# NOUVEAU TYPE DE VARIATION D'INDICE DE REFRACTION PAR INSCRIPTION LASER FEMTO DANS LES VERRES A L'ARGENT

## Alain Abou Khalil <sup>1,2</sup>, Jean-Philippe Bérubé <sup>2</sup>, Sylvain Danto <sup>3,</sup> Jean-Charles Desmoulin <sup>3,</sup> Thierry Cardinal <sup>3</sup>, Yannick Petit <sup>1,3</sup>, Réal Vallée <sup>2</sup> et Lionel Canioni <sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Bordeaux, CNRS, CEA, CELIA, UMR 5107, 351 cours de la libération, F-33405 Talence cedex, France

<sup>2</sup> Centre d'optique, photonique et laser (COPL), Université Laval, Québec, Canada, G1V 0A6 <sup>3</sup> Université de Bordeaux, CNRS, ICMCB, UPR 0948, 87 avenue du Dr Schweitzer,

*F-33608 Pessac cedex, France* 

alain.abou-khalil@u-bordeaux.fr

## Résumé

L'inscription laser femtoseconde à l'aide d'impulsions ultra brèves dans les verres peut induire un changement permanent localisé en 3D de l'indice de réfraction ( $\Delta$ n). Ce changement permet l'inscription direct de composants photoniques dans les verres comme les guides d'ondes. Généralement, le changement de l'indice de réfraction est classifié sous trois types : *Type I, Type II* et *Type III*. Dans un verre de phosphate de zinc à l'argent, l'inscription laser induit la formation d'agrégats d'argent à la périphérie du voxel d'interaction. Dans ce travail, nous présentons un nouveau type de changement d'indice, basé sur la formation de ces agrégats d'argents fluorescents, qui diffère totalement des trois types standards de changement d'indice pré-mentionnés. Ce nouveau type de changement d'indice permet l'inscription directe de guides d'ondes ayant des caractéristiques exceptionnelles, ainsi que la création de composants photoniques dans ces verres massifs, mais également en géométrie fibrée pour de telles compositions vitreuses.

**MOTS-CLEFS :** *Inscription laser ; indice de réfraction ; guides d'ondes; agrégats d'argent fluorescents* 

## **1. INTRODUCTION**

L'interaction laser-matière intéresse la communauté scientifique depuis les deux dernières décennies en raison de sa grande portée d'applications dans les domaines industriels et médicaux. Plus précisément, l'interaction laser-verre a attiré l'attention de plusieurs groupes de recherche. Elle permet l'inscription directe de structures tridimensionnelles (3D) en volume dans les verres tout en présentant de nombreux avantages en comparaison à la technique standard qui est la lithographie. L'inscription laser femtoseconde consiste en la forte focalisation d'un faisceau laser dans un milieu transparent, induisant un dépôt localisé d'énergie par absorption multi-photon. Un changement d'indice de réfraction survient et la translation de l'échantillon permet l'inscription de structures photo-induites en 3D. Cette nouvelle méthode basée sur l'effet de l'absorption non-linéaire a été

photo-induites en 3D. Cette nouvelle méthode basée sur l'effet de l'absorption non-linéaire a été initialement rapporté par *Davis et al* en 1996 [1]. Généralement, l'inscription directe de guides d'onde est réalisable en utilisant la variation d'indice homogène et isotrope (*type I*). Dans ce papier, nous introduisons un nouveau type de changement d'indice qui permet l'inscription de guides d'onde et des composants photoniques, mais qui est totalement différent du *Type I*. Ce nouveau type est basé sur la formation localisée des agrégats d'argent fluorescents suite à l'absorption multi-photons dans les verres de phosphate de zinc à l'argent. La géométrie des structures, la variation d'indice ainsi que la réalisation d'un guide d'onde seront présentées ci-dessous.

### 2. **RESULTATS**

Des structures photo-induites ont été inscrites dans un verre massif de phosphate de zinc à l'argent typiquement sous 160  $\mu$ m de la surface (Fig. 1a). L'énergie déposée par l'absorption non linéaire multi-photons conduit à la formation d'agrégats d'argents Ag<sub>m</sub><sup>x+</sup> fluorescents sur la périphérie du voxel d'interaction. Les images de fluorescence en microscopie confocale (excitation à 405 nm) révèle qu'un passage laser conduit à deux traces de fluorescence (Fig. 1). Le processus d'écriture est alors dicté par le profil spatial transverse (Gaussien ici) du laser, se comportant comme un stylo laser qui laisse de la trace de fluorescence seulement aux bords [2] (Figs. 1b et 1c).



Fig. 1: (a) Représentation schématique du voxel d'interaction par le faisceau laser femtoseconde. (b) Imagerie confocale de fluorescence : (i) vue de dessus des structures ; (ii) schéma représentatif de la configuration du processus d'inscription à l'intérieure du verre. (c) Imagerie confocale de fluorescence : (i) vue de côté des structures ; (ii) schéma représentatif de la configuration du processus d'inscription à l'intérieure du verre.

Pour investiguer la variation d'indice, des matrices d'interaction ont été inscrites typiquement sous 160  $\mu$ m de la surface en forme de carrés (Fig. 2a), en variant les paramètres laser dans un verre massif de phosphate de zinc à l'argent. Toutes les structures inscrites présentaient une variation positive d'indice, bien corrélée spatialement à la distribution spatiale des agrégats d'argents (Figs. 2b et 2c), ce qui est preuve que les agrégats d'argent Ag<sub>m</sub><sup>x+</sup> photo-induits sont responsables de la variation d'indice observée.



Fig.2 : (a) Image de fluorescence ( $\lambda_{exc} = 480 \text{ nm}, \lambda_{em} = 550 \text{ nm}$ ) de la matrice d'interaction. Les irradiance du laser sont présentées sur l'axe vertical tandis que le nombre d'impulsions est présenté sur l'axe horizontal. (b) Image de phase agrandie de la structure B2. (c) Variation d'indice ( $\Delta n$ ) positive extraite de l'image de phase.

Après avoir confirmé la variation d'indice suite à l'inscription laser, une série de guides d'onde de 7 mm de longueur a été inscrite typiquement 160  $\mu$ m sous la surface. Un seul guide d'onde monomode sera présenté dans ce papier pour des raisons de brièveté. Après l'inscription laser, les deux faces du verre ont été polies et un laser à 630 nm a été injecté dans le guide d'onde. L'image du mode à la sortie du guide est présentée dans la figure 3a. Le profil horizontal de mode révèle que c'est un mode non standard qui peut être modélisé comme la superposition de deux gaussiennes (Fig. 3b), bien qu'il s'agisse d'un mode guidant unique, et non pas de deux modes indépendants couplés. Par contre, le profil vertical de mode colle bien avec une gaussienne (Fig. 3c)



Fig. 3 : (a) Image du mode à la sortie après l'injection d'un laser à 630 nm. Intensité normalisée du mode: (b) profil horizontal et (c) profil vertical.

#### CONCLUSION

En conclusion, nous rapportons la première étude détaillée d'un nouveau type de guides d'onde sous-tendus par la création de nouvelles espèces chimiques que sont les agrégats d'argent. En effet, l'inscription laser dans les verres à l'argent induit un nouveau type de variation d'indice ( $\Delta$ n) dont l'origine est une modification physico-chimique liée à la photo-création des agrégats d'argent, sans modifier la matrice du verre elle-même ce qui est totalement différent de la variation d'indice *Type I*. Ce nouveau type de  $\Delta$ n permet la création des guides d'ondes intégrés dans le verre avec des caractéristiques exceptionnelles, ce qui ouvre la porte pour des applications comme les circuits photoniques intégrés et la création des capteurs en géométrique ou fibrée[3]

## Références

- 1. Davis, K.M., et al., *Writing waveguides in glass with a femtosecond laser*. Optics Letters, 1996. **21**(21): p. 1729-1731.
- 2. Bellec, M., et al., *3D Patterning at the Nanoscale of Fluorescent Emitters in Glass*. The Journal of Physical Chemistry C, 2010. **114**(37): p. 15584-15588.
- 3. Danto, S., et al., *Photowritable Silver-Containing Phosphate Glass Ribbon Fibers*. Advanced Optical Materials, 2016. **4**(1): p. 162-168.

# DEVELOPPEMENT D'UN ABSORBANT SATURABLE SOL-GEL POUR LES LASERS DECLENCHES EN OPTIQUE INTEGREE SUR VERRE

## Thomas Moncond'huy<sup>1</sup>, Marie-Françoise Blanc-Mignon<sup>2</sup>, François Royer<sup>2</sup>, Davide Bucci<sup>1</sup>, Elise Ghibaudo<sup>1</sup>, Lionel Bastard<sup>1</sup>, Jean-Emmanuel Broquin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut de Microélectronique, Electromagnétisme et Photonique, Laboratoire d'Hyperfréquences et de Caractérisation (IMEP-LaHC) UMR 5130 Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, F-38000 Grenoble, France.

<sup>2</sup> Université de Lyon, F42023, St Etienne France, CNRS UMR 5516, Laboratoire Hubert Curien, Université Jean Monnet F-42023 Saint Etienne, France.

### bastard@minatec.grenoble-inp.fr

#### Résumé

Une couche avec un comportement absorbant saturable est développée dans une matrice sol-gel. Cette couche est intégrée sur des guides d'ondes réalisés par échange ionique sur substrat de verre et ses caractéristiques sont mesurées.

MOTS-CLEFS : absorbant saturable; sol-gel; échange d'ions; laser déclenché

## 1. INTRODUCTION

La technologie de l'échange d'ions permet de réaliser des guides d'ondes sur substrat de verre pour de nombreuses applications, notamment dans le domaine des capteurs [1]. Il est possible de réaliser des composants actifs, en utilisant des verres dopés avec des terres-rares. Le développement de lasers impulsionnels déclenchés a ainsi pu être démontré [2]. Ce type de lasers présente un intérêt pour la réalisation de systèmes LIDAR compacts, mais est difficilement industrialisable car l'absorbant saturable intégré est constitué d'un polymère dont la longévité et la tenue à la puissance optique sont limités. Les matériaux présentant un comportement absorbant saturable et pouvant être employés sous forme de couche mince sont assez peu nombreux. On citera certains colorants tel le BDN (bis-4diméthylaminodithiobenzyl-nickel) [3], des dichalcogénures de métaux de transition comme le MoS<sub>2</sub> [4], ainsi que des isolants topologiques dont le graphène [5], l'oxyde de graphène [6] et le Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> [7]. Ces matériaux sont généralement inclus dans une matrice polymère ou déposés tel-quels sur le guide d'ondes, conduisant à des systèmes peu robustes. Nous proposons dans cet article de développer un nouveau type de matrice qui permettrait d'encapsuler le matériau absorbant saturable tout en présentant une robustesse accrue vis-à-vis du vieillissement et de la tenue au flux lumineux. Nous montrons ainsi dans cet article la réalisation d'un absorbant saturable intégré dans une matrice sol gel. La couche mince ainsi obtenue est déposée sur un guide d'onde réalisé par échange d'ions sur substrat de verre. Les caractéristiques optiques du guide d'ondes absorbant saturable ainsi réalisé sont alors mesurées.

## 2. CARACTERISATION DES COUCHES SOL-GEL DOPEES

Des couches de sol-gel ont été préparées en mélangeant un précurseur de silice organiqueinorganique, le méthacryloxypropyltriméthoxysilane (MAPTMS), avec un alkoxide de zirconium et de l'acide méthacrylique, en proportions molaires 10:3:3. La quantité de précurseur de zirconium est adaptée de manière à obtenir un indice de réfraction de la couche après recuit de l'ordre de 1,50, compatible avec la technologie des guides d'ondes sur lesquels la couche de sol-gel est destinée à être déposée. Le sol ainsi réalisé est dilué avec une solution de toluène contenant la molécule absorbant saturable, qui est dans notre cas le BDN. Cette dilution permet d'une part d'intégrer l'absorbant saturable (à la fois le sol et le BDN sont solubles dans le toluène), et d'autre part de régler la viscosité du sol-gel.



Figure 1 : banc de mesure de l'absorption saturable en volume.

Pour caractériser le comportement absorbant saturable de ce sol-gel, des gouttes sont déposées sur une lame de microscope puis recuites à 90°C pendant 5 minutes. En superposant plusieurs gouttes, nous avons pu obtenir des films de diamètre environ 1 cm et d'épaisseur 130±10 µm sans défauts visibles. Deux films ont ainsi été réalisés : le premier sans BDN et le second contenait une concentration en BDN de  $(1,43\pm0,3)\times10^{23}$  m<sup>-3</sup>. La mesure de l'absorption saturable a été menée à bien grâce au banc de mesure présenté sur la figure 1. L'échantillon est placé au waist de faisceau émis par un laser impulsionnel de puissance crête de 7 kW à la longueur d'onde 1064 nm. Un jeu de densités neutres ainsi qu'une densité supplémentaire ont été utilisés pour faire varier la densité de puissance crête incidente sur l'échantillon entre  $10^9$  et  $10^{12}$  W/m<sup>-2</sup>. La courbe de transmission mesurée est présentée sur la figure 2.



l'abosrbant saturable sol-gel en volume.

l'absorbant saturable en configuration guidée.

On observe un comportement caractéristique d'un absorbant saturable avec une profondeur de modulation de 30%. De plus, nous n'avons pas observé de dégradation du film sol-gel jusqu'à la densité de puissance maximale de notre expérience  $(2x10^{12}W.m-2)$  alors que la densité de puissance de saturation est mesurée à 2,1x10<sup>10</sup> W.m<sup>-2</sup>. Ces résultats montrent que les films absorbant saturables réalisés par sol-gel sont d'excellente qualité.

## 3. GUIDES D'ONDES ABSORBANT SATURABLES

Dans cette partie, nous présentons l'intégration de l'absorbant saturable sol-gel avec des guides d'ondes réalisés par échange d'ions sur verre. Le dispositif ainsi réalisé pourra être utilisé dans une cavité optique pour produire un laser impulsionnel. Les guides d'ondes sont réalisés sur un substrat de verre phosphate commercial. Un masque de photolithographie contenant des ouvertures de 10  $\mu$ m sur une longueur de 40 mm est utilisé pour réaliser des guides d'ondes droits de surface par échange d'ions argent/sodium [3]. Un film sol gel est ensuite déposé par centrifugation sur les guides d'ondes. L'épaisseur de ce film a été mesurée à 4  $\mu$ m. Lorsque l'on ajoute le film sol-gel audessus des guides d'ondes, une partie du mode guidé se propage dans le film. Un logiciel de simulation de l'échange d'ions développé au laboratoire couplé à un solveur de mode commercial nous ont permis de déterminer la proportion du champ dans la couche absorbant saturable, qui vaut 3,4%.

L'absorption saturable dans la structure (guide d'ondes + film sol-gel) a été mesurée en utilisant un banc similaire à celui présenté en figure 1. La lentille de focalisation a été ajustée pour que le waist du faisceau ait des dimensions similaires au mode guidé (des pertes de couplage théoriques de 0,68 dB ont été déterminées). Dans un premier temps, un composant contenant un film de sol-gel non dopé en BDN déposé sur toute la longueur du guide d'ondes a été réalisé. Les pertes dans ce composant étaient de 8,4 dB et sont attribuées à une mauvaise qualité de l'interface d'entrée/sortie des guides. Il est en effet difficile de polir les faces d'entrée/sortie des guides d'ondes avec une couche sol-gel car celle-ci a tendance à former des éclats. L'absorption saturable en configuration guidée a ensuite été mesurée sur un composant dont le film sol-gel était dopé avec  $(1,31\pm0,04)\times10^{23}m^{-3}$  en BDN. Les résultats obtenus sont présentés sur la courbe de la figure 3, normalisée par la mesure de référence réalisée avec le film sol-gel non dopé en BDN. On observe sur cette mesure que le composant a bien un comportement absorbant saturable, avec une profondeur de modulation de 10%.

#### CONCLUSION

Nous montrons dans cet article la mise au point d'un absorbant saturable mis sous la forme d'une couche sol-gel. Les caractéristiques de la couche absorbant saturable en volume sont excellentes, montrant que le BDN conserve bien ses propriétés optiques lorsqu'il est intégré dans le matériau sol-gel. Par ailleurs, nous avons démontré la réalisation d'un absorbant saturable en configuration guidée avec un taux de modulation de 10%. Ce composant peut être amélioré en travaillant notamment sur les arêtes d'entrée / sortie du guide d'ondes, ainsi que sur l'indice de réfraction de la couche, qui pourrait permettre d'obtenir une meilleure interaction entre le mode guidé et l'absorbant saturable.

#### REMERCIEMENTS

Nous remercions la région Auvergne-Rhône-Alpes et son programme ARC6 pour le soutien apporté à ce projet via la bourse ADR 14-011200.

#### REFERENCES

- [1] A. Tervonen, B. R. West, and S. Honkanen, "Ion-exchanged glass waveguide technology: a review," *Optical Engineering*, vol. 50, no. 7, pp. 071107-071107-15, 2011.
- [2] H. Ouslimani, L. Bastard, and J.-E. Broquin, "Narrow-linewidth Q-switched DBR laser on Ytterbium-doped glass," *Ceramics International*, vol. 41, no. 7, pp. 8650-8654, 2015.
- [3] R. Salas-Montiel, L. Bastard, G. Grosa, and J.-E. Broquin, "Hybrid Neodymium-doped passively Qswitched waveguide laser," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 149, no. 2, pp. 181-184, 2008.
- [4] H. Zhang *et al.*, "Molybdenum disulfide (MoS 2) as a broadband saturable absorber for ultra-fast photonics," *Optics express*, vol. 22, no. 6, pp. 7249-7260, 2014.
- [5] F. Bonaccorso, Z. Sun, T. Hasan, and A. Ferrari, "Graphene photonics and optoelectronics," *Nature photonics*, vol. 4, no. 9, pp. 611-622, 2010.
- [6] X. Li *et al.*, "Broadband saturable absorption of graphene oxide thin film and its application in pulsed fiber lasers," *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 20, no. 5, pp. 441-447, 2014.
- [7] Z. Luo *et al.*, "1.06 μm Q-switched ytterbium-doped fiber laser using few-layer topological insulator Bi 2 Se 3 as a saturable absorber," *Optics express*, vol. 21, no. 24, pp. 29516-29522, 2013.

# INSCRIPTION PAR LASER FEMTOSECONDE DE GUIDES D'ONDE POUR L'INFRAROUGE MOYEN DANS DES VERRES BGG

## Arthur Le Camus<sup>1,2</sup>, Jean-Philippe Bérubé<sup>2</sup>, Sandra Helena Messaddeq<sup>2</sup>, Yannick Petit<sup>1,3</sup>, Younès Messaddeq<sup>2</sup>, Lionel Canioni<sup>1</sup>, Réal Vallée<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Centre Lasers Intenses et Applications UMR CNRS 5107, Université de Bordeaux, 351 cours de la libération 33405 Talence Cedex, France

<sup>2</sup> Centre d'Optique, Photonique et Laser, Université de Laval, 2375 rue de la Terrasse, Québec (Qc), G1V0A6, Canada

3 Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, UPR 9048, Université de Bordeaux F-33600 Pessac, France

arthur.le-camus@u-bordeaux.fr

## Résumé

Nous présentons une étude d'inscription photo-induite de guides d'onde dans des verres BGG (BaO, GeO<sub>2</sub>, Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). L'irradiation de plusieurs échantillons de verre BGG, qui diffèrent par leur teneur en oxyde de germanium, révèle des changements positifs d'indice de réfraction. Des guides d'onde de diamètre contrôlable, allant de 4 à  $35 \,\mu$ m, avec des variations d'indice allant jusqu'à  $10^{-2}$  ont été obtenus. Un échantillon de verre purifié en ions hydroxyles, réduisant la forte bande d'absorption autour de  $3,0 \,\mu$ m, a été fabriqué. Des guides d'onde à pertes remarquablement faibles ne supportant qu'un seul mode transverse à une longueur d'onde de  $2.795 \,\mu$ m ont été inscrits et caractérisés. Des pertes de 0,37 dB/cm ont été mesurées, fixant une nouvelle référence pour les guides d'onde photo-inscrits dans la gamme de longueur d'onde 2- $4 \,\mu$ m. Ces résultats sont prometteurs quant au développement de composants photoniques dans les verres de type BGG.

MOTS-CLEFS : Verres ; Guides d'onde ; Mid-IR ;

### 1. INTRODUCTION

Ces dernières années, l'inscription par laser femtoseconde est devenue un outil incontournable pour l'inscription de composants photoniques tridimensionnels intégrés dans un matériau. Récemment, de nouveaux dispositifs, comme des circuits pour la photonique quantique [1], ont été réalisés sur des blocs de verre de quelques millimètres. Pour accueillir de tels dispositifs photo-inscrits, le verre idéal se doit d'être robuste d'un point de vue mécanique et chimique, avec une température de transition vitreuse (Tg) relativement élevée, et dont l'irradiation par laser femtoseconde produit une forte et régulière élévation de l'indice de réfraction. Pour l'heure, très peu de verres possèdent l'ensemble de ces propriétés. L'élaboration de circuits de guides d'onde de qualité se fait quasiment exclusivement dans les verres à base de silice [2,3]. Ces verres voient en général leur transmission limitée à 2,2  $\mu$ m ( $\alpha > 1$  dB/m).

Il y a depuis quelques années de fortes motivations quant au développement de composants fonctionnant dans l'infrarouge moyen pour des applications en biologie, en médecine [4] et en détection de molécules [5], pour n'en nommer que quelques-unes. Les verres d'oxydes de métaux lourds, avec une transmission étendue vers l'infrarouge moyen, des résistances mécaniques et des stabilités chimiques supérieures par rapport aux verres fluorés et chalcogénures, semblent de bons candidats en tant que support pour la fabrication de composants photoniques dans l'infrarouge moyen. Dans cette famille de matériau, on trouve des verres à base d'oxyde de germanium, de gallium et de baryum (BGG), qui sont notamment utilisés pour la fabrication de fenêtres pour des

lasers infrarouge de haute énergie [6]. Le verre BGG nominal (12,5 BaO – 75 GeO<sub>2</sub> - 12,5 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) décrit dans Ref. [6] est particulièrement intéressant grâce à sa très bonne résistance mécanique, sa stabilité chimique (non toxique, non hygroscopique) et son bas coût de fabrication. D'autre part, une méthode de purification a été appliquée pour un échantillon afin de réduire la teneur en impuretés hydroxyles (OH<sup>-</sup>) et avoir une bonne transparence jusqu'à environ 5  $\mu$ m [7].

Nous montrons ici qu'on peut inscrire des guides d'onde à faibles pertes dans les verres BGG. Nous avons étudié dans un premier temps la photosensibilité des verres BGG par exposition à des impulsions femtosecondes en fonction des paramètres d'inscription et du pourcentage molaire d'oxyde de germanium dans le verre. Un échantillon pauvre en OH<sup>-</sup> (basé sur la composition : 17.5 BaO - 65 GeO2 - 17.5 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) a été synthétisé en y introduisant un composé halogéné. Dans ce dernier échantillon des guides d'onde monomodes à faibles pertes dans l'infrarouge moyen ont été également inscrits.

## 2. MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Les guides d'onde ont été inscrits en volume d'échantillons polis optiquement en utilisant un système d'amplification (Coherent RegA), délivrant des impulsions à un taux de répétition de 250 kHz et d'une longueur d'onde de 795 nm. Des impulsions d'une durée de 70 fs (FWHM) ont été focalisées à 150  $\mu$ m sous la surface des échantillons avec un objectif de microscope 50x (0.55 NA). Les échantillons ont été translatés dans une direction perpendiculaire au faisceau laser à des vitesses allant de 0,05 à 50 mm/s. Un télescope de lentilles cylindriques a été utilisé pour introduire de l'astigmatisme et réduire l'ellipticité des sections transverses des guides d'onde [8].

Pour mesurer le changement d'indice de réfraction photo-induit, les échantillons ont été observés avec un microscope optique en champ clair (Olympus IX71) et une caméra équipée d'un réseau bidimensionnel (Phasics SID4Bio). Cette caméra est un analyseur de front d'onde qui permet de quantifier le déphasage de la lumière ayant traversé des objets transparents. En considérant que le changement d'indice est homogène dans les structures et connaissant leurs tailles, on peut obtenir la variation d'indice de réfraction au centre du guide d'onde ( $\Delta$ n).

Les pertes de propagation des guides d'onde à différentes longueurs d'onde ont été mesurées en injectant dans un guide d'onde traversant l'échantillon dans toute sa longueur le signal provenant de différentes sources lasers fibrées (520, 1550 et 2795 nm) et en collectant le signal à la sortie à l'aide d'une autre fibre reliée à un puissance-mètre adapté.

## 3. PRINCIPAUX RÉSULTATS

Pour chacun des échantillons de verres BGG testés, les inscriptions ont révélé des changements d'indice positifs sur une large gamme d'énergie et pour toutes les vitesses. Les largeurs et les valeurs de  $\Delta n$  des guides d'onde photo-induits dans l'échantillon de BGG nominal sont représentées à la figure 1. L'augmentation de la taille des guides avec l'énergie des impulsions signifie que l'on est dans un régime thermique, qui correspond dans notre cas à l'augmentation drastique du  $\Delta n$ , jusqu'à une valeur d'environ  $8.10^{-2}$ . Ce fort changement d'indice de réfraction fait des verres BGG un candidat de choix pour l'élaboration de composants d'optique guidée dans l'infrarouge moyen. Des guides à forte ouverture numérique, moins sensibles aux pertes par courbure, peuvent être inscrits dans ces matériaux tout en ayant un contrôle sur la largeur des guides d'onde. Le verre pauvre en OH<sup>-</sup>, mais contenant du fluor (non évaporé lors de la synthèse) ne permet pas d'atteindre des  $\Delta n$  aussi élevés : on atteint au maximum un  $\Delta n$  de  $3.10^{-3}$  dans les mêmes conditions d'irradiation. Un meilleur procédé de purification est nécessaire pour garder une excellente photosensibilité tout en améliorant la transparence dans l'infrarouge. Toutefois, il est possible d'inscrire dans cet échantillon des guides d'onde rectilignes.

Nous avons inscrit dans le verre pauvre en OH<sup>-</sup> des guides d'onde monomodes dans l'infrarouge moyen que nous avons testé à plusieurs longueurs d'onde. À 520 er 1550 nm, les pertes mesurées correspondent, incertitudes près, aux réflexions aux face d'entré et de sortie. Les tests

effectués à 2.796 nm ont montré une atténuation inférieure à 0,37 dB/cm (en ayant retiré la contribution des réflexions), ce qui correspond aux pertes par absorption dans le verre non modifié.



Fig. 1 : largeur (a) et valeur de Δn (b) en fonction de l'énergie par impulsion pour différentes vitesses de translation, dans l'échantillon de verre BGG nominal

#### CONCLUSION

Nous avons démontré la possibilité de produire des guides d'onde à forte ouverture numérique dans les verres de type BGG, par la technique d'inscription par laser femtoseconde. La forte augmentation de l'indice de réfraction semble être liée à un processus thermique, ce qui permet de contrôler la taille des guides d'onde. L'échantillon modifié contenant moins d'ions OH<sup>-</sup> pour une transparence accrue dans l'infrarouge moyen a permis d'établir une nouvelle référence pour les guides photo-inscrits dans le volume d'un diélectrique pour la gamme de longueur d'onde 2-4  $\mu$ m. Un meilleur procédé de fabrication d'un verre BGG purifié permettra certainement d'avoir à la fois une bonne transparence dans l'infrarouge moyen et des guides d'onde à forte ouverture numérique. Nos résultats montrent clairement le potentiel des verres BGG quant au développement de composants à base d'optique guidée pour l'infrarouge moyen.

## Références

[1] T. Meany, M. Gräfe, R. Heilmann, A. Perez-Leija, S. Gross, M. J. Steel, M. J. Withford et A. Szameit, «Laser written circuits for quantum photonics,» *Laser and Photonics Review*, vol. 9, n°14, pp. 363-384, 2015.

[2] S. Eaton, M. Ng, R. Osellame et P. Herman, «High refractive index contrast in fused silica waveguides by tightly focused, high-repetition rate femtosecond laser,» *J. Non-Cryst. Sol.*, vol. 357, pp. 2387-2391, 2011.

[3] N. Riesen, S. Gross, J. Love et W. M.J., «Femtosecond direct-written integrated mode couplers,» *Optics express*, vol. 22, n° 124, p. 29855, 2014.

[4] R. W. Waynant, I. Ilev et I. Gannot, «Mid-infrared laser applications in medecine and biology,» *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, vol. 351, pp. 635-644, 2001.

[5] R. Muda, E. Lewis, S. O'Keeffe, G. Dooly et J. Clifford, «Detection of high level carbon dioxide emissions using a compact optical fibre based mid-infrared sensor system for applications in environmental pollution monitoring,» *Jour. Phys. Conf. Ser.*, vol. 178, p. 012008, 2009.

[6] S. Bayya, G. S. J. Chin et I. Aggarwal, «Germanate glass as a window for high energy laser systems,» *Optics Express*, vol. 14, n° 124, pp. 11687-11693, 2006.

[7] S. Bayya, J. Sanghera et I. Aggarwal, «Optical transmission of BGG glass material». United States Brevet 0159289A1, 21 July 2005.

[8] R. Osellame, S. Taccheo, M. Marangoni, R. Ramponi et P. Laporta, «Femtosecond writing of active optical waveguides with astigmatically shaped beams,» *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 20, pp. 1559-1567, 2003.

# ETUDE DE COUCHES MINCES DE ZNO DEPOSEES PAR PULVERISATION MAGNETRON RF POUR L'OPTOELECTRONIQUE ORGANIQUE

Sara Zaabat <sup>1,2</sup>, Fatiha Challali <sup>3</sup>, Mahmoud Chakaroun <sup>1</sup>, Jeanne Solard <sup>1</sup>, A. Garcia-Sanchez <sup>3</sup>, Valérie Bockelée <sup>3</sup>, Boubaker Boudine <sup>5</sup>, Azzedine Boudrioua<sup>1</sup>

<sup>1</sup> LPL, UMR CNRS 7538, Université Paris 13, 93430 Villetaneuse, France
<sup>2</sup> LCAM, Université d'Oum El Bouaghi, 04000 Oum El Bouaghi, Algérie
<sup>3</sup> LSPM, Université Paris 13, 93430 Villetaneuse, France
<sup>5</sup> LC, Faculté des Sciences Exactes, Universite Mentouri, 25000 Constantine, Algérie

sara.zaabat@univ-paris13.fr

#### Résumé

Des couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) sont déposées sur des substrats de verre par pulvérisation RF magnétron et leurs propriétés optiques et de guidage étudiées. Les images MEB et AFM montrent que les couches minces ont une croissance colonnaire avec une rugosité de surface faible. La spectroscopie *m*-lines indique que les couches élaborées sont monomodes avec de très faibles pertes optiques (< 0.1 dB/cm) et sont uniaxes avec l'axe optique perpendiculaire à la surface du substrat.

MOTS-CLEFS : oxyde de zinc, pulvérisation magnétron; guide d'onde .

### **1. INTRODUCTION**

L'oxyde de zinc (ZnO) est étudié depuis de nombreuses années pour ses potentielles applications dans des domaines variés. On le trouve dans l'industrie des capteurs de gaz [1], les diodes électroluminescentes [2], les photo-catalyseurs [3], les cellules solaires [4], etc. Le ZnO est un semi-conducteur, qui présente des propriétés électriques et optique intéressantes, une énergie de liaison d'exciton (60 meV) à la température ambiante [5] et un gap direct large (3.37 eV à 300 k). Ces propriétés font de ce matériau un bon candidat pour des applications dans l'optoélectronique. Plus particulièrement, les couches minces de ZnO peuvent être utilisées comme guide d'onde optique [6] et le ZnO dopé pourrait être un alternatif pour remplacer l'ITO (oxyde d'indium d'étain) dans la fabrication des diodes électroluminescentes organiques (OLED) [7], notamment. En effet, le coût et la quantité limitée disponible d'indium ainsi que le procédé de fabrication onéreux requis pour le dépôt des couches d'ITO motivent, depuis quelques années, le développement de nouveaux matériaux TCO (Oxydes Transparents et Conducteurs) tel que le ZnO.

Il existe plusieurs procédés pour déposer le ZnO sous forme de couches minces : les méthodes physiques qui consiste à élaborer des couches minces en arrachant de la matière à partir d'une cible telles que la pulvérisation et l'ablation laser, et les méthodes chimiques qui consiste à utiliser des réactions chimiques ou la décomposition moléculaire comme la méthode sol-gel. La pulvérisation magnétron est l'une des techniques les plus prometteuses pour réaliser des TCO sous forme de couche mince, grâce notamment à sa facilité de mise en œuvre, sa flexibilité, et son potentiel étendu en termes de composition. De plus, cette technique est bien adaptée aux étapes technologiques industrielles et constitue un outil de choix pour la mise en évidence des propriétés fonctionnelles innovantes d'un matériau sous forme de couche mince.

Dans ce travail, nous nous intéressons à la synthèse de couches minces de ZnO par la pulvérisation magnétron RF dans le but de les utiliser comme électrodes transparentes dans les OLED tout en maîtrisant leurs propriétés guidantes. Plus précisément, l'objectif de ce projet est d'obtenir des couches minces de ZnO transparentes, conductrices et de meilleure qualité optique.

#### 2. **PROBLEMATIQUE**

Nous nous intéressons à la détermination des paramètres optimaux de dépôt qui permettent d'élaborer des couches minces de ZnO dopées avec le meilleur compromis entre l'augmentation de la concentration de porteurs de charges induisant une hausse de la conductivité du matériau et sa transparence. En effet, l'utilisation de ZnO dopé pourrait conduire à une amélioration des propriétés électriques du composant et à une augmentation de la densité de courant de l'OLED. De plus, un design judicieux de l'hétéro-structure OLED avec des paramètres optimaux de la couche guidante de ZnO pourrait améliorer l'extraction de lumière dans les OLED et contrôler le spectre émis. En fait, l'indice des matériaux organiques étant différent de celui du substrat (verre), l'OLED se comporte comme un guide d'onde et une partie non négligeable de la lumière restent piégés dans le dispositif. Il y a approximativement 80 % des photons générés qui ne sont pas extraits du dispositif. Une étude des différents mécanismes de guidage optique dans l'hétéro-structure OLED est donc d'un grand intérêt pour l'augmentation du rendement externe de l'OLED.

#### 3. RESULTATS ET DISCUSSION

Comme première étape, nous avons commencé par l'élaboration de films de ZnO par pulvérisation magnétron RF à partir d'une cible de ZnO de 2 pouces en milieu non réactif. Les premiers dépôts montrent des films de couleur marron clair avec une transmittance de 40%. Pour améliorer la transparence des films, nous avons réalisé des films de ZnO sur verre en plasma réactif (Argon + oxygène) qui nous a permis d'obtenir des films totalement transparent. A titre d'exemple, dans ce travail, nous présenterons les résultats obtenus sur deux échantillons : le premier réalisé à température ambiante noté S1 et le second, réalisé à 200°C noté S2. Ces deux échantillons ont été déposés sur du verre pour les caractérisations optiques et du silicium pour les caractérisations physico-chimiques. Les autres paramètres de dépôt sont : la puissance de 200 W, la pression est fixée à 0,5 Pa avec 40 sccm d'Argon et 4 sccm d'oxygène soit un rapport O<sub>2</sub>/Ar de 10%.



Fig. 1 : Images MEB des films de ZnO déposé sur silicium; (a) à température ambiante, (b) à 200°C

Les observations MEB (microscope électronique à balayage) des films de ZnO déposés sur silicium mettent en évidence, sur la tranche, une structure colonnaire typique des films déposés par pulvérisation magnétron (fig.1). Les colonnes sont visuellement plus distinctes pour le film déposé à température ambiante (fig. 1.a). Le film déposé à 200°C (fig. 1.b) présente une structure plus dense.



Fig. 2 : Images AFM de la structure des couches ; (a) à température ambiante, (b) à 200°C

L'épaisseur des films observée par le MEB est de 220 et 190 nm pour les échantillons S1 et S2, respectivement en accord avec les mesures par profilomètre. L'analyse de l'état de surface des couches minces par Microscopie à Force Atomique (AFM) en mode « tapping » donne des valeurs moyennes de rugosité (RMS : Root Mean Square) de 3,66 nm pour le S1 et 7,88 nm pour le S2 (fig. 2). L'augmentation de la rugosité d'un facteur 2 de l'échantillon S2 peut être liée à la cristallisation partielle ou totale. Les propriétés optiques des couches minces de ZnO ont été étudiées avec un spectromètre UV-visible. Les résultats montrent que tous les films sont transparents (T > 80 %) dans le domaine du visible entre (400 - 800 nm). Enfin, nous avons étudié les propriétés guidantes des couches obtenues en utilisant la technique bien connue de la spectroscopie *m*-lines. La figure (3.a) montre les spectres typiques des modes guidées TE et TM de l'échantillon S2 On constate que ces couches sont monomodes présentant des creux de réflectivité très fin indiquant des pertes optiques très faibles. En fin, l'analyse mesures m-lines permet de déterminer les valeurs des indices suivantes :  $n_{TE} = 1.9868$  et  $n_{TM} = 2,0247$  pour le ZnO S2, et  $n_{TE} = 1.9670$  et  $n_{TM} = 1.9674$  pour le ZnO S1. A noter qu'en tournant les échantillons de 90° par rapport à l'axe optique du prisme de couplage, les valeurs des indices ne sont pas modifiées. Cela confirme que les couches obtenues sont uniaxes avec l'axe optique perpendiculaire à la surface du substrat. De plus, la mesure des pertes optiques par l'analyse de la propagation guidée (fig. 3.b) indique des valeurs extrêmement faibles de l'ordre de 0.05 dB/cm. Cette valeur est parmi les plus faibles rapportées dans le littérateur et confirme la qualité optique des couches obtenues.



Fig. 3 : (a) Spectres des modes guidés TE et TM des couches de ZnO (S2) et (b) mesure des pertes optiques.

#### 4. CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons étudié les propriétés optiques des couches minces de ZnO, déposées par pulvérisation magnétron RF sur deux types de substrats verre et silicium. Les analyses par MEB et AFM indiquent à la fois une croissance colonnaire et une faible rugosité de surface des couches obtenues. Ces résultats sont confirmés par la spectroscopie *m-lines* qui montre que les couches de ZnO se comportent comme des guides d'onde monomodes avec des pertes très faibles. De plus, l'analyse de l'anisotropie optique indique que les couches sont uniaxes avec l'axe optique perpendiculaire à la surface du substrat en accord avec la croissance colonnaire révélées par MEB. Le travail se poursuit pour étudier les couches de ZnO dopé Al et leur utilisation comme électrode transparente et conductrice dans une hétéro-structure OLED.

#### REFERENCES

- [1] R. Kumar, O. Al-Dossary, G. Kumar, A. Umar, Nano-Micro Lett. 7(2), 97 (2015).
- [2] J.Y. Lee, J.H. Lee, H.S. Kim, C.-H. Lee, H.-S. Ahn, H.K. Cho, Y.Y. Kim, B.H. Kong, H.S. Lee, Thin Solid Films, 517, 5157 (2009).
- [3] K. Maeda, T. Takata, M. Hara, N. Saito, et al., J. Am. Chem. Soc. 9 127, no. 23, 8287 (2005).
- [4] S. K. Hau, H-L. Yip, N. S. Baek, J. Zou, et al., App. Phy. Lett. 92, 253301 (2008).
- [5] F. K. Shan, Y.S. Yu, J. of the European Ceramic Society 24, 1869 (2004).
- [6] S-L. Li, F-M. Deng, Y-K. Ye, G. Fu, B. Liu, F-X. Wang, H-L. Wanga, Thin Solid Films 596, 51 (2015).
- [7] D-G. Yoo, S.-H. Nam, M.H. Kim, et al., Surface and Coatings Technology, 202 (22–23), 5476 (2008).

## FILTRES DE BRAGG BASÉS SUR DES STRUCTURES SUB-LONGUEUR D'ONDE EN SILICIUM

#### Diego Perez-Galacho<sup>2</sup>, Carlos Alonso-Ramos<sup>2</sup>, Florent Mazeas<sup>1</sup>, Xavier Le Roux<sup>2</sup>, Dorian Oser<sup>2</sup>, Weiwei Zhang<sup>2</sup>, Laurent Labonté<sup>1</sup>, Sébastien Tanzilli<sup>1</sup>, Delphine Marris-Morini<sup>2</sup>, Eric Cassan<sup>2</sup>, Laurent Vivien<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut de Physique de Nice CNRS UMR 7010, Université Côte d'Azur, 06108 Nice, France

<sup>2</sup> Centre de Nanosciences et de Nanotechnologie, CNRS, Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France

*г гапсе* 

laurent.labonte@unice.fr

## Résumé

Nous présentons nos travaux concernant le développement de structures submicrométriques pour circuits photoniques intégrés, tels que des filtres de Bragg sur plateforme Si montrant des performances inédites : taux de réjection jusqu'à 40 dB associé à une bande passante étroite (1nm). Ces filtres sont exploités dans le domaine de la photonique quantique.

**MOTS-CLEFS :** Silicium ; structures intégrées ; photonique quantique ;

#### **1. INTRODUCTION**

La photonique sur silicium est devenue une des technologies majeures de ces dernières années. Son développement a été conduit principalement par les télécommunications. Cependant, elle peut aussi être utilisée pour générer et manipuler des paires de photons intriqués [1]. Cette application ouvre la voie à l'intégration de circuits de traitement de l'information quantique. La génération de paires de photons intégrés sur puce a déjà été démontrée en utilisant le mélange à quatre ondes dans des anneaux résonants en silicium [1].

A cause de l'importante différence de puissance entre le faisceau de pompe et les paires de photons générées, des filtres avec de forts taux de réjection (TR) intégrés sont requis pour pouvoir utiliser ces sources de paires de photons sans bruit résiduel provenant de la pompe. De plus, les exigences sur ces filtres intégrés ne concernent pas seulement le TR, mais également une bande passante étroite (typiquement autour de 1 nm). L'implémentation de ces filtres sur puce est, de nos jours, un vrai défi à relever.

Les architectures basées sur des coupleurs contra-directionnels [2], sur des anneaux et des réflecteurs [3] ont été reportés avec des bandes passantes sub-nanométriques, mais également avec des TR modérés. Des réjections plus élevées peuvent être obtenues avec des filtres basés sur des interféromètres de Mach-Zehnder [4], mais ils nécessitent d'être activement accordés et montrent souvent des largeurs de bandes plus larges.

Les filtres de Bragg peuvent être utilisés en jouant sur la modulation de la largeur des guides d'ondes, mais pour répondre à la demande de bande passante étroite, des modulations de largeur de guide inférieure à 10 nm sont requises [5], rendant leur fabrication exigeante.

### 2. DESIGN ET FABRICATION DES STRUCTURES DE FILTRAGE

Dans ce travail, nous présentons un filtre de Bragg basé sur une géométrie de réseaux sublongueur d'onde (SWG :Sub-Wavelength Grating) surmontant les contraintes de fabrication liées à la faible modulation de la largeur des guides. Sa représentation schématique est montrée à la Fig 1. (a). La structure est conçue en divisant la période de Bragg ( $\Lambda_B$ ) en deux sous-périodes SWG ( $\Lambda_1$  et  $\Lambda_2$ ). La partie la plus large de chaque période SWG est légèrement différente ( $\Delta W$ ), mettant en œuvre une modulation de la largeur du réseau de Bragg efficace. En utilisant cette approche, la largeur minimale de modulation n'est désormais plus limitée par la taille minimale caractéristique (comme dans un filtre de Bragg conventionnel), mais sa limitation provient de la résolution du processus de lithographie. Cette résolution est de l'ordre de quelques nanomètres, par conséquent notre approche permet l'utilisation de modulations très petites permettant d'obtenir des filtres très fins spectralement.

Nous avons fabriqué ces SWG à l'aide d'une plateforme Silicon-On-Insulator (SOI) de 220 nm d'épaisseur avec un substrat d'épaisseur 2  $\mu$ m. Puisque la résolution de notre processus de lithographie par faisceau d'électrons est de 5 nm, nous utilisons cette valeur comme largeur de modulation ( $\Delta W = 5$ nm). Des images du filtre fabriqué sont montrés dans les Fig (b) et (c).



Fig. 1 : Filtres de Bragg basés sur des réseaux sub-longueur d'onde: schéma (a), et SEM images (b) et (c)

#### 3. CARACTÉRISATIONS DES FILTRES DE BRAGG FABRIQUÉS

Pour caractériser le dispositif, une onde polarisée TE est injectée et extraite de la puce en utilisant des réseaux de couplage. Ces réseaux ont été conçus pour transmettre le mode TE en minimisant des réflexion de type Fabry-Perot afin de ne pas perturber la caractérisation de la transmission des SWG sous-test. Dans la Fig. 2, nous montrons les résultats expérimentaux des filtres de Bragg basés sur les réseaux sub-longueur d'ondes, à côté des résultats d'un guide droit, pour trois longueurs différentes.

Comme attendu, plus le filtre est long, plus le taux de réjection est important. D'après la Fig. 2, on peut voir que les filtres de 1000  $\mu$ m montrent des performances remarquables avec une bande passante de 1.1 nm et une réjection dépassant les 40 dB.

Ces valeurs représentent une amélioration de près de 30 dB en terme de TR comparé aux précédents travaux publiés sur des filtres de Bragg sur silicium basé sur des réseaux sub-longueur d'onde [6]. La largeur de la modulation qui, dans notre cas est égal à 150nm, est 10 fois plus grande que dans le cas de filtre de Bragg conventionnel c'est à dire fabriqués en une seule étape de gravure [7]. De plus, les pertes d'insertion et de propagation sont faibles (<0.2 dB pour une longueur d'échantillon de 1000  $\mu$ m).



Fig. 2 : Résultats expérimentaux obtenus pour trois longueurs de filtres différentes.

#### CONCLUSION

Ces résultats sont une importante étape en vue de la réalisation de filtres de réjection de pompe intégrés pour des expériences de sources de paires de photons intriqués sur puce ou pour des applications en traitement quantique de l'information.

Les perspectives de ce travail concernent principalement une amélioration du TR basée sur une meilleure compréhension des paramètres géométriques limitants de ce type de structure.

## Références

[1] F. Mazeas, M. Traetta, M. Bentivegna, F. Kaiser, D. Aktas, W. Zhang, C. A. Ramos, L. A. Ngah, T.Lunghi, E. Picholle, N. Belabas-Plougonven, X. Le Roux, E. Cassan, D. Marris-Morini, L. Vivien, G. Sauder, L. Labonté, and S. Tanzilli, Opt. Express 24, 28731 (2016).

[2] R. Boeck, M. Caverley, L. Chrostowski, and N. A. F. Jaeger, Opt. Express 23, 25509 (2015).

[3] C. Alonso-Ramos, A. Ortega-Moñux, I. Molina-Fernández, A. Annoni, A. Melloni, M. Strain, M.Sorel, P. Orlandi, P. Bassi, and F. Morichetti, in IEEE 11th International Conference on Group

IV Photonics (GFP) (IEEE, 2014), pp. 219-220.

[4] C. M. Wilkes, X. Qiang, J. Wang, R. Santagati, S. Paesani, X. Zhou, D. A. B. Miller, G. D. Marshall, M. G. Thompson, and J. L. O'Brien, Opt. Lett. 41, 5318 (2016).

[5] X. Wang, W. Shi, R. Vafaei, N. A. F. Jaeger, and L. Chrostowski, IEEE Photon. Technol. Lett. 23,290 (2011).

[6] J. Wang, I. Glesk, and L. R. Chen, Electron. Lett. 51(9), 712 (2015).

[7] Z. Chen, J. Flueckiger, X. Wang, F. Zhang, H. Yun, Z. Lu, M. Caverley, Y. Wang, N. A. F. Jaeger, and L. Chrostowski, Opt. Express 23, 25295 (2015).