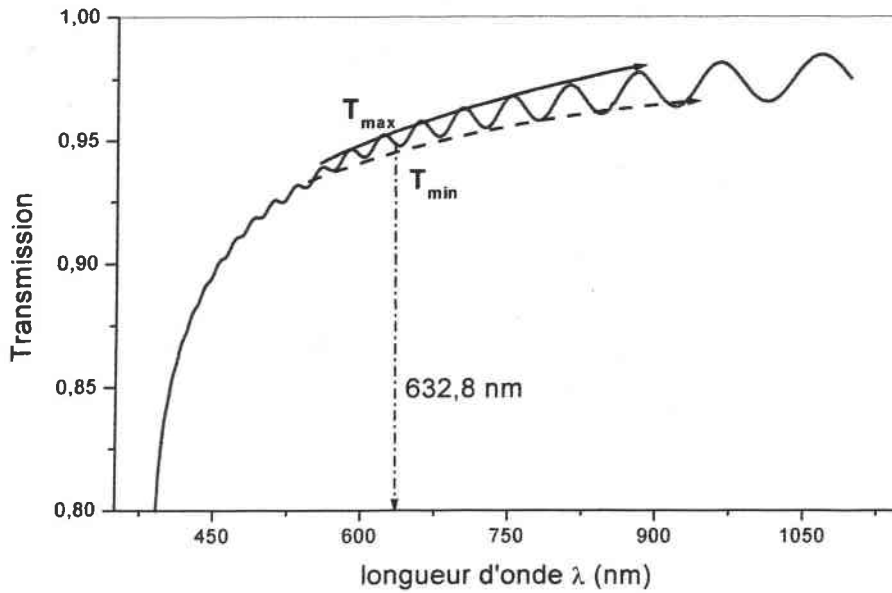
A titre d'exemple, l'échantillon ZnO(A) présente un axe perpendiculaire à la surface alors qu'il est déposé sur un substrat de saphir orienté parallèlement à la surface. Ce phénomène pourrait être dû à la nature du substrat.

### III.3.3 Caractérisation optique

Avant de procéder à l'étude des propriétés guidantes des couches minces de ZnO obtenues, nous avons effectué des mesures de transmission optique afin de déterminer l'indice et l'épaisseur de la couche ainsi que la dispersion de l'indice de réfraction. Ces informations peuvent être comparées avec l'étude optique guidée qui suivra.

#### a. Spectre de Transmission

La transmission optique a été mesurée dans l'intervalle des longueurs d'ondes, UV-visible et proche infrarouge sur la couche ZnO1. Le résultat est représenté sur la figure (III.9).



Figure(III.10): Spectre de transmission de la couche de ZnO1 déposée sur Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

A partir du spectre de transmission de la couche mince de ZnO1 représenté dans la figure (III.10), on peut remonter à l'indice et à l'épaisseur de notre couche à l'aide de la méthode de l'enveloppe [17].

Le coefficient de transmission est donné par la relation suivante [18]:

$$T = \frac{16n^2 n_s \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right)}{\left((n+1)^3 (n+n_s)^2\right) - 2(n^2-1)(n^2-n_s^2) \cos\beta \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right) + (n-1)^3 (n-n_s^2) \exp\left(\frac{8\pi k d}{\lambda}\right)} \quad (\text{III.1})$$

Avec:  $\beta = 4\pi n d / \lambda$ ,  $n_s$  l'indice du substrat et  $n$  l'indice du guide.

Les fonctions enveloppes  $T_M(\lambda)$  et  $T_m(\lambda)$  sont obtenues à partir de l'équation (III.1), quand  $\cos(\beta) = +1$  et  $\cos(\beta) = -1$  respectivement.

$$T_M(\lambda) = \frac{16n^2 n_s \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right)}{\left((n+1)^3 (n+n_s)^2\right) - 2(n^2-1)(n^2-n_s^2) \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right) + (n-1)^3 (n-n_s^2) \exp\left(\frac{8\pi k d}{\lambda}\right)} \quad (\text{III.2})$$

$$T_m(\lambda) = \frac{16n^2 n_s \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right)}{\left((n+1)^3 (n+n_s)^2\right) + 2(n^2-1)(n^2-n_s^2) \exp\left(\frac{4\pi k d}{\lambda}\right) + (n-1)^3 (n-n_s^2) \exp\left(\frac{8\pi k d}{\lambda}\right)} \quad (\text{III.3})$$

La première approximation pour déterminer la valeur de  $n$  est obtenue en combinant les deux équations (III.2) et (III.3). Elle est donnée par la relation suivante :

$$n = \left[ N + (N^2 - n_s^2)^{1/2} \right]^{1/2} \quad \text{(III.4)}$$

avec :

$$N = 2n_s \left( \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} \right) + \left( \frac{n_s^2 + 1}{2} \right) \quad \text{III.5)}$$

Pour une longueur d'onde de  $\lambda_1 = 632 \text{ nm}$  on a deux valeurs de transmission :

$$T_M(\lambda_1) = 0,9536, \text{ et } T_m(\lambda_1) = 0,9448$$

Seulement un seul minimum et deux maxima sont nécessaires pour déterminer l'indice du guide, qui a pour valeur :  $n = 1,996$ . Cette dernière est en accord avec celle du ZnO massif rapporté par A. Yariv [19] à une longueur d'onde de 632,8 nm.

La détermination de l'épaisseur  $d$  est indépendante de la longueur, une seule valeur de  $n$  est nécessaire pour déterminer  $d$ . A partir des équations  $T_M(\lambda)$  et  $T_m(\lambda)$  on peut déduire deux valeurs de  $d$  :

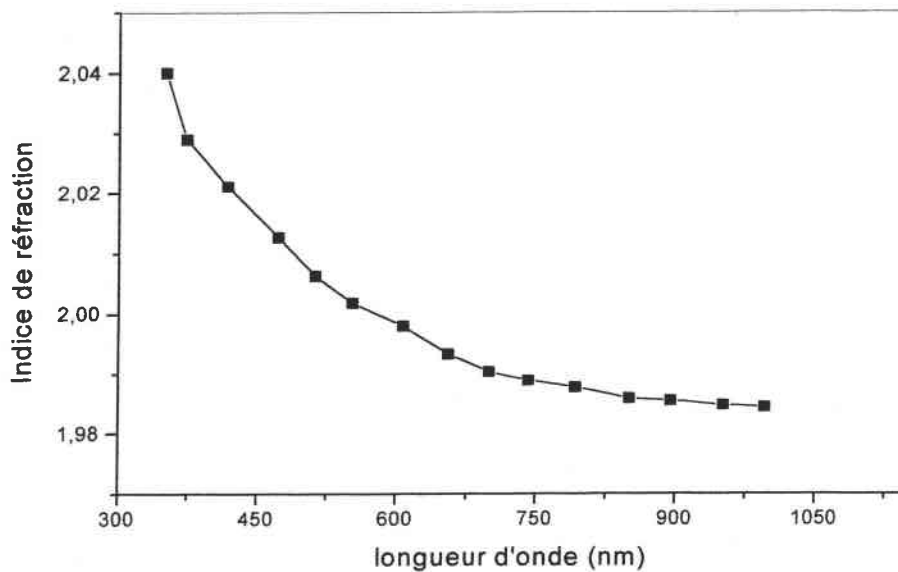
$$d_1 = \frac{j\lambda_{M1}}{2n(\lambda_{M1})} \text{ et } d_2 = \frac{j\lambda_{m1}}{4n(\lambda_{m1})} + \frac{j\lambda_{m1}}{2n(\lambda_{m1})} \quad \text{(III.6)}$$

$$j = 1, 2, 3, \dots$$

La valeur de  $d$  est donnée par la valeur de  $j$  qui minimise la différence entre  $d_{1j}$  et  $d_{2j}$  :  
 $d = 1,4 \mu\text{m}$  pour  $j=8$  (ZnO1).

L'extrapolation du spectre de transmission sur l'axe des abscisses va nous permettre de remonter à l'énergie du gap  $E_g = h\nu$ . Pour  $\lambda_c = 380 \text{ nm}$ ,  $E_g$  a pour valeur 3,27 eV et cette valeur est similaire à celle rapportée par SRIKANT [2].

A partir de ce spectre de transmission  $T(\lambda)$ , on peut aussi remonter à la dispersion de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde. En utilisant la méthode proposée par K. AYADI [17] nous avons remonté à la dispersion de l'indice de réfraction, représentée par la figure (III.11).

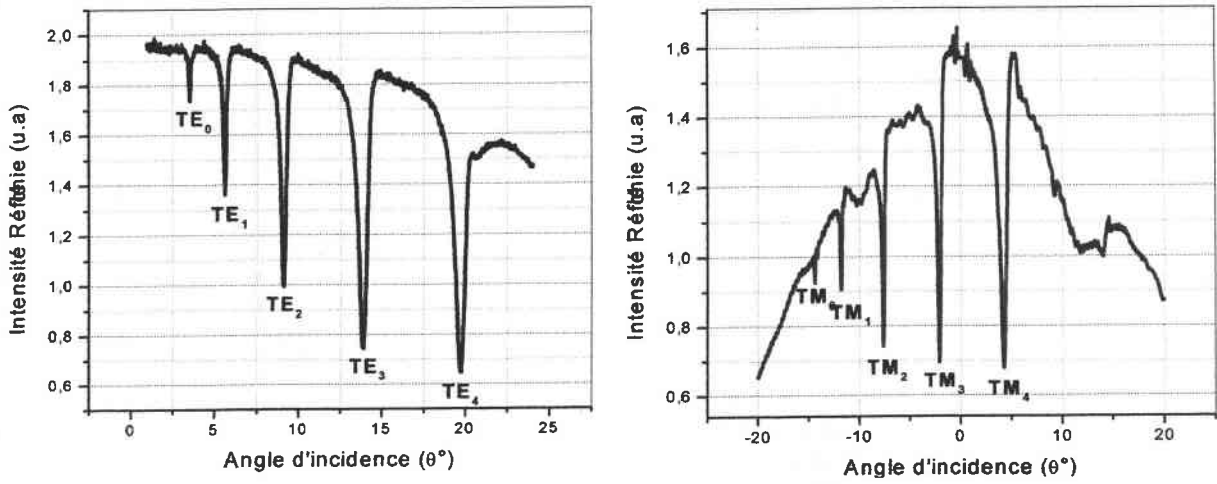


**Figure (III.11):** La dispersion de l'indice de réfraction du film de ZnO1 obtenus à partir du spectre de transmission et de réflexion optique.

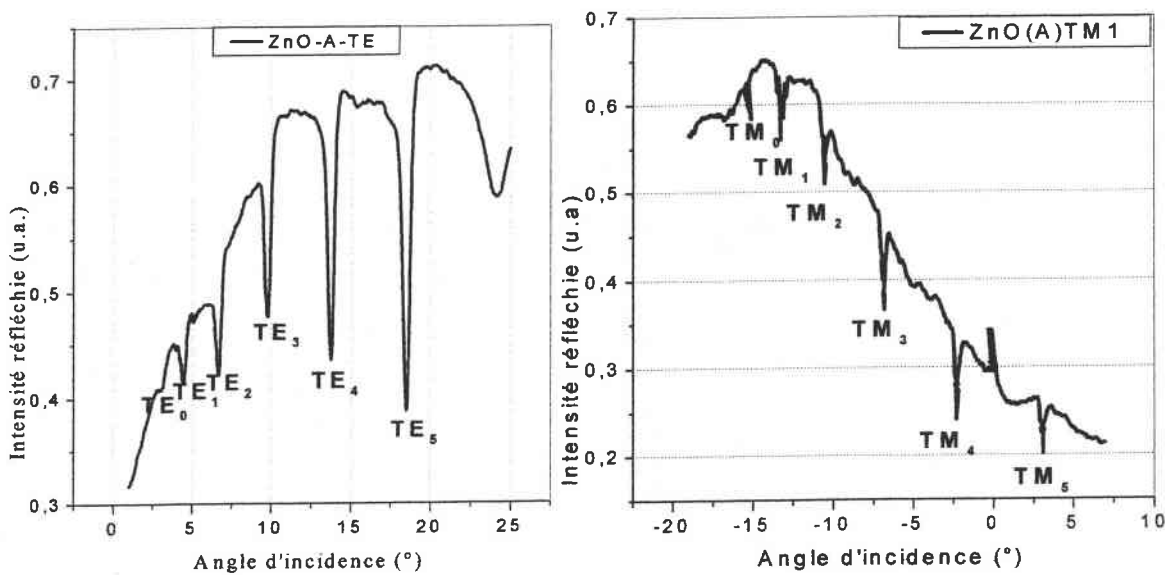
La déviation standard de l'indice de réfraction obtenue à partir du spectre de transmission, est de l'ordre de 0,016.

### **b- Caractérisation optique guidée**

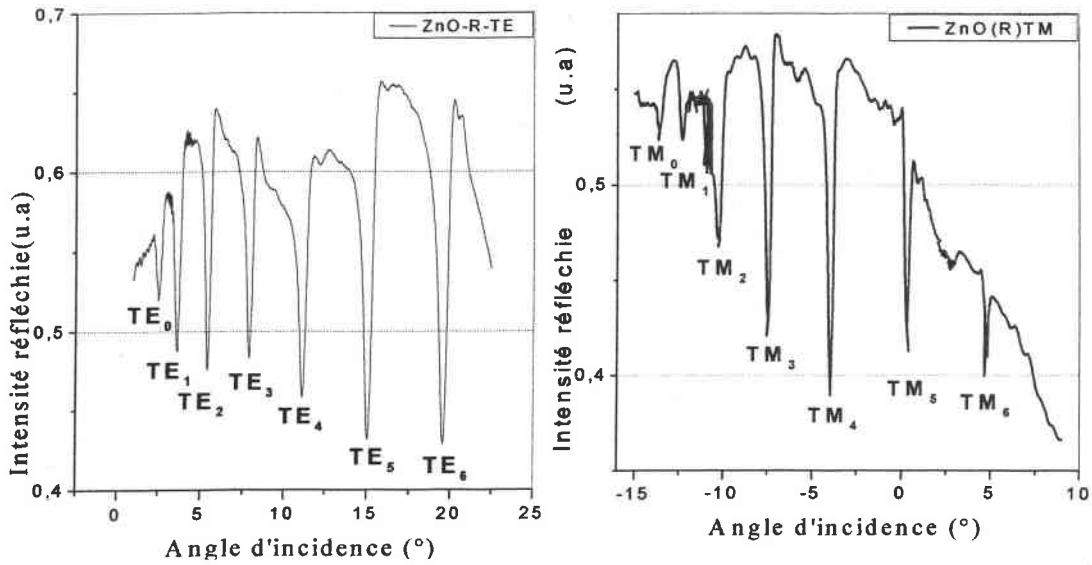
La caractérisation optique guidée s'est effectuée en utilisant la spectroscopie des lignes noires, largement connue dans ce travail. Les indices ordinaires ( $n_o$ ) et extraordinaires ( $n_e$ ) sont étudiés en utilisant une polarisation TE et TM respectivement. Dans un premier temps nous allons présenter les spectres de modes guidés des trois couches de ZnO étudiées. Les figures (III.12), (III.13) et (III.14) représentent les spectres des modes guidés mesurés en polarisation TE et TM des échantillons de ZnO1, ZnO(A) et ZnO(R) respectivement.



**Figure (III.12):** Spectre des modes guidés en polarisation TE et TM de la couche mince ZnO1 déposée sur saphir.



**Figure (III.13):** Spectre des modes guidés en polarisation TE et TM de la couche de ZnO(A) déposée sur saphir par MOCVD à une température de 420°C.



**Figure (III.14):** Spectres des modes guidés en polarisation TE et TM de la couche mince **ZnO(R)** déposée sur saphir par MOCVD.

D'une manière générale, les creux de réflectivité qui correspondent à l'excitation de modes guidés sont profonds et fins dans les deux polarisations indiquant un bon confinement de la lumière dans la couche guidante. Cependant, on note que pour le cas de l'échantillon ZnO(A), le spectre TM présente une décroissance de l'intensité réfléchie surprenante. Cela est probablement dû à des problèmes de manipulation - le point de couplage ne reste pas fixe. Néanmoins, il ne faudrait pas exclure des effets de surface et des problèmes d'homogénéité de l'échantillon (polarisation).

Comme il a été évoqué dans le chapitre précédent, la largeur à mi-hauteur des creux de réflectivité, qui est liée à l'absorption de la couche guidante, permet d'envisager des pertes optiques faibles dans le cas de ces couches de ZnO.

Les valeurs des indices effectifs déterminées sont rapportées sur les tableaux (III.3), (III.4) et (III.5) pour les trois échantillons ZnO1, ZnO(A) et ZnO(R) respectivement. Elles sont comparées aux indices effectifs théoriques  $N_{mth}$  calculés à partir de l'équation de dispersion suivant la méthode décrite dans le chapitre I.



Polarisation	Mode	$\theta_m$ (exp)	$N_{eff}$ (exp)	$N_{eff}$ (the)	$N_{eff}$ (exp)- $N_{eff}$ (the)
<b>TE</b>	0	3.53	1.9820	1.9820	0.0000
	1	5.65	1.9552	1.9557	-0.0005
	2	9.10	1.9111	1.9115	-0.0004
	3	13.88	1.8493	1.8492	0.0001
	4	19.72	1.7733	1.7717	0.0016
<b>TM</b>	0	-14.40	1.9940	1.9940	0.0000
	1	-11.76	1.9650	1.9657	-0.0007
	2	-7.60	1.9177	1.9182	-0.0005
	3	-2.08	1.8521	1.8516	0.0005
	4	4.24	1.7736	1.7703	0.0033

**Tableau (III.3):** Comparaison des valeurs  $N_m$  théoriques et expérimentales  
Couche mince de ZnO1 déposée sur  $Al_2O_3$  (échantillon 1).

Polarisation	Mode	$\theta_m$ (exp)	$N_{eff}$ (exp)	$N_{eff}$ (the)	$N_{eff}$ (exp)- $N_{eff}$ (the)
<b>TE</b>	0	3.11	1.9873	1.9873	0.0000
	1	4.50	1.9697	1.9705	-0.0008
	2	6.71	1.9417	1.9422	-0.0005
	3	9.78	1.9023	1.9022	0.0001
	4	13.77	1.8507	1.8503	0.0004
	5	18.52	1.7889	1.7875	0.0014
<b>TM</b>	0	-14.72	1.9974	1.9974	0.0000
	1	-13.10	1.9798	1.9796	0.0002
	2	-10.40	1.9498	1.9498	-0.0000
	3	-6.80	1.9084	1.9078	0.0006
	4	-2.06	1.8518	1.8524	-0.0006
		3.28	1.7857	1.7879	-0.0022

**Tableau (III.4):** Comparaison des valeurs  $N_m$  théoriques et expérimentales de la  
Couche mince de ZnO(A) déposée sur  $Al_2O_3$  (échantillon A).

Polarisation	Mode	$\theta_m$ (exp)	$N_{eff}$ (exp)	$N_{eff}$ (the)	$N_{eff}$ (exp)- $N_{eff}$ (the)
<b>TE</b>	0	2.54	1.9945	1.9945	0.0000
	1	3.59	1.9812	1.9812	0.0002
	2	5.46	1.9576	1.9576	-0.0008
	3	7.91	1.9263	1.9263	-0.0002
	4	11.13	1.8849	1.8849	-0.0001
	5	15.06	1.8339	1.8339	-0.0000
	6	19.58	1.7752	1.7752	0.0006
<b>TM</b>	0	-13.61	1.9854	1.9854	0.0000
	1	-12.31	1.9711	1.9717	-0.0006
	2	-10.30	1.9486	1.9486	-0.0000
	3	-7.45	1.9156	1.9162	-0.0006
	4	-3.91	1.8742	1.8741	0.0001
	5	0.31	1.8227	1.8225	0.0002
	6	4.78	1.7668	1.7632	0.0036

**Tableau (III.5):** Comparaison des valeurs  $N_m$  théoriques et expérimentales de la Couche ZnO (R).

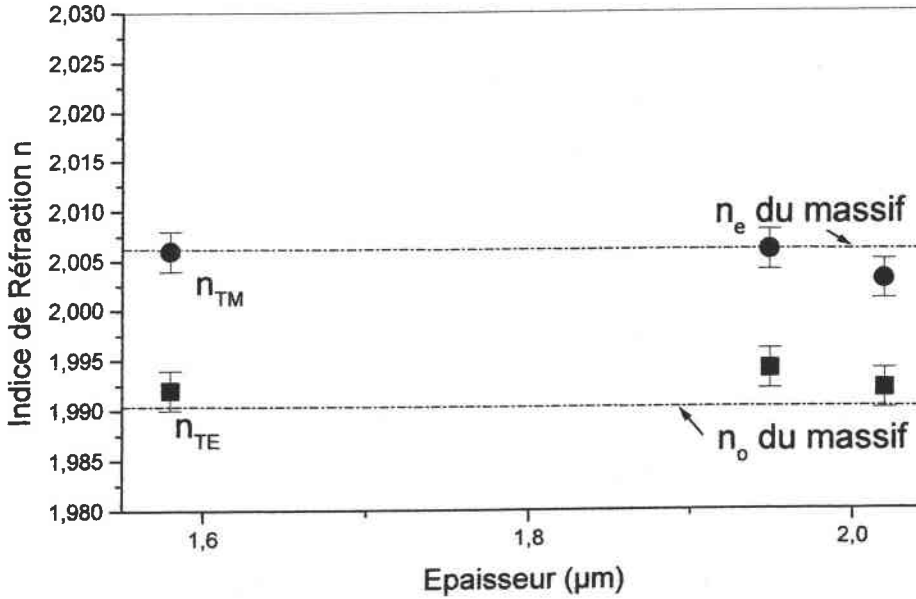
On constate que pour les trois échantillons, l'écart entre les valeurs des indices effectifs mesurés et ceux calculés ( $N_{m\ exp}$  et  $N_{m\ the}$ ) est de l'ordre de  $10^{-4}$ . On peut donc conclure que les échantillons de ZnO déposés par MOCVD sur des substrats de saphir présentent des structures guidantes à saut d'indice. Dans ces conditions, nous pouvons utiliser l'équation de dispersion de modes guidés, rappelée dans le premier chapitre, afin de déterminer les paramètres optogéométriques des couches étudiées.

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant:

Echantillons	$n_{TE} = n_o$	$n_{TM} = n_e$	$e$ ( $\mu m$ )
<b>ZnO1</b>	$1.992 \pm 0.008$	$2.006 \pm 0.004$	$1.58 \pm 0.02$
<b>ZnO(A)</b>	$1.992 \pm 0.008$	$2.003 \pm 0.004$	$1.95 \pm 0.02$
<b>ZnO(R)</b>	$1.990 \pm 0.008$	$2.004 \pm 0.004$	$2.02 \pm 0.02$

**Tableau (III.6):** Les paramètres optogéométriques ( $n_o$ ,  $n_e$ ,  $e$ ) des trois couches de ZnO déposées sur saphir par la méthode MOCVD.

Les valeurs d'indices mesurées sur les trois couches minces de ZnO sont en bon accord avec les valeurs trouvées dans la littérature [19,20], et cela correspond à une structure hexagonale. La figure (III.15) représente la variation de l'indice de réfraction en fonction de l'épaisseur des trois couches de ZnO que nous avons étudiée.



**Figure (III.15):** Variation de l'indice de réfraction en fonction de l'épaisseur des trois couches de ZnO.

A partir d'une épaisseur de 1,5  $\mu\text{m}$ , on trouve les mêmes valeurs d'indices que le ZnO massif. Compte tenu de ce résultat, on peut dire que la technique MOCVD est reproductible, et que nos couches ont une bonne qualité cristalline.

Afin d'observer le comportement de nos couches lors de la croissance entre la surface de la couche guidante et l'interface guide-substrat, nous allons étudier leurs profils d'indices.

### c- Profils d'indices

Les figures (III.16), (III.17) et (III.18) représentent les profils d'indices en polarisations TE et TM des trois couches de ZnO étudiées. Pour cela nous avons utilisé la méthode iWKB.

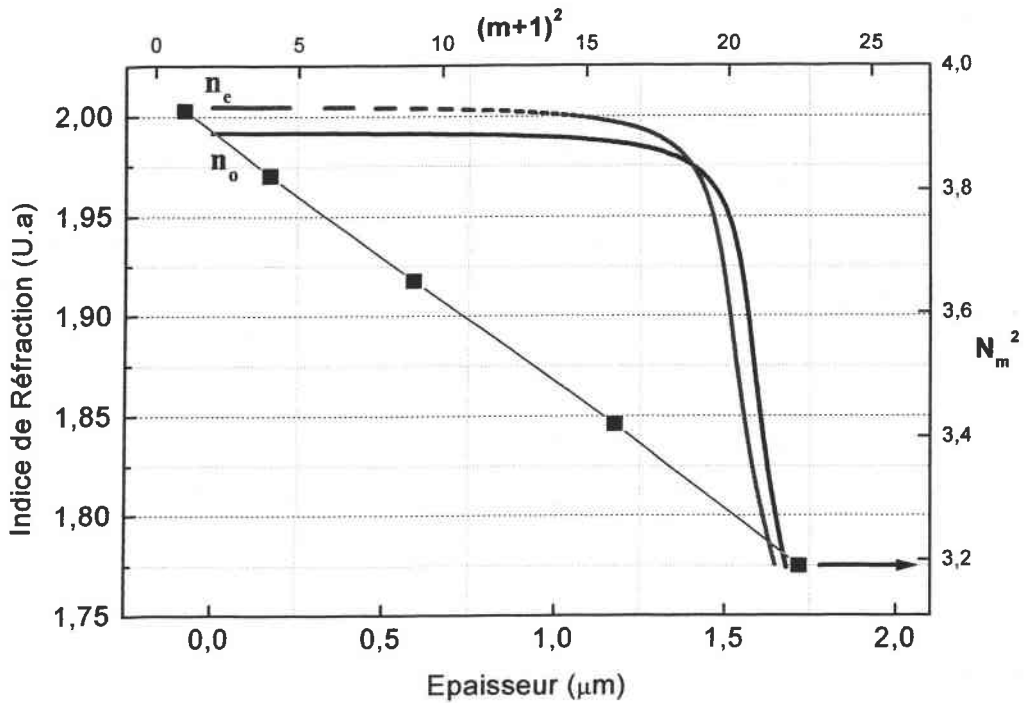


Figure (III.16): Profil d'indice Obtenu par la méthode iWKB, et  $N_m^2 = f((m+1)^2)$  de l'échantillon ZnO1 déposé sur saphir par MOCVD.

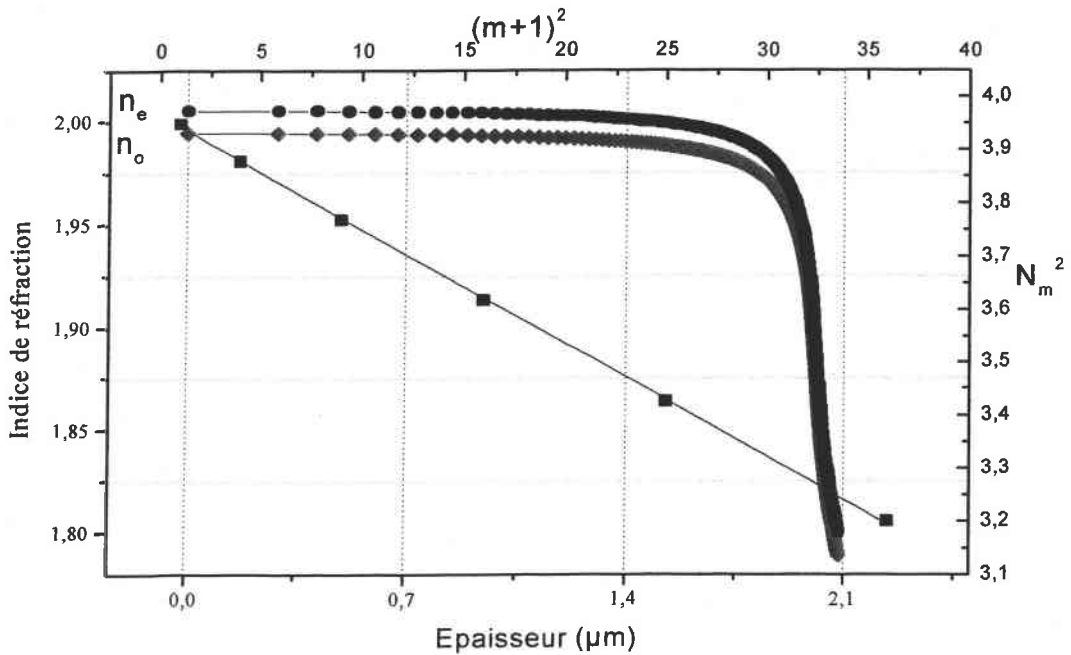
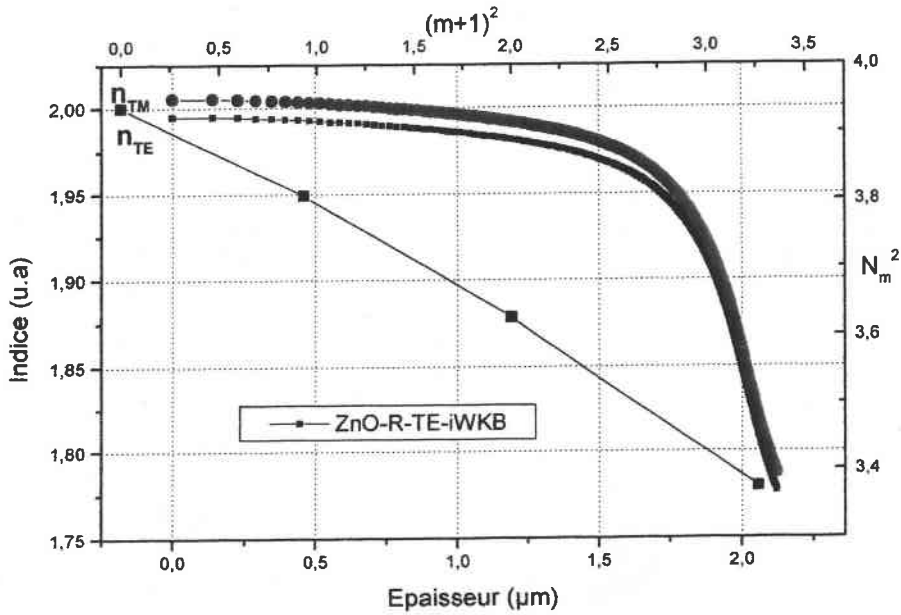


Figure (III.17): Profil d'indice de l'échantillon ZnO (A).

$N_m^2 = f((m+1)^2)$  qui montre que la structure ZnO(A)/  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se comporte comme un guide à saut d'indice.



**Figure (III.18):** Profil d'indice (iWKB) obtenu sur la couche de ZnO (R) déposée sur saphir.

On remarque que la variation des indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  dans le cas des échantillons ZnO1 et ZnO(A) se comporte comme une "marche d'escalier" indiquant, ainsi, que les couches obtenues sont des guides à saut d'indices. Par contre, dans le cas de l'échantillon ZnO(R) les indices de réfractons  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  décroissent graduellement de la surface jusqu'à l'interface couche ZnO - substrat. Ce comportement pourrait être dû au modèle théorique utilisé car dans le cas de cette couche, l'axe optique est incliné et donc en toute rigueur, le modèle simple de l'équation de dispersion ne s'applique pas. Cependant, il semblerait que la croissance de la couche ZnO(R) ne s'effectue pas d'une manière homogène. En plus, les profils d'indices de la figure (III. 18) mettent en évidence l'existence d'une couche de passage d'une épaisseur de l'ordre de 0,5 µm. Par ailleurs, on constate que ZnO(A) possède l'interface la plus abrupte. Cela est peut-être dû au fait que l'épitaxie de ZnO suivant l'axe C est plus favorable si le substrat est orienté A : on limiterait ainsi l'effet de désaccord de maille.

Enfin, nous avons également reporté sur ces figures la variation de l'indice  $N_m^2$  en fonction de  $(m+1)^2$  ( $m$  : étant l'ordre du mode). Les résultats expérimentaux ont été ajustés par la relation suivante :

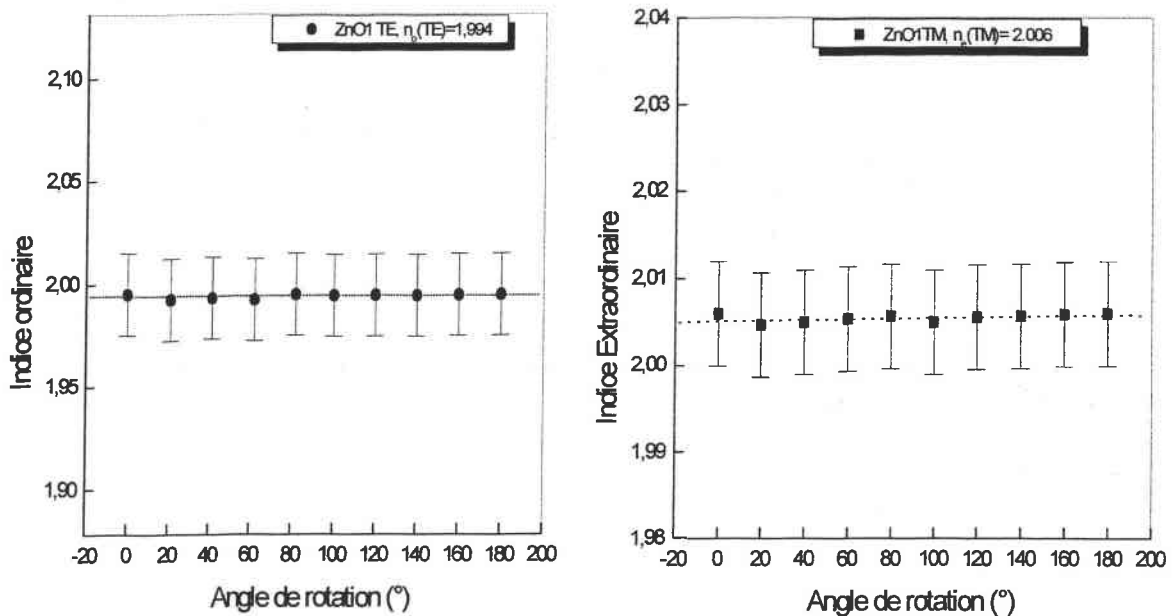
$$N_m^2 = n_g^2 - \frac{\lambda^2}{4e_2} (m+1)^2$$

Cette relation représente l'équation de dispersion (I.3) simplifiée. Elle est particulièrement valable dans le cas de structure guidante à vrai saut d'indice. En effet, elle montre que  $Nm^2$  varie linéairement en fonction de  $(m+1)^2$ . Ce comportement se vérifie dans le cas des échantillons ZnO1 et ZnO(A). Cela n'est pas le cas de l'échantillon ZnO(R). Ce qui confirme les résultats précédemment rapportés.

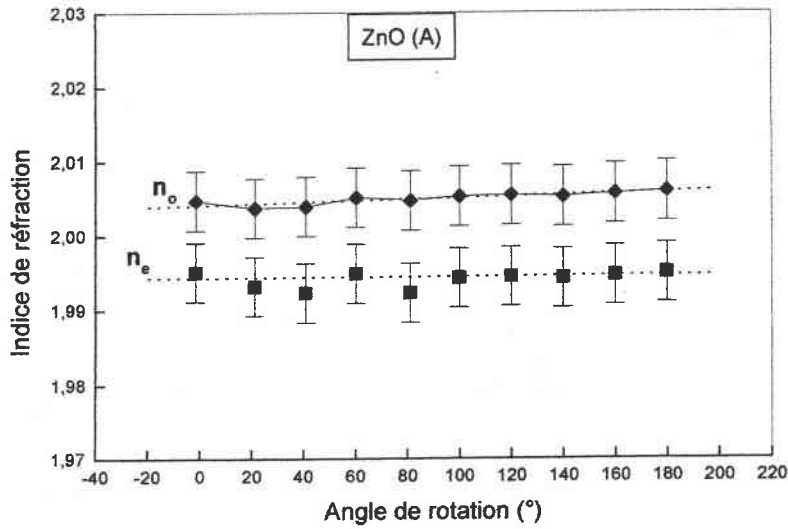
#### d- Etude de l'anisotropie

Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre I, nous allons utiliser la configuration de la figure (I.8) pour déterminer l'orientation de l'axe optique des couches de ZnO déposées sur saphir par MOCVD. En utilisant la méthode «m-lines», on mesure l'intensité réfléchie à la base du prisme en fonction de l'angle d'incidence, pour chaque polarisation TE et TM et pour chaque angle  $\theta$  entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$  avec un pas de  $20^\circ$ .

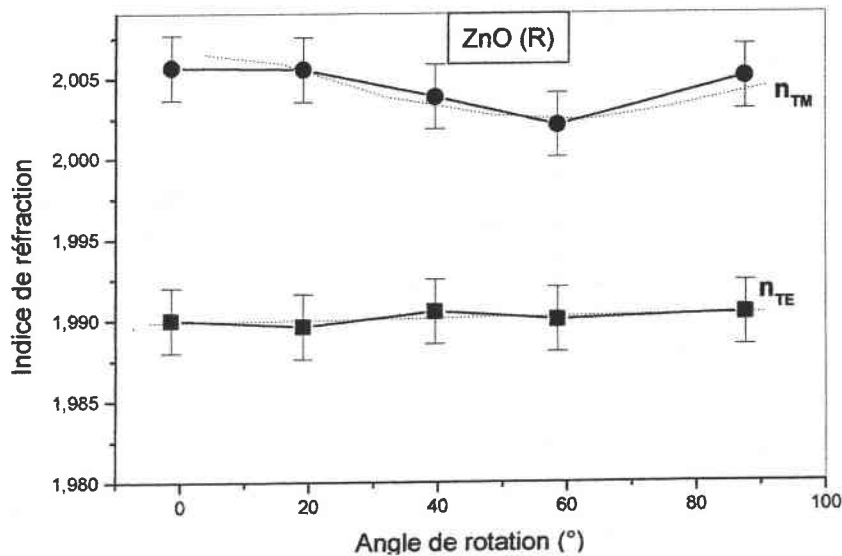
La figure (III.19) présente la variation des indices de réfraction en fonction de la variation de l'angle de rotation  $\theta$  de l'échantillon.



**Figure (III.19):** Variation de l'indice en polarisation TE et TM de la couche de ZnO1 en fonction de la variation de l'angle d'incidence.



**Figure (III.20):** Variation de l'indice en polarisation TE et TM de la couche de ZnO(A) en fonction de la variation de l'angle d'incidence.



**Figure (III.21):** Variation de l'indice en polarisation TE et TM de la couche de ZnO (R) en fonction de la variation de l'angle d'incidence.

Concernant l'échantillon ZnO1, on remarque que les indices de la couche guidante ne varient pas en fonction de l'angle  $\theta$  quelle que soit la polarisation TE et TM utilisées. On peut conclure que l'axe optique  $\xi$  de la couche ZnO1 est perpendiculaire à la surface du substrat. Dans cas, on peut dire que l'indice mesuré en polarisation TE est l'indice ordinaire ( $n_o$ ), et l'autre mesuré en polarisation TM est l'indice extraordinaire ( $n_e$ ). Ils sont très semblables à ceux du massif.

Les mêmes observations peuvent être appliquées à l'échantillon ZnO(A). On peut, également, conclure que l'axe optique  $\xi$  de la couche ZnO (A) est perpendiculaire à la surface du substrat, comme la couche ZnO1.

Enfin, dans le cas de la couche ZnO (R), l'indice de la couche guidante, en polarisation TE ne varie pas en fonction  $\theta$ . Par contre, en polarisation TM, il varie en passant par un minimum à un angle de  $58^\circ \pm 2^\circ$ . On peut conclure que l'axe optique  $\xi$  de cette couche est incliné par rapport à la normale au substrat. Ce résultat est en accord avec celui déduit de l'étude MEB.

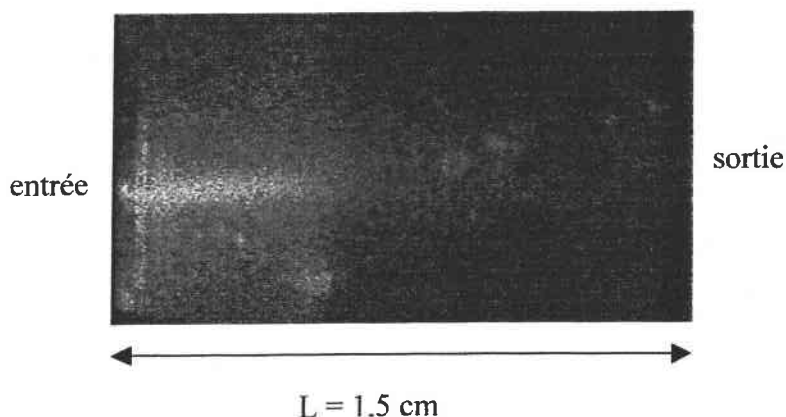
En somme, les résultats de l'étude de l'anisotropie optique en utilisant la spectroscopie des lignes noires sont en très bon accord avec ceux obtenus lors de l'étude structurale et en particulier en utilisant la technique MEB.

### III.3.4 Mesure des pertes optiques par diffusion

#### III.3.4.1 Les pertes à 632,8 nm

Le montage expérimental associé à la manip m-lines pour mesurer les pertes optiques a été rappelé dans le premier chapitre (cf. figure I.9).

A titre d'exemple, la figure (II.22) présente une image de la propagation de la lumière dans la couche de ZnO1 pour le mode  $TE_0$ .



**Figure (III.22):** Image de la propagation du mode guidé d'ordre zéro dans la couche de ZnO1/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $L = 1,5 \text{ cm}$ ).



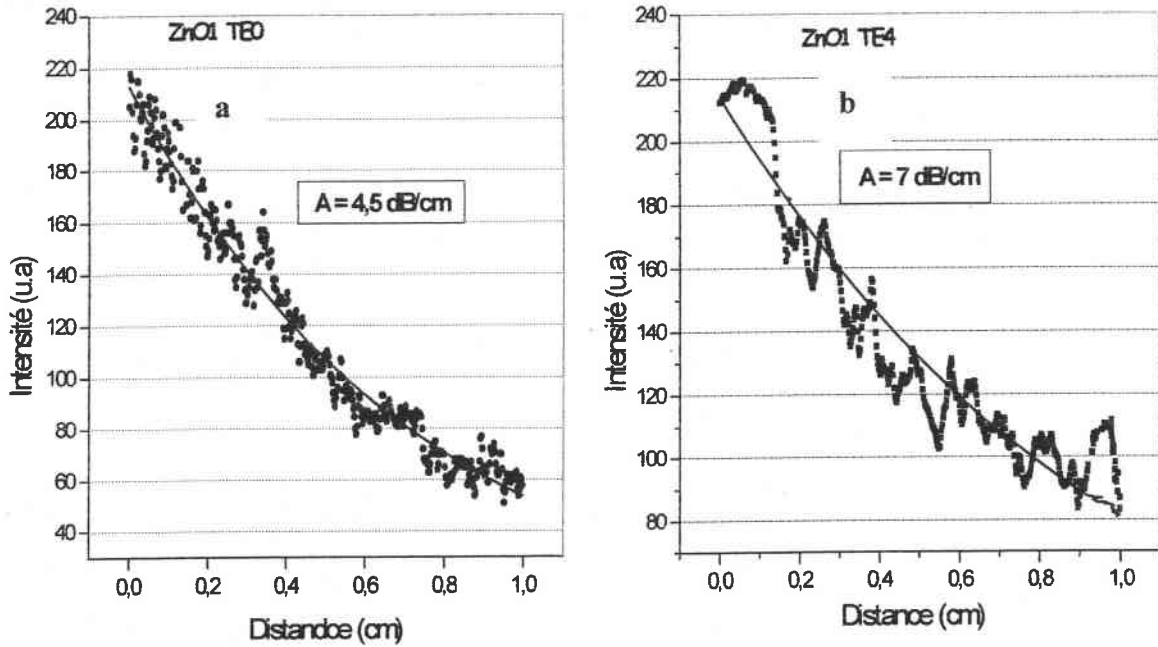


Fig.(III.23): L'intensité diffusée en fonction de la longueur de propagation L de ZnO1

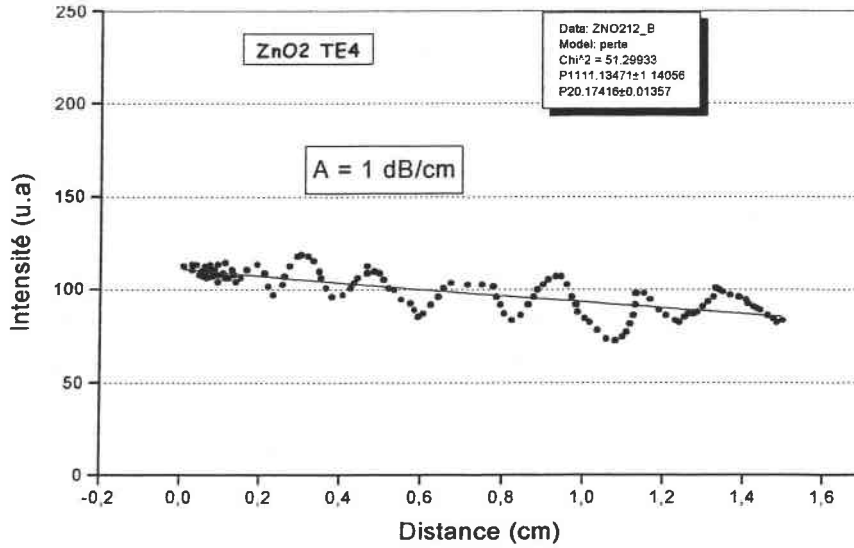
- (a) : les pertes pour le mode TE<sub>0</sub>
- (b) : les pertes pour le mode TE<sub>4</sub>

La variation de l'intensité lumineuse en fonction de la longueur de propagation permet d'obtenir les courbes rapportées dans la figure (III.23). Ces courbes représentent le cas de modes guidés TE d'ordre zéro et quatre dans la couche mince de ZnO1 déposée sur saphir avec un axe optique perpendiculaire à la surface.

L'analyse de ces résultats expérimentaux permet de déduire les pertes optiques subies par la lumière lors de la propagation guidée. Les valeurs des pertes sont de l'ordre de 5 dB/cm pour le mode zéro et de 7 dB/cm. La même étude a été effectuée sur les autres échantillons. Les valeurs de pertes optiques sont similaires à celles trouvées dans le cas de l'échantillon ZnO1. Ces valeurs élevées peuvent être dûes aux problèmes de surface des couches déposées qui présentent une rugosité relativement importante.

### III.3.4.2 Les pertes à 1550 nm

Nous avons également mesuré les pertes optiques avec une diode laser de longueur d'onde 1,55 $\mu$ m émettant dans l'infrarouge. La figure (III.24) représente les pertes mesurées à 1,55  $\mu$ m en polarisation TE sur la couche ZnO1.



**Figure(III.24):** L'intensité diffusée en fonction de la longueur L (1,5 cm) de ZnO1, à la longueur d'onde de 1550 nm.

Elles sont plus faibles, de l'ordre de 1 dB/cm. Cela est normal car la longueur d'onde  $\lambda_2 = 1,55 \mu\text{m}$  est environ deux fois plus grande que  $\lambda_1 = 0,632 \mu\text{m}$  ( $\lambda_2 = \lambda_1 \times 2,5$ ), et la diffusion est de l'ordre de  $1/\lambda^4$ .

### III.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude des propriétés structurales et optiques des couches minces d'oxyde de zinc ZnO déposées par la technique MOCVD sur des substrats de saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ce dernier présente un faible désaccord de maille avec le ZnO. En plus, c'est un substrat assez disponible sur le marché.

L'objectif étant d'obtenir des couches minces cristallines, homogènes et bien orientées afin de les utiliser dans le domaine de l'optique intégrée.

Nous avons effectué une étude en fonction de l'orientation du substrat. En effet, ce paramètre détermine l'orientation de l'axe optique de la couche de ZnO obtenue. La température du dépôt peut également influencer les caractéristiques de la couche déposée.

Nous avons étudié trois échantillons déposés sur des substrats de saphir dont deux orientés perpendiculairement et parallèlement à la surface et le troisième avec un axe incliné de  $65^\circ$ . Les résultats obtenus ont montré que l'orientation de la couche de ZnO ne suit pas toujours celle du substrat. C'est le cas du deuxième échantillon. Cependant, quelque soit l'orientation de la structure obtenue, nous avons mis en évidence la possibilité d'exciter des modes guidés bien confinés en polarisation TE et TM respectivement. En plus, les trois échantillons présentent un profil d'indice quasi-saut d'indice ce qui indique que la croissance de la couche de ZnO s'effectue d'une manière homogène perpendiculairement à la surface. Par ailleurs, l'étude de l'anisotropie optique en utilisant la spectroscopie des lignes noires a confirmé les résultats de l'étude structurale et MEB.

A noter que ZnO(A) possède l'interface la plus abrupte ce qui indique que l'épitaxie de ZnO suivant l'axe C est plus favorable si le substrat est orienté A. Cependant, le substrat orienté (0001) semble être le plus adéquat pour l'optique guidée car dans ce cas, nous pouvons aisément connaître les indices du substrat qui interviennent dans la détermination des paramètres optogéométriques de la couche guidante.

Enfin, nous avons mesuré les pertes par diffusion. Nous avons montré qu'elles augmentent en fonction de l'ordre de mode de 4 dB/cm à 9 dB/cm environ. Ces pertes deviennent plus faibles en infrarouge.

En somme, la croissance de couches minces de ZnO sur saphir par la technique MOCVD peut permettre d'obtenir des couches monocristallines qui présentent une structure hexagonale avec un axe optique orienté perpendiculairement à la surface de la couche dans le cas d'un substrat orienté (0001). Ceci est de bonne augure pour utiliser ces couches dans le domaine de l'optique intégrée.

## Références

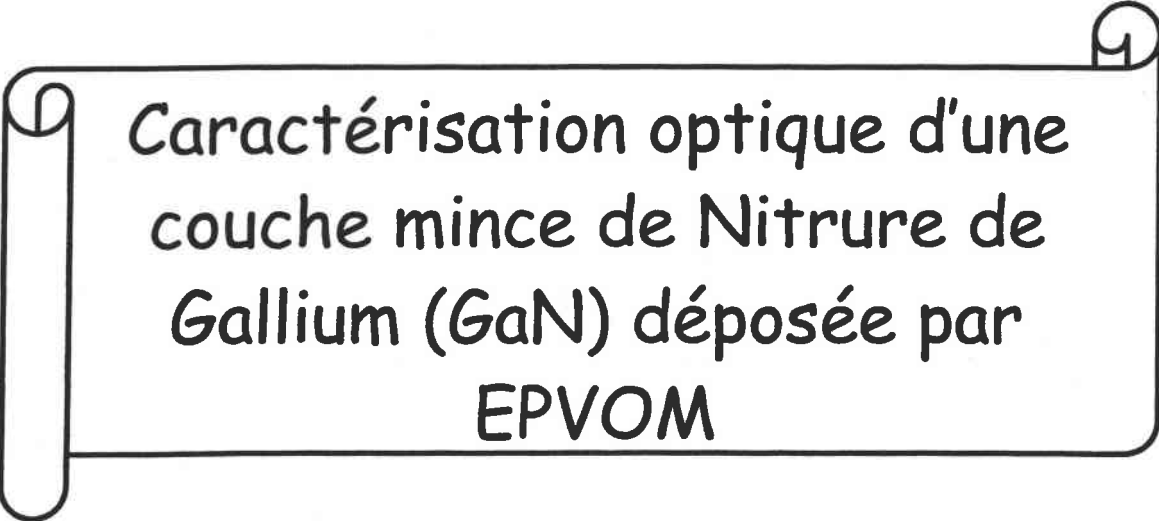
- [1] C. Kittel, «Introduction à la physique de l'état solide», Dunod Université, 1970.
- [2] V. SRIKANT, D. R. Clarke, J. Appl. Phys. 83 (1998), 5447.
- [3] N. W. Emanetoglu, C. Gorla, Y. Liu, S. Liang, Y. Lu, Materials Science in Semiconductor Processing 2 (1999) 247-252.
- [4] T. L. Yang, D. H. Zhang, J. Ma, H. L. Ma, Y. Chen, Thin Solid Films 326 (1998) 69.
- [5] Dominique Persegol, «Réalisation d'un modulateur Electro-optique en utilisant l'excitation de résonance des modes guidés», Thèse de Docteur Ingénieur, institut National Polytechnique De Grenoble, 1984.
- [6] D. Persegol, E. Pic, and J. Plantier, « Experimental study of a ZnO modulator using guided wave resonance », J. Appl. Phys., Vol. 62, n° 6; (1987), pp. 2563-2565.
- [7] H. Kashani, J. Electronic Materials, vol. 27, n°7 (1998) 876.
- [8] Zhang Zhaochun et *al.* Materials Science and engineering B, V. 86- (2001),P. 109-112
- [9] GDR: VI-Les Semiconducteurs II-VI, (R. Triboulet, J.P. Faurie, D. Le Si Dang, rédacteurs).
- [10] A. C. Jones, J. Crystal Growth 129 (1993) 728.
- [11] W. E. Hoke, P. J. Lemonias et R. Koreinstein, J. Mat. Res. 3 (1988) 329.
- [12] X. L. Xu, S. P. Lau, J. S. Chen, G. Y. Chen, B. K. Tay, Journal of crystal Growth 223 (2001) 201-205.
- [13] Zhang Zhaochun, Huang Baibiao, Yu Yongqin and Cui Deliang, Materials Science and Engineering B, Volume 86, Issue 2.25 September2001, pp. 109-112.
- [14] X. L. Xu, S. P. Lau, B. K. Tay, Thin Solid Films, vol. 398, n°. 399, (2001), pp.244-249.
- [15] Y. Z. Tong, G. Zhang, Z. Xu, X. Dang, J. Wang, S. Jing, S. Wang, H. Liu, Journal Infrared Millim Waves 15 (1996) 6-10 (in chinese).

- [16] G. J. Exarhos, S. K. Sharma, *Thin solid Films* 270 (1997) 27.
- [17] K. Ayadi, N. Haddaoui, «A new approach to the determination of optical constants and thickness of thin dielectric transparent films» *Journal of Materials science: Materials in Electronics*, 11 (2000) pp. 163-167.
- [18] J. C. Manificier, J. Gasiot and J. P. Fillard, *Journal of Physics E: Scientific Instruments* 1976, Volume 9, pp. 1002-1004.
- [19] A. Yariv and P. Yeh, "Optical Waves in Crystal", New York 1984.
- [20] Serge HUARD, « Polarisation de la Lumière », Masson, Paris (1994), pp.322-323.

# CHAPITRE IV : CARACTERISATION OPTIQUE D'UNE COUCHE MINCE DE NITRURE DE GALLIUM (GaN) DEPOSEE PAR EPVOM

<b>IV.1 Généralités sur le GaN.....</b>	<b>101</b>
IV.1.1 Introduction.....	101
IV.1.2 Structure Cristalline.....	102
IV.1.3 Croissance de GaN.....	104
<b>IV.2 Etude de couches de GaN pour l'optique intégrée.....</b>	<b>104</b>
IV.2.1 Etude structurale du GaN.....	104
Spectre de transmission.....	105
IV.2.2 Etude optique du GaN.....	106
a- Spectres des modes guidés.....	106
b- Profil d'indice.....	109
c- Etude de l'anisotropie.....	110
Mesure des pertes optiques.....	115
Les pertes à 632 nm.....	111
Les pertes à 1550 nm.....	112
Les pertes à 1330 nm.....	113
<b>IV.3 Conclusion.....</b>	<b>114</b>
<b>Références.....</b>	<b>115</b>

## Chapitre IV



Caractérisation optique d'une  
couche mince de Nitrure de  
Gallium (GaN) déposée par  
EPVOM

# Caractérisation optique d'une couche mince de Nitrure de Gallium (GaN) déposée par MOCVD

## IV.1 Généralités sur le GaN

### IV.1.1 Introduction

Les diodes émettrices de lumière à base de semi-conducteurs constituent un potentiel considérable pour remplacer les sources lumineuses classiques. En effet, elles présentent le double avantage d'un fort rendement de luminescence et d'une grande durée de vie, ce qui permet de réduire les coûts de fonctionnement et d'entretien des sources lumineuses. Les diodes à base de semi-conducteurs III-V émettant dans la gamme infrarouge et visible allant du rouge au vert sont maintenant bien maîtrisées et largement exploitées dans les domaines industriels.

Le GaN est un semi-conducteur III-V à grand gap direct. Il possède une largeur de bande interdite de 3.45 eV à la température ambiante [1].

C'est un matériau idéal pour la fabrication de diodes électroluminescentes, et de diodes lasers et il a été l'objet d'une grande attention dans la décennie passée [2,3]. Récemment, les matériaux nanostructures comme le GaN ont suscité beaucoup d'intérêt, en raison de leurs grandes perspectives en science physique fondamentale, et en optoélectronique [4,5].

Le GaN fait partie des groupes des nitride qui émettent à des courtes longueurs d'ondes telles que le bleu, et pour les diodes électroluminescentes dans l'UV.

Le GaN n'est pas un semi-conducteur «nouveau» puisque les recherches sur ce matériau ont débuté au milieu des années 60, et la première DEL bleue métal-isolant- semi-conducteur à base de GaN a été élaborée en 1971 par PanKove [6], puis commercialisée. Cependant, le développement des nitrides a longtemps été limité par la mauvaise qualité du matériau obtenu, et par les échecs dans la tentative de dopage p. Les recherches récentes ont, depuis, montré la voie pour l'obtention de nitrure de gallium (GaN) de bonne qualité. Ces étapes ont été déterminantes pour le développement des DEL et lasers à base de nitrides de l'élément III. Les premières DEL de forte luminosité ont été réalisées en 1994 par Nakamura [7] du groupe



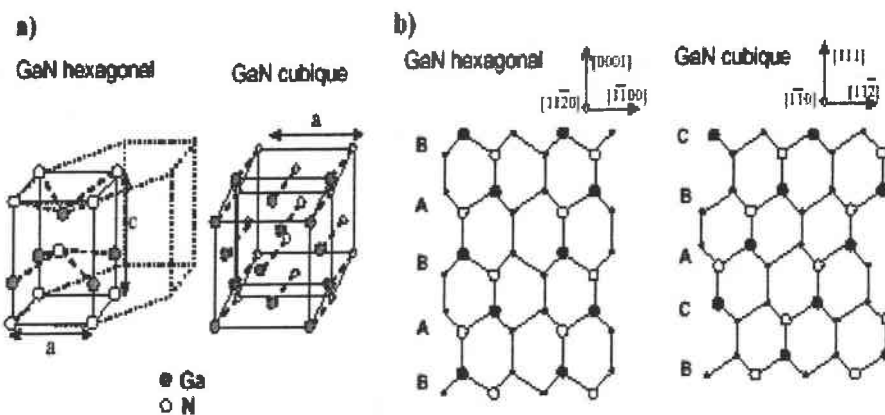
NICHIA au Japon. Ces réalisations ont fait du nitrure de gallium l'axe de recherche principal pour l'obtention des émetteurs bleus.

L'objectif de ce travail est de contribuer à une meilleure compréhension des propriétés optiques guidantes des couches minces de GaN, en vue des applications en optique intégrée.

#### IV.1.2 Structure Cristalline

Le nitrure de Gallium cristallise sous deux phases différentes. La phase hexagonale qui est thermodynamiquement stable (structure wurtzite: h-GaN), et la phase cubique (structure blende de zinc: c-GaN) qui est thermodynamiquement métastable.

La structure wurtzite est constituée de deux réseaux hexagonaux, l'un avec les atomes de gallium, l'autre avec les atomes d'azotes, interpénétrés et décalés suivant l'axe c de  $5/8^{\text{ième}}$  de la maille élémentaire. La structure blende de zinc est constituée de deux sous réseaux cubiques faces centrées, chacun comprenant un type d'atome, interpénétrés et décalés d'un quart par rapport à la diagonale de la maille. L'arrangement des atomes dans la maille de chacune de deux structures est représenté dans la figure (IV.1).



**Figure (IV.1) :** a) Arrangement des atomes dans la maille élémentaire de GaN et b) séquences d'empilement des atomes dans les plans  $\{1120\}$  et  $\{110\}$  des structures hexagonales et cubiques respectivement.

Les paramètres de maille à température ambiante de la structure hexagonale et cubique sont :  $a$  (h-GaN) = 3,189 Å et  $c$  (h-GaN) = 5,185 Å, et  $a$  (c-GaN) = 4,511 Å [8]. Les largeurs de bande interdite à 300 K sont de 3,39 eV pour la structure hexagonale et 3,23 eV pour la structure cubique [9]. En ce qui concerne l'indice de réfraction, dans le cas d'une structure hexagonale, il varie typiquement entre 2,34 et 2,8 dans les gammes d'énergies correspondant aux études rapportées par Shokhovets et *al.* [10] (cf. figure (IV.2)).

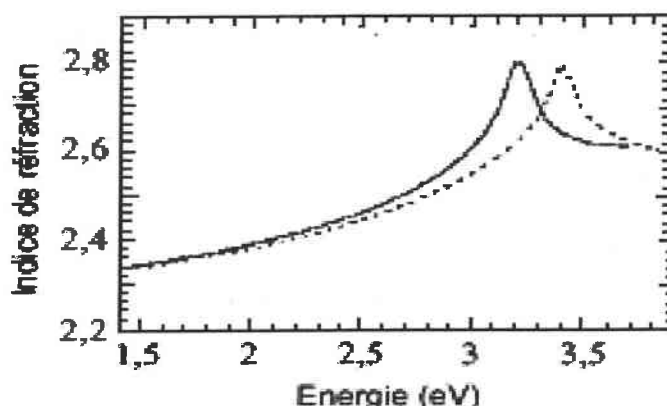


Figure (IV.2) : Indice de réfraction de GaN hexagonale (trait pointillé) [Shokhovets 10]

### Le choix de substrat pour le GaN hexagonal

Le problème rencontré pour l'épitaxie du nitrure de gallium est de trouver un substrat avec un bon accord de maille. Les substrats les plus utilisés, leurs paramètres de maille et coefficients de dilatation thermique sont répertoriés dans le tableau (IV.1).

Substrats	Structure cristalline	Paramètres de maille (Å)	Coefficients de dilatation thermique $\Delta a/a, \Delta c/c$ ( $\times 10^{-6} K^{-1}$ )
Saphir ( $Al_2O_3$ )	hexagonale	$a=4,758 ; c=12,99$	$a : 7,5 ; c : 8,5$
6H SiC	wurtzite	$a=3,08 ; c=15,12$	$a : 4,2 ; c : 4,68$
Si (111)(100)	Cubique	$a=5,4301$	$a : 3,59$
GaAs (111)(100)	Cubique	$a=5,6533$	$a : 6$
ZnO	wurtzite	$a=3,250 ; c=5,213$	$a : 8,25 ; c : 4,75$
AlN (couche tampon)	wurtzite	$a=3,112 ; c=4,982$	$a : 4,2 ; c : 5,3$

Tableau (IV.1) : paramètres de maille et coefficients de dilatation thermique des substrats les plus employés pour la croissance de GaN [11].

La majorité des couches de GaN élaborées à l'heure actuelle sont déposées sur substrat de saphir. Ce substrat présente les avantages d'un coût relativement faible et surtout d'une grande stabilité en température. Mais il présente aussi des inconvénients :

- Un isolant électrique et thermique.
- Il présente un désaccord de maille de 30% entre les plans de base du h-GaN et le saphir, qui est réellement inférieure à 15% [11].

Malgré ces différences, le saphir est le substrat qui a permis l'élaboration des dispositifs à base de GaN très performants actuellement.

### IV.1.3 Croissance de GaN (Echantillon provenant du CRHEA, Valbonne)

L'échantillon de GaN étudié dans ce travail a été élaboré, au laboratoire CRHEA-CNRS de l'université Sophia-Antipolis de Nice, par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (PEVOM). Les couches de GaN fabriquées dans ce centre de recherche sont très performantes.

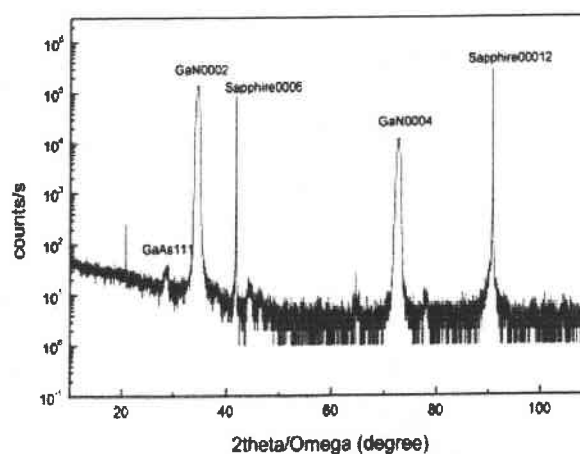
La PEVOM consiste à réaliser une pyrolyse de l'ammoniac et d'un composé organométallique (triméthylgallium (TMGa) ou triéthylgallium (TEGa)) à la surface du substrat chauffé.

Les étapes de la croissance sont les suivantes : le substrat est tout d'abord chauffé à haute température (typiquement 1050°) sous flux d'ammoniac. Il se produit alors une « nitruration » du substrat qui permettra une meilleure nucléation de la couche tampon (AlN) [12]. La couche tampon est ensuite déposée à basse température (typiquement 550°C), puis cristallisée à la température de croissance de la couche (1050°C) avant l'épitaxie d'une couche épaisse de GaN dans un réacteur vertical en utilisant TMGa et l'ammoniaque.

## IV.2 Etude de couches de GaN pour l'optique intégrée

### IV.2.1 Etude structurale du GaN

La figure (IV.3) présente le spectre de diffraction rayon X d'une couche de GaN élaborée au CRHEA par la même technique de dépôt.



**Figure (IV.3) :** Spectre de diffraction rayon X d'une couche de GaN déposée sur saphir au CRHEA [<http://www.crhea.cnrs.fr/CRHEA/Index.htm>].

Elle montre que l'orientation de l'axe optique de cette couche de GaN déposée sur saphir (0001) est suivant la normale à la surface du substrat.

### Spectre de transmission

La figure (IV.4) représente le spectre de transmission et réflexion optique en fonction de la longueur d'onde de la couche de GaN déposée sur saphir.

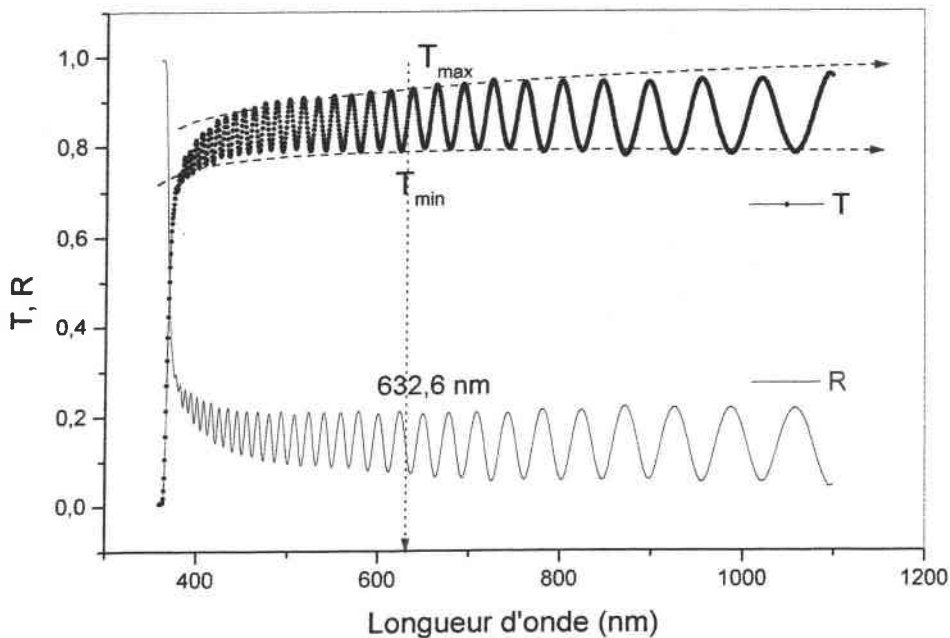


Figure (IV.4) : Spectres de transmission et de réflexion obtenus sur la couche de GaN

A partir du spectre de transmission et de réflexion de la couche mince de GaN représenté dans la figure (IV.4) on peut remonter à l'indice et à l'épaisseur à l'aide de la méthode de l'enveloppe [13 AYADI]. Le modèle théorique a été rappelé dans le chapitre précédent.

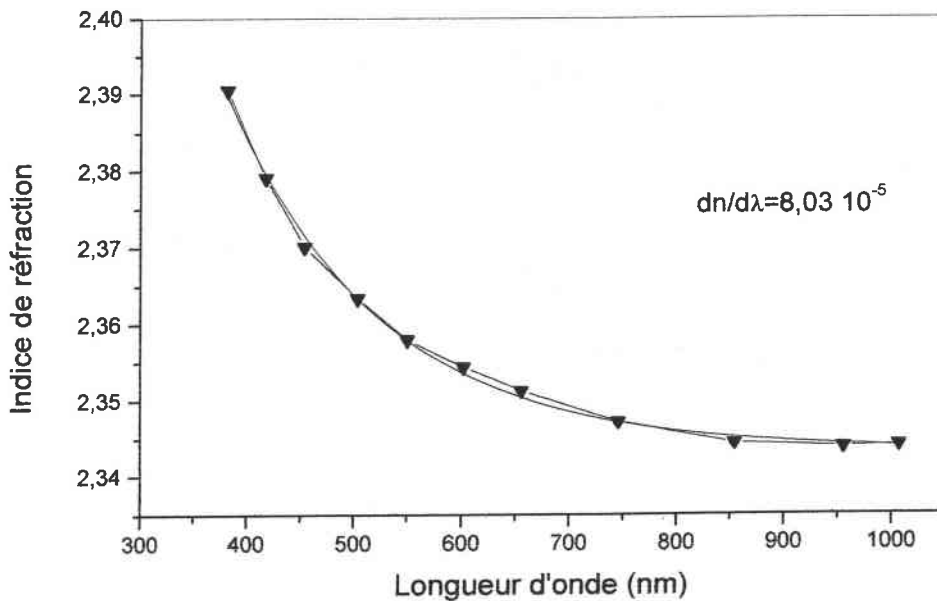
Pour une longueur d'onde de  $\lambda_1 = 632$  ( $T(633)=0,874$ ) nm on a deux valeurs de transmission :  $T_M(\lambda_1) = 0,9311$ , et  $T_m(\lambda_1) = 0,7894$ .

On remplace ces valeurs dans les équations (III.2) et (III.3) du chapitre III. On peut remonter à une valeur approximative de l'indice réfraction de GaN, qui est de l'ordre de  $10^{-3}$ :  $n = 2,352$ . Cette valeur est très proche de celle rapportée par Dogheche sur un film mince de AlGaN [14] élaboré par MOCVD et à une longueur d'onde de 632,8 nm.

La détermination de l'épaisseur  $d$  est indépendante de la longueur d'onde, elle a pour valeur:  $d = 2.87 \pm 10^{-2} \mu\text{m}$ .

L'extrapolation du spectre de transmission sur l'axe des abscisses nous permet de remonter à l'énergie du gap  $E_g = h\nu$ . Pour  $\lambda_c = 362,87 \text{ nm}$ ,  $E_g$  a pour valeur  $3,425 \text{ eV}$  et cette valeur est similaire à celle rapportée par Nakamura [1].

Enfin, à partir de ce spectre de transmission  $T(\lambda)$ , on peut remonter à la dispersion de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde, en utilisant la méthode proposée par K. AYADI [13] - figure (IV.5).



**Figure (IV.5):** La dispersion de l'indice de réfraction du film de GaN obtenu à partir du spectre de transmission et de réflexion optique.

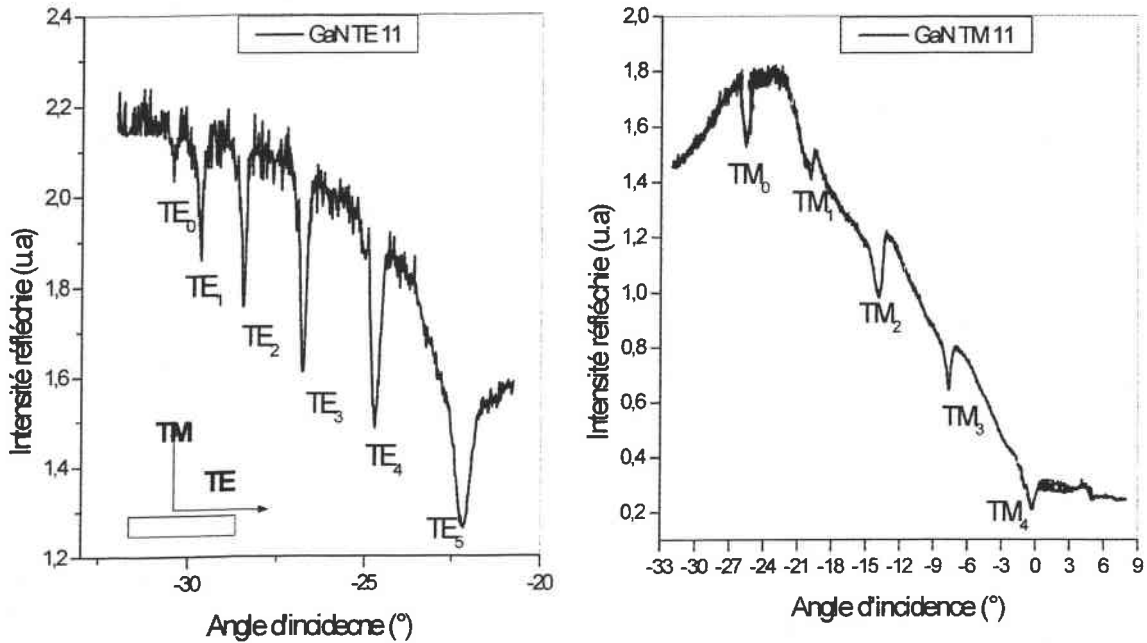
La déviation standard de l'indice de réfraction obtenue à partir du spectre de transmission, est de l'ordre de 0,012. Cette courbe de dispersion est en bon accord avec celle trouvée par Yu et al. [15].

## IV.2.2 Etude optique du GaN

### a- Spectre des modes guidés

Nous avons caractérisé cette couche par la spectroscopie des lignes noires. La figure (IV.6.a) présente le spectre des modes guidés en polarisation TE. La couche est multimodes. A noter,

que les modes sont bien fins indiquant un bon confinement de la lumière qui s'est traduit par une propagation de la lumière pour chaque mode guidé dans la couche, observé visuellement. Le spectre des modes guidés en polarisation TM est représenté sur la figure (IV.6.b).



**Figure (IV.6):** (a) Spectre de mode guidé en polarisation TE de la couche GaN.  
(b) Spectre de mode guidé en polarisation TM de la couche GaN.

On a excité cinq modes guidés en polarisation TM. On observe visuellement une propagation de la lumière dans la couche guidante pour chaque mode excité.

Cependant, on observe une décroissance de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle d'incidence. Nous avons obtenu des spectres similaires avec des couches de ZnO (chapitre III), nous devons souligner que c'est un phénomène surprenant qui pourrait être dû à la fois à des effets de surface de la couche et à des problèmes de manipulation - point de couplage qui se déplace qu'on passe par l'angle zéro.

Les valeurs des indices effectifs théoriques et expérimentaux sont rapportées dans le tableau (IV.2).

	mode	Angle externe $\theta^\circ$	$N_m$ exp	$N_m$ the	diff
TE	0	-30.37	2.3517	2.3517	-0.0000
	1	-29.64	2.3453	2.3455	-0.0002
	2	-28.52	2.3353	2.3351	-0.0002
	3	-26.90	2.3205	2.3206	-0.0001
	4	-24.940	2.3021	2.3017	0.0004
TM	5	-22.47	2.2782	2.2785	-0.0003
	0	-32.67	2.168	2.1681	-0.0001
	1	-26.51	2.1347	2.1349	-0.0002
	2	-20.50	2.0757	2.0750	-0.0007
	3	-14.26	1.9925	1.9925	-0.0000
	4	-7.94	1.9217	1.9209	0.0008
	5	-1.86	1.8494	1.7915	0.0479

**Tableau (IV.2) :** Comparaison des valeurs  $N_m$  théoriques et expérimentales de la couche mince de GaN.

On observe un très bon accord entre les valeurs mesurées et théoriques. Par conséquent, on peut conclure que la couche de GaN se comporte comme un guide à saut d'indice. Cela signifie que la croissance de GaN sur des substrats de saphirs s'effectue d'une manière homogène. C'est un résultat attendu compte tenu du bon accord de maille entre le GaN et le substrat de saphir.

A partir des indices effectifs mesurés, on peut calculer les valeurs absolues des indices de réfraction en TE et TM à 632,8 nm et l'épaisseur de la couche de GaN.

Elles sont reportées dans le tableau suivant :

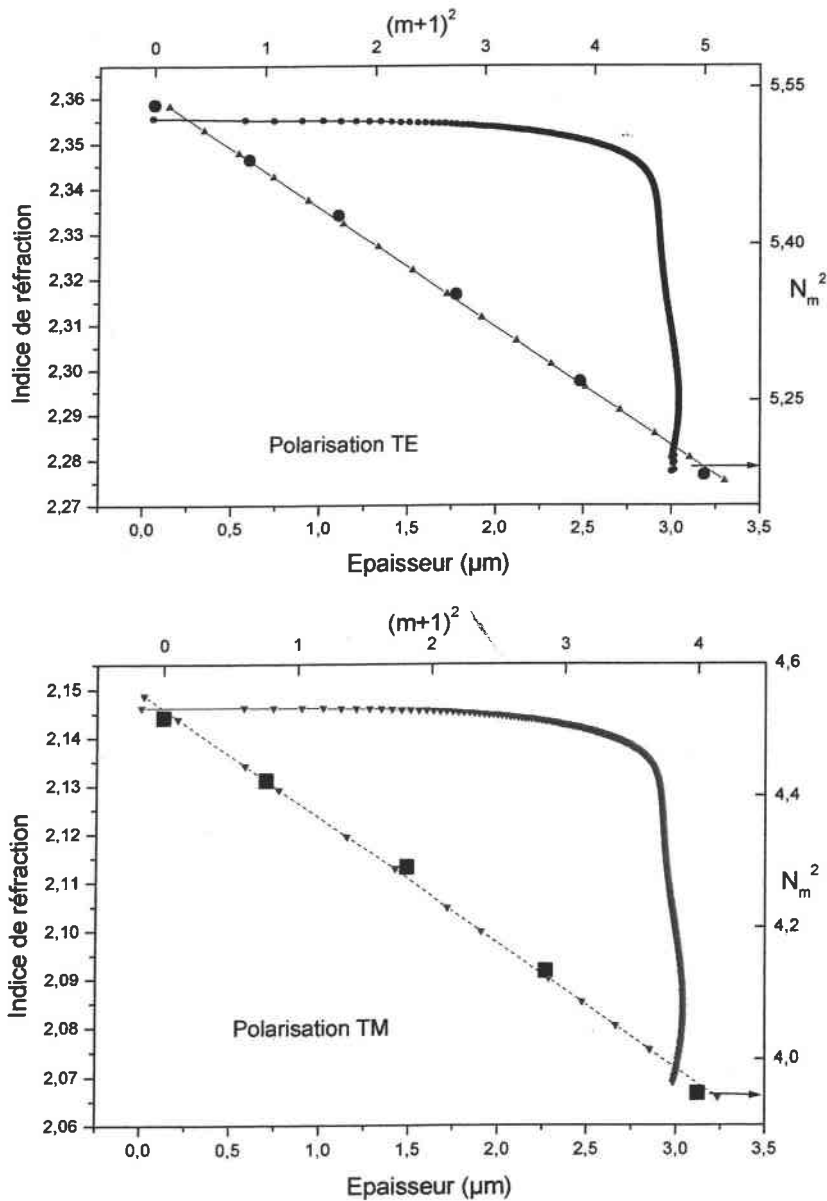
$n_{TE}$	$n_{TM}$	$e$ ( $\mu\text{m}$ )
$2.354 \pm 0.008$	$2.181 \pm 0.004$	$2,98 \pm 0.02$

**Tableau (IV.3):** Les paramètres optogéométriques de la couche du GaN.

La valeur de l'indice de réfraction en polarisation TE est en bon accord avec celle trouvée par les mesures faites en transmission. Des mesures similaires menées par John et *al.*, [16] sur des couches de GaN ont donné les résultats suivants :  $n(\text{GaN}/\text{SiO}_2/\text{SiC}) = 2,22$  à  $1,96$  eV, et  $n(\text{GaN}/\text{SiC}) = 2,24$  à la longueur d'onde  $632,8$  nm.

**b- Profil d'indice**

La figure (IV.7) montre le profil d'indice de cette couche, obtenu par la méthode iWKB, à partir des valeurs des indices effectifs mesurées en polarisation TE et TM.



**Figure (IV.7):** Profils d'indices obtenus par la méthode iWKB de la couche GaN en polarisation TE et TM.  $N_m^2 = f((m+1)^2)$  qui montre que la structure GaN /  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se comporte comme un guide à saut d'indice.



On peut constater que les indices de réfraction restent constants dans le corps de la couche de GaN et subissent une chute abrupte au niveau de l'interface couche- substrat. C'est le comportement typique d'une 'marche d'escalier'. Nous avons, également, rapporté l'évolution de  $N_m^2$  en fonction de  $(m+1)^2$  qui a été ajustée par une fonction linéaire, montrant ainsi qu'il s'agit bien d'une structure guidante à saut d'indice.

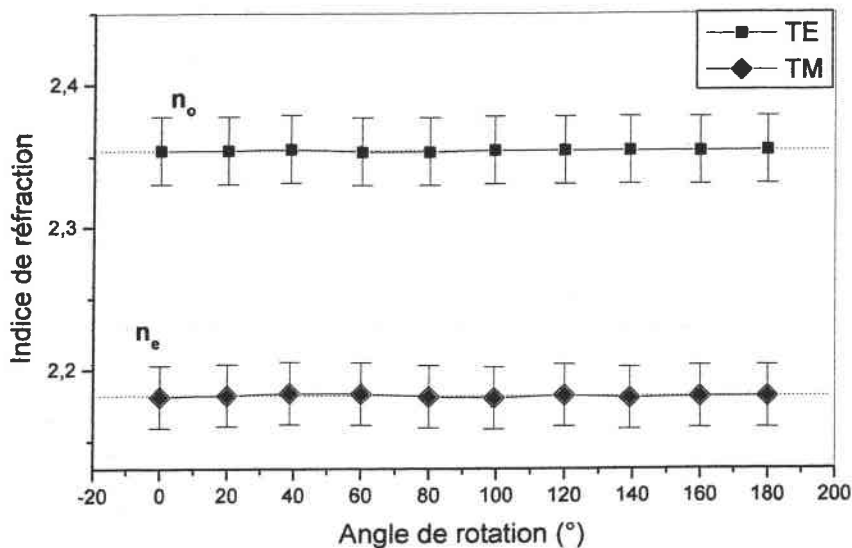
A partir des profils d'indices de la couche GaN on retrouve les mêmes valeurs d'indices et d'épaisseurs mesurées par transmission.

En somme, tous ces résultats s'accordent à montrer que la couche de GaN est 'optiquement' homogène dans la direction perpendiculaire à la surface du substrat.

### c- Etude de l'anisotropie

Nous avons étudié l'anisotropie optique de la couche de GaN, pour déterminer l'orientation de l'axe optique en utilisant le principe de la technique rappelée dans le premier chapitre.

La figure (IV.8) présente la variation des indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$  en fonction de la variation de l'angle de rotation  $\theta$  de l'échantillon.



**Figure (IV.8):** Variation de l'indice en polarisation TE et TM de la couche de GaN en fonction de la variation de l'angle d'incidence.

On remarque que les indices de la couche guidante ne varient pas en fonction de l'angle  $\theta$  quelle que soit la polarisation TE ou TM utilisée. Conformément aux analyses théoriques rapportées dans les chapitres précédents, nous pouvons conclure que l'axe optique  $\xi$  de la

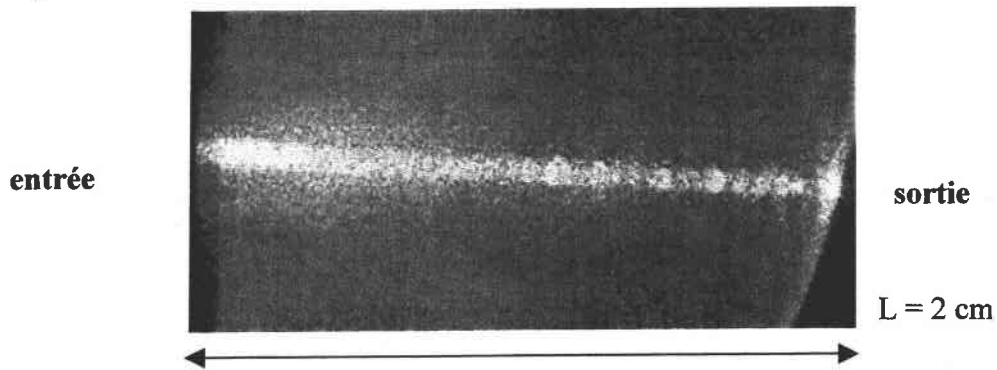
couche GaN est perpendiculaire à la surface du substrat. Dans ces conditions, l'indice  $n_{TE}$  correspond à l'indice ordinaire et l'indice  $n_{TM}$  représente l'indice extraordinaire.

**Mesure des pertes optiques**

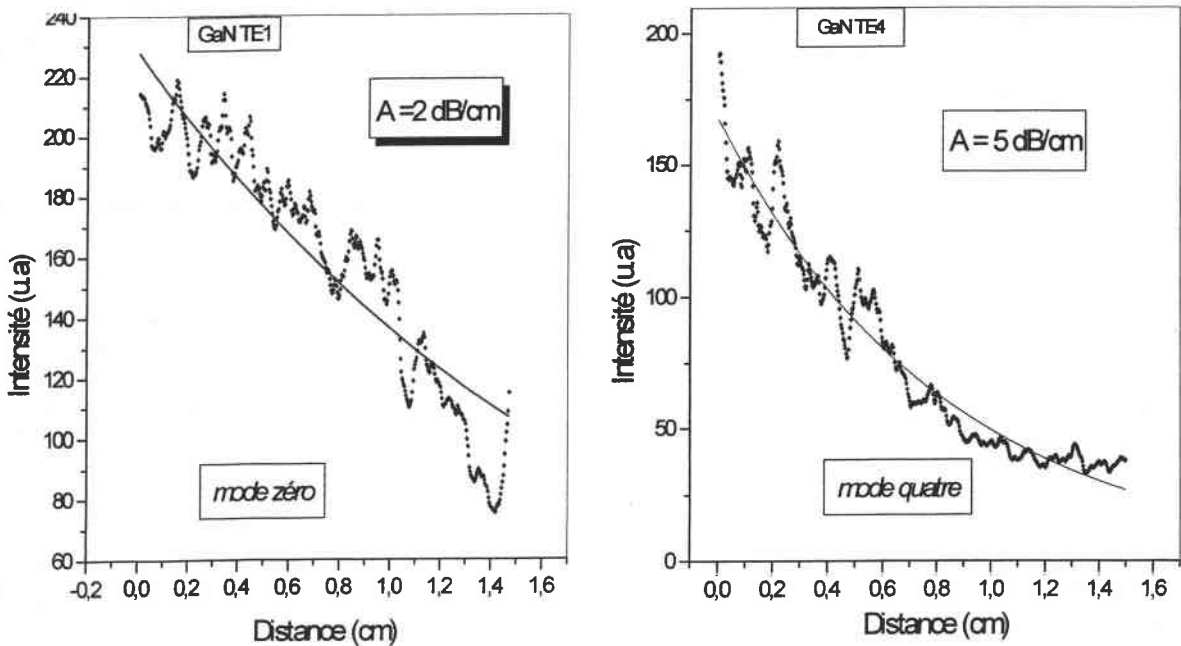
Nous avons effectué des mesures de pertes sur cette couche à différentes longueurs d'onde: 632, 1300 et 1550 nm. La technique utilisée est basée sur la spectroscopie des lignes noires associée à une caméra CCD.

**Les pertes à 632 nm**

La figure (IV.9) nous montre une photo de la propagation de la lumière dans la couche guidante pour le mode d'ordre zéro avec une polarisation TE.



**Figure (IV.9):** Image de la propagation de la lumière dans une couche de GaN à une longueur d'onde de 632 nm ( $L = 2$  cm).



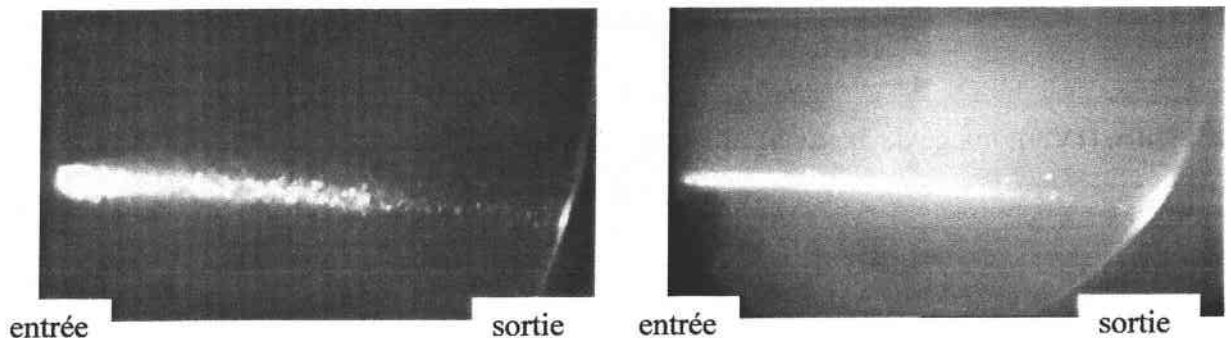
**Figure (IV.10):** Intensité diffusée en fonction de la longueur de propagation de GaN, des modes d'ordre zéro et quatre ( $\lambda=632,8$  nm).

La figure (IV.10) montre la variation de l'intensité lumineuse en fonction de la longueur de propagation pour les modes zéro et quatre. L'ajustement des données expérimentales par le modèle théorique rappelé dans le premier chapitre permet de déterminer les valeurs de pertes optiques. Elles sont de l'ordre de 2 dB/cm pour le mode  $m = 0$  et de l'ordre 5 dB/cm pour le mode  $m = 4$ . Les modes d'ordre élevés subissent plus de réflexion interne lors de la propagation et donc ils sont plus sensibles à la rugosité de surface de l'échantillon.

Cependant, ces pertes sont relativement faibles, ce qui indique la bonne qualité optique de la couche de GaN.

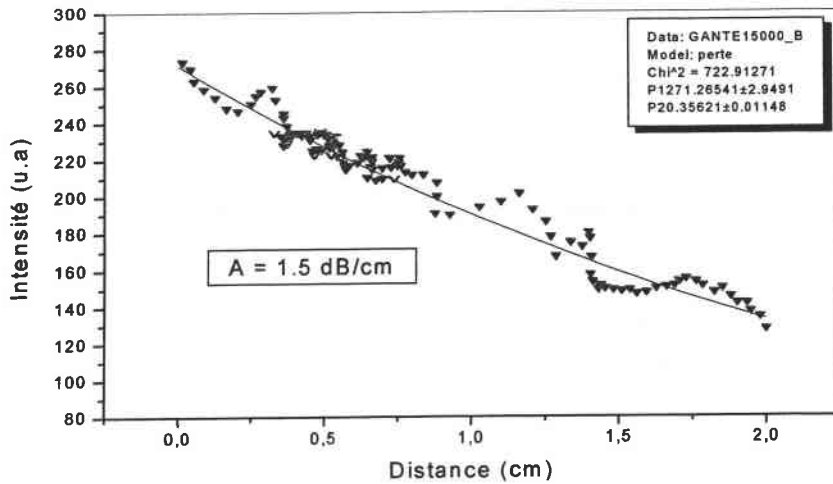
### **Les pertes à 1550 nm**

De la même façon, on a mesuré les pertes optiques avec une diode laser de longueur d'onde 1550 nm. Deux modes guidés ont été observés pour des angles d'incidence égaux à  $-2,39^\circ$  et  $0,75^\circ$ . La figure (IV.11) représente la propagation des modes  $m=0$  et 1 en polarisation TE.



**Figure (IV.11):** La propagation de la lumière dans une couche guidante de GaN à une longueur d'onde de 1550 nm ( $m=0$  et 1, en polarisation TE).

A titre d'exemple, le résultat de l'analyse de l'évolution de l'intensité lumineuse en fonction de la longueur de propagation est rapporté dans la figure (IV.12). Les pertes trouvées sont de l'ordre de 1,5 dB/cm.

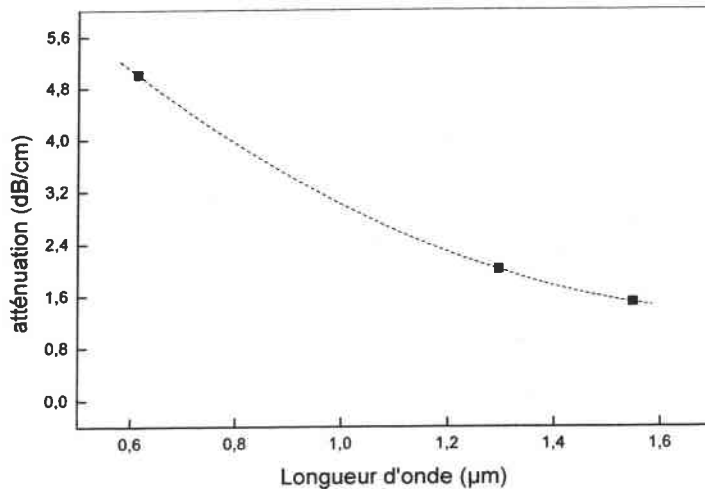


**Figure (IV.12):** Intensité diffusée en fonction de la longueur de propagation dans le GaN, du mode zéro en polarisation TE ( $\lambda=1550$  nm).

### Les pertes à 1300 nm

La même mesure des pertes a été effectuée en utilisant une diode laser émettant à 1300 nm. Les pertes mesurées sont de l'ordre de 2 dB/cm pour le mode d'ordre zéro.

A partir de ces mesures de pertes à trois longueurs d'onde différentes, on peut dire que les pertes optiques diminuent quand on augmente la longueur d'onde utilisée. La variation de l'atténuation en fonction de la longueur d'onde est représentée dans la figure suivante:



**Figure (IV.15):** La variation de l'atténuation en fonction de la longueur d'onde.

Cette figure suit une loi en  $\lambda^{-4}$  (la diffusion de Rayleigh), qui montre que dans cet intervalle de  $\lambda$  c'est la diffusion en surface et en volume qui prédominent. Ce résultat montre aussi la bonne qualité optique de la couche de GaN avec une dispersion de l'atténuation égale à  $\sim 2$  dB/(cm $\times$ micron).

### IV.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié les propriétés optiques de couche mince de GaN déposée sur un substrat de saphir par EPVOM.

Les mesures des spectres de transmission nous ont permis de déterminer la dispersion de l'indice de réfraction, et l'énergie du gap. Ces résultats sont en bon accord avec ceux rapportés par d'autres auteurs.

Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons montré pour la première fois, la faisabilité de couche guidante de GaN déposée sur des substrats de saphir par la technique EPVOM.

En effet, nous avons montré l'excitation de modes guidés en polarisation TE et TM. L'étude des profils d'indices  $n_{TE}$  et  $n_{TM}$ , en utilisant la méthode iWKB, a montré que la couche de GaN se comporte comme un guide à saut d'indice et que la croissance de la couche s'effectue d'une manière homogène dans la direction perpendiculaire à la surface du substrat. En plus, aucune couche 'de passage' n'a été observée en raison du bon accord de mailles entre le saphir et le GaN.

Nous avons également étudié l'anisotropie optique en utilisant la technique du couplage par prisme modifié pour permettre la rotation de l'échantillon en dessous du prisme. Les résultats ont montré que l'axe optique de cette couche est perpendiculaire à la surface du substrat. Dans ces conditions, la couche étudiée correspond à un matériau uniaxe négatif ayant une biréfringence de l'ordre de 0.017.

Enfin, nous avons montré que les pertes optiques augmentent en fonction de l'ordre de mode dans le domaine du visible. Ces pertes sont de l'ordre de  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  pour le mode  $m=0$ , par exemple. D'autre part, elles sont inférieures à  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  pour des longueurs d'onde dans le domaine IR.

Finalement, ce travail montre qu'il est possible d'obtenir des couches de GaN guidantes, homogènes, bien orientées et qui présentent des faibles pertes. Cela confirme l'intérêt d'utiliser ce matériau pour développer des composants optoélectroniques intégrés.

## Références

- [1] S. Nakamura, Science 281 (1998) 956.
- [2] X. L. Chen, Y. G. Cao, Y. C. Lan, X. P. Xu, T. Xu, K. Q. Lu, Y. D. Yu, J. K. Liang, J. Crystal Growth 209 (2000) 208.
- [3] A. Morales, C. M. Lieber, Science 279 (1998) 208.
- [4] J. D. Holmes, K. P. Johnston, R. C. Doty, B. A. Korgel, Science 287 (2000) 1471.
- [5] X. F. Duan, C. M. lieber, J. Am. Chem. Soc. 122 (2000) 188.
- [6] Pankov, J., Miller, E. A., Berkeyeiser, J. E., « GaN Electroluminescent diodes », RCA Review, 1971, vol. 32, p. 383.
- [7] Nakamura, S., Senoh, M., Nagahama, S., Iwasa, N., Matsushita, T., Mukai, T., « InGaN/GaN/AlGaIn-based LEDs and laser diodes » MRS Internet J. Nitride semicond. Res. [on line], 1999, vol. 4S1, article G1.1, 17p. (<http://nsr.mij.mrs.org/4S1/G1.1/>).
- Voir aussi : Nakamura et al, Appl. Phys. Lett., 1998, vol. 72, n°2, pp. 211-213.
- [8] S. Strite, M. E. Lin, H. Morcoç, Thin Solid Films, (1999) vol. 231, pp. 197-210.
- [9] AS, D. J., D. Schmilgus et al., Appl. Phys. Lett., (1997) vol. 70, n° 10, pp. 1311-1313.
- [10] S; Shokhovets et al. J. Appl. Phys., 1998, vol. 84, n° 3, pp. 1561-1566.
- [11] Agnès Philippe, Thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1999.
- [12] N. Grandjean, J. Massies, M. Leroux, « nitridation of sapphire. Effet on the optical properties of GaN epitaxial overlayer », Appl. Phys. Lett. 1996, vol.69, n° 14, pp. 2071-2073.
- [13] K. Ayadi, N. Haddaoui, «A new approach to the determination of optical constants and thickness of thin dielectric transparent films » Journal of Materials science: Materials in Electronics, 11 (2000) pp. 163-167.
- Voir aussi : J. C. Manifacier, J. Gasiot and J. P. Fillard, Journal of Physics E: Scientific Instruments 1976, Vol. 9, pp. 1002-1004.

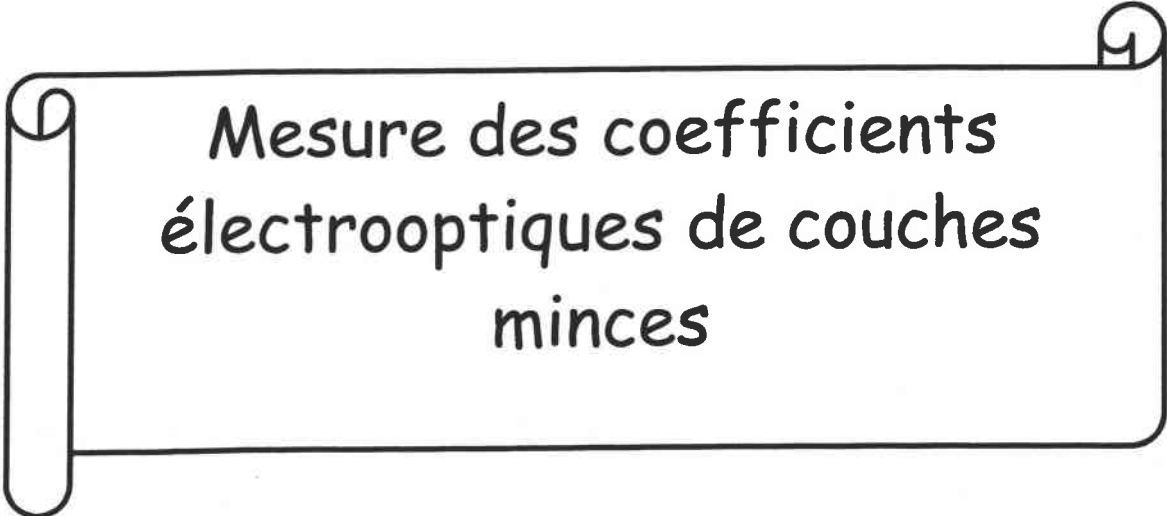
- [14] E. Dogheche, D. Remiens and F. Omnes, Applied Physics Letters, V. 74, N°26 (1999),pp. 3960-3962.
- [15] Yu, G., G. Wang et *al.*, Appl. Phys. Lett. 70 (24), (1997), pp. 3209-3211.
- [16] John T. Torvik and Jacques I. Pankove, Appl. Phys. Lett. 72 (2), (1998), pp. 244-245.

# CHAPITRE V : MESURE DES COEFFICIENTS ELECTROOPTIQUES DE COUCHES MINCES

<b>V.1 Introduction</b> .....	119
<b>V-2 L'effet électrooptique</b> .....	119
V-2-1 Rappel.....	119
V-2-2 Technique de mesures.....	120
<b>V-3 La technique du déplacement angulaire de modes guidés</b> .....	120
V-3-1 Principe.....	120
V.3.2 Caractérisation EO de guides de LiNbO <sub>3</sub> implantés He <sup>+</sup> .....	126
V.3.3 Application aux couches minces.....	131
<b>V.4 Conclusion</b> .....	132
<b>Références</b> .....	133



## Chapitre V



Mesure des coefficients  
électrooptiques de couches  
minces

## Mesure des coefficients électrooptiques de couches minces

### V-1 Introduction

Le développement des systèmes fonctionnels pour la communication et le traitement du signal par voie optique nécessite le contrôle du signal utilisé.

Pour cela, l'un des moyens les plus employés est l'effet électrooptique (EO). Il consiste à modifier l'indice de réfraction du milieu guidant en polarisation TE et TM par l'application d'un champ électrique externe. C'est la raison pour laquelle, de nombreux matériaux électrooptiques ont fait l'objet de travaux de recherche importants. Ainsi, des diélectriques sont couramment utilisés à cause de leurs excellentes propriétés électrooptiques. L'utilisation de ces matériaux en optique intégrée, où l'onde lumineuse se propage dans un milieu qui fait quelques micromètres d'épaisseur, nécessite la connaissance des propriétés électrooptiques de ces matériaux sous forme de couches minces.

Dans ce chapitre, nous allons d'abord rappeler les outils théoriques nécessaires pour comprendre cet effet d'optique non-linéaire, ensuite nous évoquerons les différentes techniques de mesure des coefficients électrooptiques utilisées. Nous présenterons la technique basée sur le déplacement angulaire de modes guidés, et les résultats obtenus dans les guides de  $\text{LiNbO}_3$  implantés hélium. Cette technique est celle que nous avons tenté d'appliquer à la caractérisation EO de couches minces.

### V-2 L'effet électrooptique

#### V-2-1 Rappel

L'effet électrooptique linéaire est également appelé l'effet Pockels [1]. Dans ce cas le changement d'indice de réfraction du matériau varie linéairement en fonction du champ électrique appliqué. Cet effet n'existe, généralement, que dans les cristaux non centrosymétriques tels que le niobate de lithium, le nitrure de bore hexagonal, l'oxyde de zinc, et le nitrure de gallium.

D'autre part, l'effet EO linéaire correspond à une modification de l'ellipsoïde des indices sous l'action d'un champ électrique  $E_a$  appliqué au cristal.

Les guides d'ondes qu'on va étudier sont des milieux uniaxes bien orientés dont l'axe optique correspond à la direction  $z$  du champ de polarisation. La réponse non linéaire du matériau est décrite par le tenseur électrooptique  $[r]$ .

### **V-2-2 Technique de mesures**

La mesure des coefficients électrooptiques des matériaux non linéaires organiques ou non organiques ont fait l'objet de beaucoup de travaux de recherches [1]. Différentes techniques ont été développées pour mesurer les coefficients électrooptiques des guides d'ondes. On note par exemple la technique basée sur l'interférométrie de Mach-Zehnder [2,3,4,5] et le changement de la polarisation optique [6]. Pour ce dernier cas, la mesure est effectuée en utilisant le décalage angulaire des modes TE et TM dans le guide d'ondes dû à une tension appliquée le long de l'axe optique du cristal qui va créer un changement de l'indice de réfraction. L'interféromètre de Mach-Zehnder est basé sur l'utilisation de deux bras pour guider un faisceau optique, dont un est placé entre une paire d'électrodes. Le déphasage de la lumière guidée dans les deux bras se produit quand une tension est appliquée aux électrodes et crée, ainsi, un phénomène d'interférence à la sortie du composant intégré.

D'autres méthodes utilisent la modification de l'angle résonnant de couplage dans le guide d'ondes provoqué par le changement d'indice de réfraction quand une tension est appliquée [7,8,9,10].

C'est la technique que nous nous proposons d'utiliser dans la configuration 'm-lines' pour mesurer les propriétés EO des couches minces.

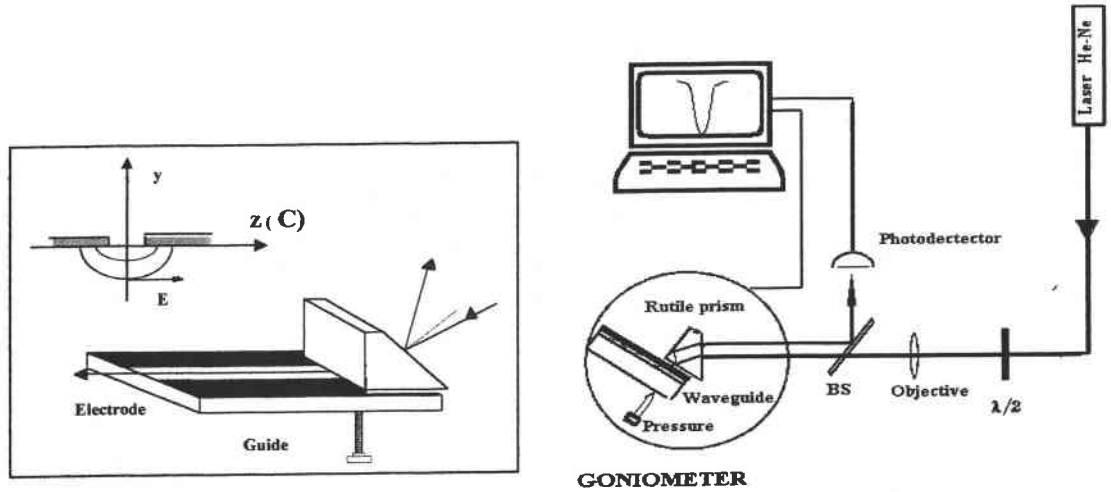
## **V-3 La technique du déplacement angulaire de modes guidés**

### **V-3-1 Principe**

Les mesures sont effectuées en utilisant la spectroscopie des m-lignes [11]. Les mesures comprennent deux étapes: la première étape consiste à mesurer le spectre de modes guidés sans l'application d'un champ électrique. Dans la deuxième étape, nous mesurons le même spectre avec l'application d'un champ électrique à travers deux électrodes déposées sur l'échantillon. La variation de l'indice de réfraction dû à l'effet EO provoque un déplacement

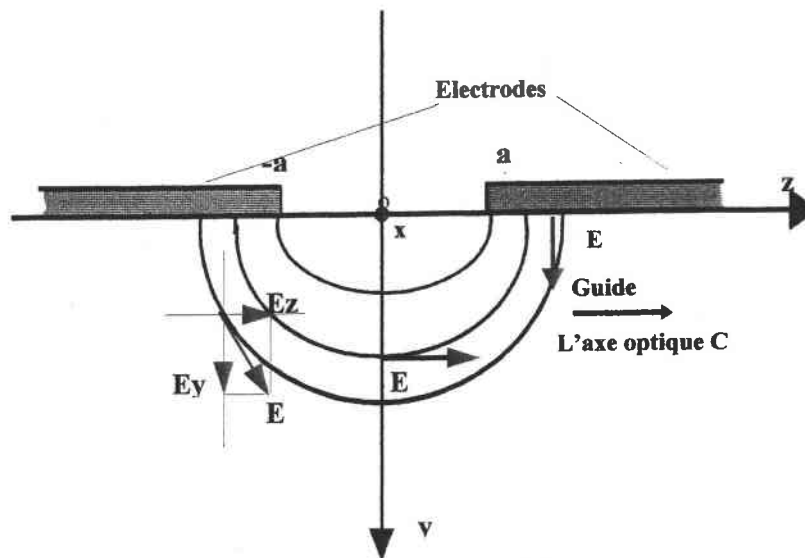
---

angulaire de modes guidés. Ensuite, la mesure du décalage angulaire des angles synchrones permet de remonter aux coefficients EO de la région guidante.



**Figure (V.1):** Montage m-lines, pour mesurer les déplacements angulaires des angles synchrones.

A noter que les électrodes peuvent être en 'sandwich' ou co-planaires (figure V.2). Ce dernier cas nécessite l'étude de la distribution réelle du champ électrique à l'intérieur du guide.



**Figure (V.2):** Distribution du champ électrique dans le cas de deux électrodes coplanaires en différents points du guide d'onde.

Pour analyser le champ électrique statique dans le guide, nous pouvons utiliser la méthode de la transformation conforme. A titre d'exemple, on peut montrer que nous pouvons écrire [12]:

$$E_z = -\frac{\partial u}{\partial z} = \frac{V}{\pi\sqrt{2}} \frac{\left\{ (a^2 + z^2 + y^2) + [a^4 + z^4 + y^4 + 2z^2y^2 + 2a^2(y^2 - z^2)]^{1/2} \right\}^{1/2}}{[a^4 + z^4 + y^4 + 2z^2y^2 + 2a^2(y^2 - z^2)]^{1/2}} \quad (\text{V.1})$$

$$E_y = -\frac{\partial u}{\partial y} = \frac{V}{\pi\sqrt{2}} \frac{\left\{ -(a^2 + z^2 + y^2) + [a^4 + z^4 + y^4 + 2z^2y^2 + 2a^2(y^2 - z^2)]^{1/2} \right\}^{1/2}}{[a^4 + z^4 + y^4 + 2z^2y^2 + 2a^2(y^2 - z^2)]^{1/2}} \quad (\text{V.2})$$

On peut facilement montrer que la composante  $E_z$  du champ électrique varie très peu en fonction de la profondeur, et elle ne varie pas en fonction de  $z$  si l'on se place au milieu des électrodes. De plus, la composante  $E_y$  a une variation négligeable en fonction de  $Y$  ou de  $Z$ , si on se place au milieu des électrodes.

Finalement, A. Boudrioua et al [13] ont montré que dans le plan  $z = 0$  et au milieu des électrodes, on peut écrire :

$$E_z = \frac{V}{\pi(a^2 + y^2)^{1/2}} \quad \text{et} \quad E_y = 0 \quad (\text{V.3})$$

Dans nos expériences, l'épaisseur du guide est généralement très faible devant l'espace entre les électrodes ( $y \ll a$ ), donc on peut négliger la variation de champ électrique dans la direction OY et la composante  $E_z$  devient :

$$E_z = \frac{V}{\pi \cdot a \cdot \left(1 + \frac{y^2}{a^2}\right)^{1/2}} \approx \frac{V}{\pi \cdot a} \quad (\text{V.4})$$

Dans ces conditions, nous pouvons considérer champ électrique comme constant et donc nous pouvons nous affranchir du calcul de l'intégrale de recouvrement entre le champ électrique appliqué et le champ optique.

Par ailleurs, la variation du déplacement angulaire  $\Delta\alpha_m$  pour un mode d'ordre  $m$  peut s'écrire :

$$\Delta\alpha = \frac{d\alpha}{dn} \Delta n = \frac{d\alpha}{dN_m} \frac{dN_m}{dn} \Delta n \quad (\text{V.5})$$

Avec  $\Delta n$  qui est donnée par :

$$\Delta n = \frac{1}{2} n^3 r_{ij} \Delta E_z \quad (\text{V.6})$$

Donc, on peut montrer que :

$$\Delta\alpha_m = C \cdot \Delta V \quad (C: \text{constante}) \quad (\text{V.7})$$

Dans la pratique, on mesure le déplacement angulaire en fonction de la tension appliquée. L'ajustement de la courbe obtenue par une droite permet de déterminer la constante  $C$  ( $C_{no}$  et  $C_{ne}$  en polarisation TM et TE respectivement).

Finalement, à partir des relations (V.5), (V.6), (V.7) et l'équation de dispersion de modes guidés, on peut montrer que les coefficients EO  $r_{13}$  et  $r_{33}$  peuvent s'écrire :

$$r_{13} = \frac{2K_o}{n_o^3 \Gamma} C_{no} \quad \text{en TM} \quad (\text{V.8})$$

$$r_{33} = \frac{2K_e}{n_e^3 \Gamma} C_{ne} \quad \text{en TE} \quad (\text{V.9})$$

$K_o$  et  $K_e$  sont des constantes qui dépendent de la polarisation utilisée.

Boudrioua et *al.* [11,13] ont utilisé cette technique avec le modèle théorique développé précédemment, pour mesurer les coefficients EO de guides d'onde de  $\text{LiNbO}_3$  fabriqués par implantation de protons ( $\text{H}^+$ ). Ils ont montré que les coefficients EO  $r_{13}$  et  $r_{33}$  de la couche guidante sont préservés [13]. En plus, la variation de la dose implantée ne semble pas perturber les propriétés EO de ces guides.

Cependant, l'utilisation d'un champ statique et la mesure directe du déplacement angulaire des modes guidés demandent l'application d'une tension élevée ( de l'ordre de 1000 V). En plus la sensibilité et donc la précision de cette technique sont relativement faibles.

C'est la raison pour laquelle, nous nous sommes intéressés à l'amélioration de la même technique de mesure, en utilisant une détection synchrone, afin d'améliorer la sensibilité et le rapport signal – bruit.

Pour mettre au point cette amélioration, nous avons étudié un guide de LiNbO<sub>3</sub> fabriqué par implantation de He<sup>+</sup>.

### Cas de LiNbO<sub>3</sub>

Le niobate de lithium est l'un des matériaux qui présente l'effet Pockels le plus important. Il est souvent utilisé en optique intégrée pour réaliser des déphaseurs, des commutateurs d'états de polarisation. C'est un cristal uniaxe négatif qui a une symétrie trigonal. Son tenseur électro-optique linéaire est :

$$r = \begin{pmatrix} 0 & -r_{22} & r_{13} \\ 0 & r_{22} & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{51} & 0 \\ r_{51} & 0 & 0 \\ -r_{22} & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & -6.8 & 9.6 \\ 0 & 6.8 & 9.6 \\ 0 & 0 & 30.9 \\ 0 & 32.6 & 0 \\ 32.6 & 0 & 0 \\ -6.8 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ pm/V} \quad (\text{V.10})$$

Les termes les plus importants sont  $r_{13}$  et  $r_{33}$ .

Si on applique un champ électrique E parallèlement à l'axe optique (z), l'ellipsoïde des indices peut être exprimée par la relation suivante [1]:

$$\Pi_{11}x^2 + \Pi_{22}y^2 + \Pi_{33}z^2 + 2\Pi_{23}yz + 2\Pi_{31}zx + 2\Pi_{12}xy = 1 \quad (\text{V.11})$$

avec :

$$\Pi_{ij} = \Delta \left( \frac{1}{n_{ij}^2} \right) \quad (\text{V.12})$$

$$i, j = x, y, z$$

Les constantes  $\Pi_{ij}$  sont liées au champ électrique appliqué par la relation :

$$\begin{bmatrix} \Pi_{11} - \frac{1}{n_x^2} \\ \Pi_{22} - \frac{1}{n_y^2} \\ \Pi_{33} - \frac{1}{n_z^2} \\ \Pi_{23} \\ \Pi_{31} \\ \Pi_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} \\ r_{41} & r_{42} & r_{43} \\ r_{51} & r_{52} & r_{53} \\ r_{61} & r_{62} & r_{63} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix} \quad (\text{V.13})$$

Finalement, on peut écrire :

$$\Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_i = \sum_{j=1}^3 r_{ij} E_j \quad (\text{V.14})$$

où :  $r_{ij}$  sont les coefficients électrooptiques du matériau.

$i = 1,2,3,4,5,6$  et  $j = 1,2,3$  sont associés à  $x,y$  et  $z$  respectivement.

Quand l'axe optique est suivant  $oz$  ( $\mathbf{E} // \mathbf{Oz} ( // \mathbf{C} )$ ) :, l'équation (V.3) devient :

$$\left(\frac{1}{n_0^2} + r_{13} E_z\right) x^2 + \left(\frac{1}{n_0^2} + r_{13} E_z\right) y^2 + \left(\frac{1}{n_e^2} + r_{33} E_z\right) z^2 = 1 \quad (\text{V.15})$$

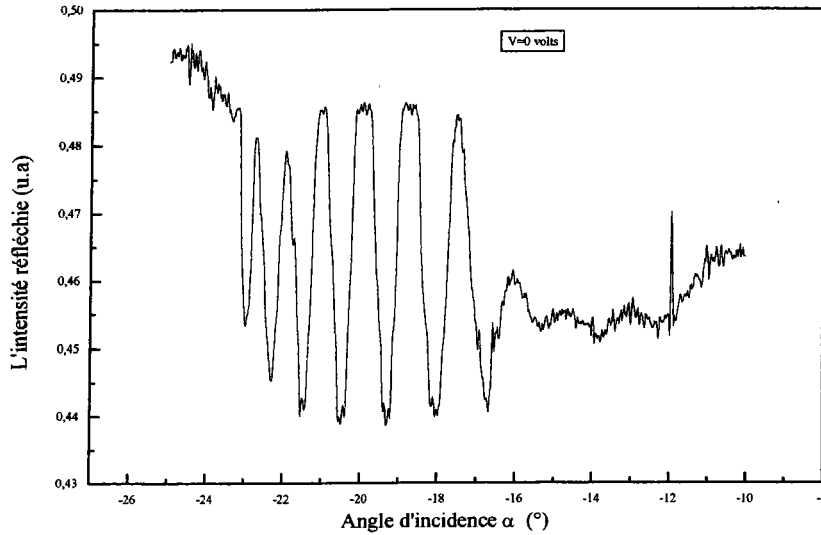
C'est une ellipsoïde dont les axes principaux sont associés aux indices propres du cristal.

Dans cette configuration, seuls les deux coefficients  $r_{13}$  et  $r_{33}$  interviennent, et provoquent ainsi une déformation de l'ellipsoïde des indices.



### V.3.2 Caractérisation EO de guides de LiNbO<sub>3</sub> implantés He<sup>+</sup>

Dans un premier temps, on mesure le spectre de modes guidés sans champ électrique. A titre d'exemple la figure (V.3) présente les modes TM d'un guide de LiNbO<sub>3</sub> : He<sup>+</sup> ( E = 2 MeV, D = 2x10<sup>16</sup> ions/cm<sup>2</sup>).



**Figure (V.3) :** Spectre de modes guidés du guide LiNbO<sub>3</sub> implanté He<sup>+</sup> en polarisation TM, sans champ électrique appliqué (V = 0V).

A partir de ces mesures, on détermine les paramètres optogéométriques de la couche guidante :

$$\begin{cases} n_o = 2,282 \pm 0,008 \rightarrow \text{TE} \\ n_e = 2,205 \pm 0,004 \rightarrow \text{TM} \\ e = 3,95 \pm 0,02 \end{cases}$$

Dans un deuxième temps, on mesure la variation de l'intensité réfléchie  $\Delta R_{\text{mesuré}}$  avec un champ électrique. Sachant que :

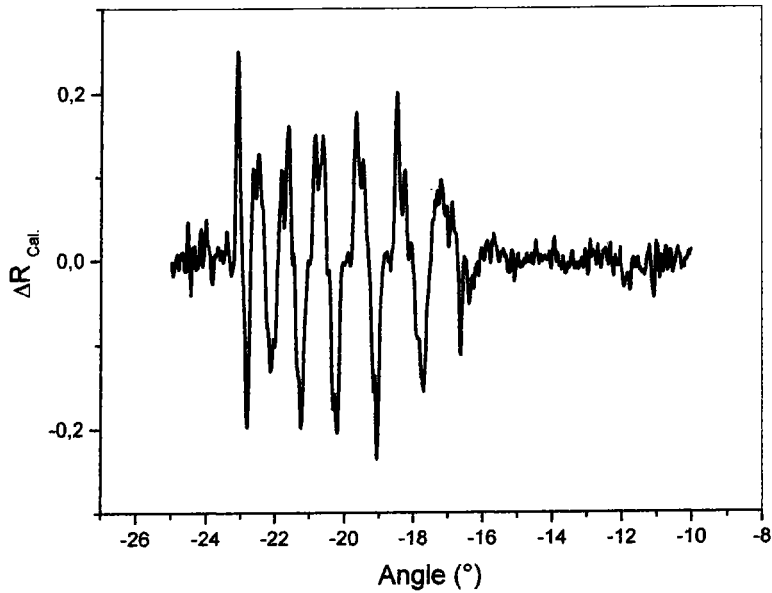
$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial \alpha} \Delta \alpha \quad (\text{V.16})$$

On calcule la dérivée angulaire du spectre des lignes noires ce qui donne  $\frac{\Delta R_{\text{théorique}}}{\Delta \alpha}$ . Par

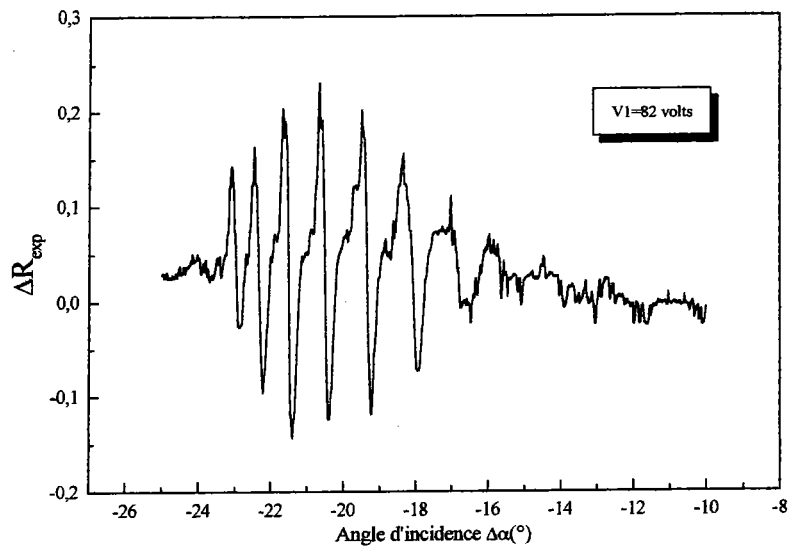
conséquent, on peut déterminer la variation angulaire comme suit :

$$\Delta \alpha_m = \frac{\Delta R_{\text{calculé}}}{\Delta R_{\text{mesuré}}}$$

A titre d'exemple les figures (V.4) (a) et (b) représentent la modulation de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle d'incidence calculée et mesurée pour une tension de l'ordre de 82 V, respectivement.



(a)



(b)

**Figure (V.4) :** Modulation de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle d'incidence.  
(a) Calculée et (b) mesurée pour une tension de l'ordre de 82 V (LiNbO<sub>3</sub>- He<sup>+</sup>).

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

m	$\alpha_m$	$N_m$	$\Delta R$ calculé	$\Delta R$ mesuré	( $\Delta R$ cal/ $\Delta R$ mes) = $\Delta\alpha_m$ (degré)
0	-15.7160	2.2085	0.4576	0.4681	<b>0.9775</b>
1	-15.1280	2.2021	0.2533	0.2563	<b>0.9882</b>
2	-14.3720	2.1838	0.3409	0.342	<b>0.9967</b>
3	-13.4480	2.1838	0.3678	0.3530	<b>1.0419</b>
4	-12.3560	2.1717	0.31	0.3194	<b>0.9705</b>
5	-11.0680	2.1572	0.2661	0.2695	<b>0.9873</b>

**Tableau (V.1) :** Mesure du déplacement angulaire  $\Delta\alpha$  à partir de  $\Delta R$  calculé et mesuré.

D'autre part, on peut écrire :

$$\Delta \alpha_m (\text{exp}) = \frac{\partial \alpha_m}{\partial e} \cdot \Delta e + \frac{\partial \alpha_m}{\partial n} \cdot \Delta n$$

Cette relation représente l'équation d'une droite de type : Cte = a X + b Y

Avec :

$$\begin{cases} a = \frac{\partial \alpha_m}{\partial e} \\ b = \frac{\partial \alpha_m}{\partial n} \end{cases}$$

Cependant, à partir de l'équation de dispersion, on peut déduire la relation suivante :

$$d\alpha = \frac{1}{J} \cdot \left[ \frac{k(n \cdot \cos \theta)^2}{k \cdot n \cdot e \cdot \sin \theta + B} \right] \cdot de + \frac{1}{J} \cdot \left[ \frac{k \cdot n \cdot e + B \cdot \sin \theta - A \cdot n \cdot \cos \theta}{k \cdot n \cdot e \cdot \sin \theta + B} \right] \cdot dn$$

avec:

$$J = -\cos \alpha \cdot \left[ \cos A_p + \frac{\sin A_p \cdot \sin \alpha}{\sqrt{n_p^2 - \sin^2 \alpha}} \right]$$

$$A = \frac{\partial \phi_{(n,na)}}{\partial n} + \frac{\partial \phi_{(n,ns)}}{\partial n}$$

$$B = \frac{\partial \phi_{(n,na)}}{\partial \theta} + \frac{\partial \phi_{(n,ns)}}{\partial \theta}$$

$k$  : le vecteur d'onde,  $A_p$  et  $n_p$  l'angle et l'indice du prisme de couplage respectivement,  $\theta$  l'angle interne et  $\alpha$  l'angle externe. Les déphasages  $\phi_{ij}$  ont été rappelés dans le premier chapitre.

Et enfin on peut écrire :

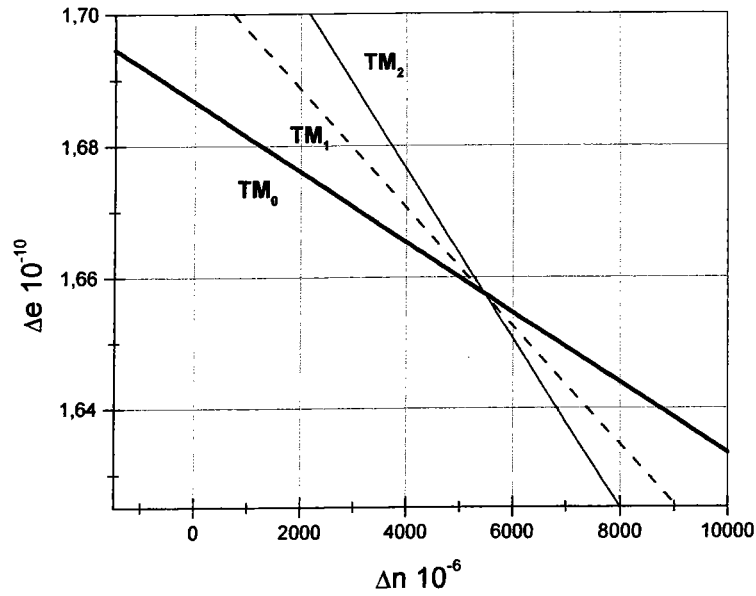
$$\begin{cases} \frac{\partial \alpha_m}{\partial e} = a = \frac{1}{J} \cdot \left[ \frac{k(n \cdot \cos \theta)^2}{k \cdot n \cdot e \cdot \sin \theta + B} \right] \\ \frac{\partial \alpha_m}{\partial n} = b = \frac{1}{J} \cdot \left[ \frac{k \cdot n \cdot e + B \cdot \sin \theta - A \cdot n \cdot \cos \theta}{k \cdot n \cdot e \cdot \sin \theta + B} \right] \end{cases}$$

Les deux expressions précédentes permettent de calculer les coefficients  $a$  et  $b$  comme l'indique le tableau suivant :

<b>m</b>	$\frac{\partial \alpha}{\partial E} = a$	$\frac{\partial \alpha}{\partial E} = b$
0	$1.48541 * 10^{-6}$	<b><math>0.58608 * 10^{-9}</math></b>
1	$3.13339 * 10^{-6}$	<b><math>0.58588 * 10^{-9}</math></b>
2	$5.26726 * 10^{-6}$	<b><math>0.58404 * 10^{-9}</math></b>
3	$7.45996 * 10^{-6}$	<b><math>0.57815 * 10^{-9}</math></b>
4	$9.82203 * 10^{-6}$	<b><math>0.54804 * 10^{-9}</math></b>

**Tableau (V.2) : Détermination des constantes a et b.**

Dans ces conditions, on trace la courbe  $\Delta e = f(\Delta n)$  pour tous les modes ( $m=0,1,2$ ) en polarisation TE et TM. L'intersection de ces droites nous donne les valeurs expérimentales de  $\Delta e$  et  $\Delta n$  (voire figure V.5).



**Figure V.5 :** Variation de  $\Delta\epsilon$  en fonction de  $\Delta n$  pour différents modes guidés.

Enfin, d'après la relation (V. 6), on peut écrire :

$$r_{13} = \frac{2}{n_{TE}^3} \cdot \frac{\Delta n_{TE}}{\Delta E}$$

$$r_{33} = \frac{2}{n_{TM}^3} \cdot \frac{\Delta n_{TM}}{\Delta E}$$

Finalement on trouve  $\Delta n = 0.0067$  et on obtient:  $r_{13} = 11,7 \pm 0,2$  pm/V en polarisation TM. Cette valeur est similaire à celle rapportée par Boudrioua et al. [12].

### V.3.3 Application aux couches minces

Les études effectuées au laboratoire sur une couche de h-BN déposée sur verre avec un axe optique perpendiculaire à la surface ont montré des valeurs de  $r_{33}$  de l'ordre de quelques pm/V [16].

Le nitrure de bore hexagonale est un cristal uniaxe positif qui a une symétrie hexagonal (6mm). Le tenseur électro-optique linéaire de h-BN est :

$$r = \begin{pmatrix} 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{51} & 0 \\ r_{51} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 5 \\ 0 & 6 & 0 \\ 6 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ pm / V}$$

A titre d'exemple, la figure (V.7) représente la modulation de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle d'incidence en polarisation TM pour les modes 0 et 1 avec une tension de 700 volts [16].

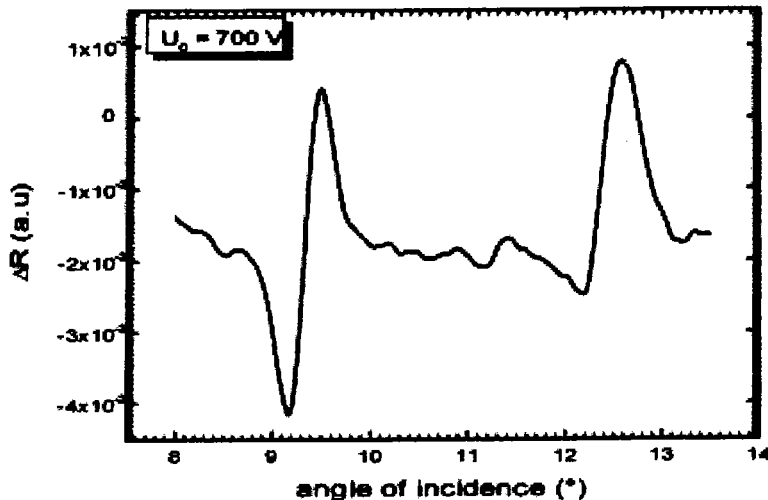


Figure (V.7): Modulation de l'intensité réfléchie pour une tension V=80 volts.

A partir de cette courbe, il a été montré que  $r_{33} = 5 \text{ pm V}^{-1}$ .

Cependant, notre analyse théorique de ce résultat montre une valeur de  $r_{33}$  de l'ordre de 1 pm.V<sup>-1</sup>.

Enfin, dans le cadre de ce travail, nous avons réalisé de nombreuses tentatives sur les couches de BN et les couches de ZnO. Ces mesures se sont soldées par des échecs pour plusieurs raisons : d'une part, nous n'avions pas la maîtrise de la fabrication des couches minces ce qui ne permet pas de multiplier les essais; d'autre part les couches de ZnO que nous avons étudiées présentaient des propriétés conductrices et donc il était difficile de créer un champ électrique à l'intérieur de la couche guidante.

#### **V.4 Conclusion**

Nous avons présenté la technique de modification de l'angle de couplage par prisme lorsqu'un champ électrostatique est appliqué pour mesurer les coefficients électrooptiques de guides d'ondes et en particulier de couches minces, par optique guidée.

Nous avons utilisé une détection synchrone pour améliorer la sensibilité de la méthode en modulant la tension. Cette méthode a été utilisée pour la mesure des coefficients EO d'un guide d'onde de niobate de lithium implanté He<sup>+</sup>. Nous avons trouvé  $r_{13}=11,7$  pm/V; ce qui est très voisin de ceux du LN vierge.

Enfin, malheureusement nos mesures n'ont pas abouti pour des films minces tels que h-BN et le ZnO.

Cependant, l'utilisation d'une détection synchrone a nettement amélioré la sensibilité de la technique de mesure. Par conséquent, nous devons nous attendre à ce qu'il soit possible de caractériser les propriétés EO de couches minces déposées dans des conditions adéquates.

## Références

[1] P. Günter, *Ferroelectrics*, 1987, vol. 75, pp. 5-23.

Voir aussi : A. Yariv and P. Yeh, « *Optical wave in crystals* », New York 1984.

[2] T. Kobayashi, *N-L Optics* 1, 239 (1990).

[3] K. Kubota, J. Noda and O. Mikami, *IEEE J. Q-E* QE 16 (7), (1980).

[4] R. A. Becker, *Appl. Phys. Lett.* 43(2), 15 (1983).

[5] K. Meyrueix, J. P. Lecomte and G. Tapolsky, *N-L. Optics* 1, 201 (1991).

[6] K. Izawa and N. Okamoto, *N-L. Optics* 3, 247 (1992).

[7] D. Dentan, Y. Lévy, M. Dumont, P. Robin and E. Chastaing, *Optics Com.* 69 (5), 379 (1989).

[8] D. Morichère, V. Dentan, F. Kjar, P. Robin, Y. Lévy and M. Dumont, *Optics Com.* 74 (1), (1989).

[9] P. Gräupner, J. C. Pommier, A. Cachard and J. L. Coutaz, *J. Appl. Phys.* 71 (9), pp. 4136-4139 (1992).

[10] D. Persegol, E. Pic and J. Plantier, *J. Appl. Phys.* 73(6), pp. 2563 (1993).

[11] A. Boudrioua, P. Moretti and J. C. Loulergue, *J. N-Crys. Solids* 187, 443 (1995).

[12] P. Vadenbulcke and P. E. Lagasse, *W. Elec.* 1, 295 (1974).

[13] A. Boudrioua, «Réalisation d'un ban de mesure pour la caractérisation optique et électrooptique de guides d'ondes plans par la spectroscopie des linges noires- applications aux guides de  $\text{LiNbO}_3$  implanté protons-», thèse de Doctorat, Université de Metz, (1996).

[14] D. Marcuse, *IEEE J. Quant. Elect.*, Vol. QE-11 (9), 759 (1975).

[15] A. Boudrioua, S. Ould Salem, P. Moretti, R. Kremer and J. C. Loulergue, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Re. B* 147 (1999) 393-398.

[16] J. Boudiombo, P. Thevenin, J. C. Loulergue and A. Bath, *Materials Science and Engineering*, B59 (1999), 244-247.



## CONCLUSION GENERALE

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude des propriétés optiques de couches minces de semi-conducteurs à grand gap comme h-BN, ZnO et GaN déposées par les techniques PECVD et MOCVD respectivement en utilisant une méthode d'optique guidée. Ces matériaux possèdent des propriétés intéressantes pour la mise au point de sources lasers intégrées émettant aux courtes longueurs d'ondes (le bleu ou l'UV). De plus, leurs propriétés électrooptique (EO) et piézoélectrique peuvent aussi être utilisées pour développer des modulateurs EO intégrés et des composants à ondes acoustiques de surface.

Pour mener ce travail, nous avons utilisé principalement la spectroscopie des lignes noires qui est basée sur la technique du couplage par prisme.

Dans le cas des couches minces de h-BN, nous avons étudié l'influence des paramètres de dépôt - durée et puissance du plasma - sur les propriétés optiques des structures guidantes obtenues.

La première étude en fonction de la durée du dépôt, a montré que toutes les couches minces déposées présentent une structure guidante à gradient d'indice indiquant que la croissance de la couche ne s'effectue pas d'une manière homogène. En effet, nous avons mis en évidence l'existence d'une couche intermédiaire d'une épaisseur de l'ordre de  $0.7 \mu\text{m}$  due principalement au désaccord de paramètres de mailles entre le h-BN et le substrat de verre que nous avons utilisé. De plus, nous avons mis en évidence l'existence d'une anisotropie optique: l'orientation de l'axe optique est mal définie lorsqu'on utilise un substrat amorphe.

La deuxième étude de dépôt en fonction de la puissance du plasma, a montré que les couches obtenues étaient monomodes.

-Si la puissance du plasma utilisée était inférieure à 500 W les couches de h-BN sont orientées perpendiculairement à la surface du substrat.

-Si la puissance est supérieure à 500 W les couches sont orientées parallèlement à la surface.

A noter que ses résultats ont été confirmés par une étude de l'orientation de l'axe optique en utilisant la spectroscopie infrarouge.

Enfin, les pertes mesurées par la technique de la caméra CCD, sont de l'ordre de  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  pour le mode fondamental, sans traitement post opératoire.

Pour conclure, on peut dire que si on veut utiliser le BN pour l'optique intégrée, vu les résultats précédents, cela est possible, à condition de remplir les conditions suivantes : trouver un compromis entre la durée de dépôt, la puissance du plasma et la nature du substrat utilisé.

Le travail effectué sur les couches minces de ZnO a porté sur l'étude de l'influence de l'orientation du substrat de saphir sur les propriétés optiques des couches obtenues. En effet, bien que le saphir possède des paramètres de mailles très proche de ceux du ZnO, il n'est pas certain que l'orientation de la couche ZnO suivra celle du substrat comme il a été montré en utilisant la technique MEB.

Nous avons étudié deux couches déposées sur deux substrats orientés (0001) et (1000) respectivement. Cependant, dans les deux cas, nous avons montré que les couches de ZnO obtenues étaient orientées perpendiculairement à la surface.

Enfin, nous avons examiné le cas d'une couche déposée sur un substrat possédant une orientation inclinée par rapport à la normale à la surface. Les résultats montrent que la couche obtenue présente également un axe incliné.

Les pertes mesurées dans ces couches sont de l'ordre de  $5 \text{ dB.cm}^{-1}$  @ 632 nm et elles sont de l'ordre de  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  à une longueur d'onde de 1550 nm pour le mode fondamental.

Pour conclure cette étude sur ZnO on a montré qu'il était possible d'obtenir en utilisant la technique MOCVD, des couches minces de ZnO guidantes, monocristallines et qui présentent une structure hexagonale, sur des substrats de saphir convenablement orientés à condition d'utiliser une température adéquate. Par contre les pertes étant relativement importantes elles sont dues à la rugosité de surface qui est élevée (pertes en surface car les couches sont monocristallines).

L'étude des couches minces de GaN déposées sur des substrats de saphir par la technique MOCVD a montré, pour la première fois, qu'il était possible d'obtenir des structures guidantes. En effet, nous avons montré l'excitation de modes guidés en polarisation TE et TM respectivement. Nous avons montré que le profil d'indice de la couche de GaN se comporte comme 'une marche d'escalier' indiquant qu'il s'agit d'un guide à saut d'indice. D'autre part l'étude de l'anisotropie optique a montré que la couche était orientée perpendiculairement à la surface du substrat.

Les pertes optiques dans ces couches sont de l'ordre de  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda = 632 \text{ nm}$  et seulement de l'ordre de  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  pour des longueurs d'ondes infrarouges (1330 nm et 1550 nm) pour le mode fondamental.

Ces résultats indiquent clairement que le dépôt de couches minces de GaN sur des substrats de saphir par EPVOM permet d'obtenir une couche homogène, bien orientée (hexagonale) et qui présente des pertes optiques faibles. Dans ces conditions leur utilisation dans le domaine de l'optique intégrée s'avère très prometteuse.

Finalement, nous avons contribué à l'amélioration de la sensibilité de la technique de déplacement angulaire pour mesurer des coefficients électrooptiques (EO) de structures guidantes. Pour cela nous avons utilisé une détection synchrone afin de mesurer la modulation de la réflectivité induite par l'application d'une tension alternative de quelques dizaines de volts.

D'une manière générale, dans ce travail nous avons contribué à la détermination des conditions de dépôt optimales afin d'obtenir des couches minces de semi-conducteurs à grand gap de bonnes qualités optiques et structurales qui pourraient être utilisées comme structures guidantes efficaces. Dans ces conditions, une association des propriétés intrinsèques de ces matériaux avec les avantages de l'intégration (compacité, fort confinement du champ EM, alignement) permettrait de développer des composantes optoélectroniques intégrées pour la génération et la modulation par exemple de diode laser.

Afin de réaliser cet objectif, il faudrait maintenant étudier les propriétés électrooptiques, piézoélectriques et optique non linéaire de ces matériaux sous forme de couches minces. Mais ceci exige au préalable, une bonne caractérisation optique des films, comme nous l'avons montré dans ce travail.

## ETUDE PAR OPTIQUE GUIDÉE DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES LINEAIRES ET NON-LINEAIRES DE COUCHES MINCES DE SEMI-CONDUCTEURS A GRAND GAP

Les guides d'onde sous forme de couches minces déposées sur des substrats d'indice faible présentent l'avantage d'être compatible avec la technologie Si déjà existante, pour développer des composants optoélectroniques intégrés. C'est dans ce contexte que nous avons étudié les propriétés optiques de couches minces de semi-conducteurs à grand gap du type h-BN, ZnO et GaN déposées par les techniques PECVD et MOCVD respectivement. Nous avons utilisé principalement la spectroscopie des lignes noires. Dans le cas des couches de h-BN, nous avons étudié l'influence de la durée de dépôt et de la puissance de plasma. Les résultats montrent que les films présentent une structure guidante à gradient d'indice. En plus, pour obtenir des couches de h-BN bien orientées il faut utiliser des puissances de plasma faible (<500 W) ou élevées (>500 W). Ces résultats ont été confirmés par une étude en utilisant la spectroscopie IR.

L'étude des couches de ZnO concerne l'influence de l'orientation du substrat de saphir sur les propriétés optiques des couches obtenues. Nous avons étudié deux échantillons déposés sur deux substrats orientés (0001) et (1000) respectivement. Cependant, les deux couches de ZnO étaient orientées perpendiculairement à la surface. Les pertes mesurées dans ces couches sont de l'ordre de  $5 \text{ dB.cm}^{-1}$  à 632 nm et de  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda = 1550 \text{ nm}$  pour le mode 0.

L'étude d'une couche mince de GaN déposée sur un substrat de saphir par la technique MOCVD a montré qu'il était possible d'obtenir une structure guidante à saut d'indice avec un axe optique perpendiculaire à la surface du substrat. Les pertes optiques dans cette couche sont de  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  à  $\lambda = 632 \text{ nm}$  et seulement de l'ordre de  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  pour des  $\lambda$  IR, pour le mode zéro.

Enfin, nous avons amélioré la sensibilité de la technique du déplacement angulaire de modes guidés pour mesurer les coefficients EO de structures guidantes, en utilisant une détection synchrone.

## INVESTIGATION OF THE LINEAR AND NON-LINEAR OPTICAL PROPERTIES OF LARGE BAND-GAP SEMICONDUCTOR THIN FILMS

Waveguides in the form of thin films deposited on substrates of low index, have the advantage of being compatible with the already existing Si technology, in order to develop integrated optoelectronic components. In this context, we studied the optical properties of semiconductor thin films presenting large band gap such as, h-BN, ZnO and GaN deposited by PECVD and MOCVD techniques respectively. For that, we used mainly the *m*-lines spectroscopy.

Concerning h-BN, we studied the influence of the deposition time and the power of the plasma. The results show that the films present a graded index structures. Moreover, to obtain well oriented layers of h-BN it is necessary to use a low (< 500 W) or high (> 500 W) plasma power. These results were confirmed by using the IR spectroscopy. The study of the optical properties of ZnO thin films concerned the influence of the sapphire substrate orientation. We investigated two samples deposited on two substrates oriented (0001) and (1000) respectively. However, both ZnO samples were oriented perpendicular to the substrate surface. The losses measured in these layers were about  $5 \text{ dB.cm}^{-1}$  at 632 nm and of  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  at  $\lambda = 1550 \text{ nm}$  for zero order mode.

The study of a thin films of GaN deposited on a sapphire substrate by MOVPE technique showed the possibility to produce a step index guiding structure with an optical axis perpendicular to the substrate surface. The optical losses in this layer were  $2 \text{ dB.cm}^{-1}$  at  $\lambda = 632 \text{ nm}$  and only about of  $1 \text{ dB.cm}^{-1}$  for  $\lambda$  in the IR range, for the fundamental mode.

Finally, we improved the sensitivity of the guided modes angular shift technique to measure the EO coefficients of guiding layers, by using a lock-in amplifier.