

---

# MÉTHODES DE FABRICATION DE NANOSTRUCTURES PHOTONIQUES ASSOCIÉES À DES GUIDES D'ONDE

---

## Sommaire

---

<b>II.1 Quelques généralités sur la fabrication de structures photoniques . . . . .</b>	<b>54</b>
<b>II.2 Description des guides et des structures photoniques . . . . .</b>	<b>58</b>
<b>II.3 Gravure des échantillons . . . . .</b>	<b>64</b>
<b>II.4 Gravure directe par FIB . . . . .</b>	<b>69</b>
<b>II.5 Fabrication par action combinée du FIB et de la RIE . . . . .</b>	<b>78</b>
<b>II.6 Conclusion . . . . .</b>	<b>82</b>

---

La fabrication de structures périodiques de taille nanométrique est devenue de nos jours un enjeu technologique important, de par les nombreuses applications et effets auxquels ces structures sont liées, à commencer par les cristaux photoniques. Nous verrons dans cette partie une approche originale de la fabrication de telles structures par l'utilisation du faisceau d'ion focalisé (Focused Ion beam, FIB).

## II.1 QUELQUES GÉNÉRALITÉS SUR LA FABRICATION DE STRUCTURES PHOTONIQUES

### 1.1 Présentation générale

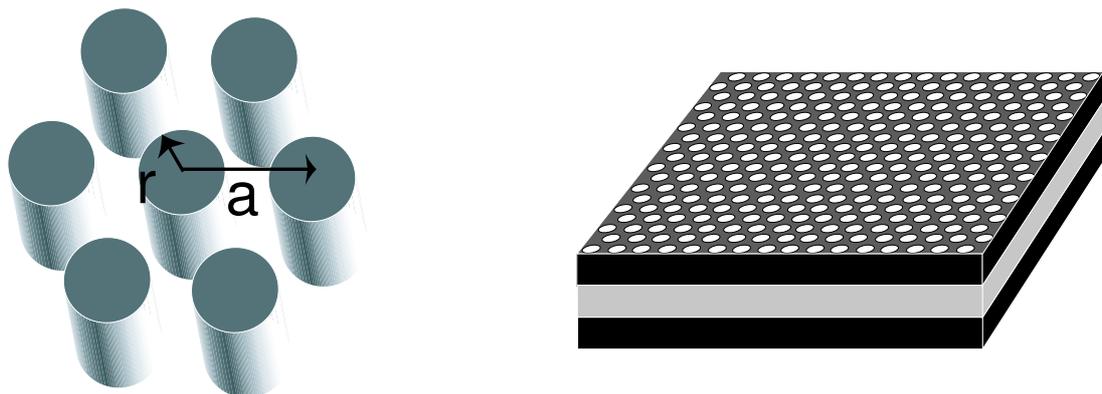
Aux cours des vingt dernières années, depuis la démonstration des bandes interdites photoniques (Photonic Bandgap, PBG) ([61–64]), de nombreuses méthodes ont été développées pour fabriquer des structures périodiques submicroniques sur des matériaux diélectriques (principalement des matériaux à forts indices comme l'*AsGa*). Nous nous intéresserons ici uniquement à la fabrication des structures planaires (ou pseudo-2D, car il s'agit en toute rigueur d'un problème tridimensionnel), dont les technologies actuelles permettent une fabrication plus aisée que les structures 3D.

Il est possible de trouver de nombreux articles dans la littérature concernant la fabrication de telles structures périodiques photoniques. Le lecteur pourra se reporter pour plus de détails au livre [65] ainsi qu'à des articles de synthèse [64, 66, 67] ou aux nombreux articles concernant la fabrication des cristaux photoniques sur silicium [68], sur *SOI* (Silicon On Insulator) [69–71], qui permettent un bon confinement de la lumière dans le sens de la hauteur grâce à la différence d'indice entre le silicium et la silice, sur des structures multicouches de semi-conducteur de type *III/V* (*GaAs/AlGaAs* ou *InP*) [19, 72, 73], qui permettent également de concilier optique guidée et BIP.

Plusieurs techniques de fabrication sont apparues durant cette dernière décennie. Les premières structures photoniques qui ont permis une validation expérimentale de l'effet de BIP ont été fabriquées par Yablonovitch en perçant mécaniquement (par gravure ionique chimiquement assisté) des trous dans un matériau diélectrique [74]. Elles donnaient lieu à une BIP dans le domaine spectral microonde. Par la suite, une large variété de procédures issues des technologies des semiconducteurs ont été appliquées pour produire des structures photoniques sur ces matériaux. Des progrès ont été accomplis pour atteindre des dimensions sub-microniques nécessaires à l'obtention de BIP dans les domaines spectraux visibles et du proche infrarouge. La plupart de ces techniques ont été empruntées à la micro-électronique sur silicium et impliquent des combinaisons de croissance de matériau, de lithographie, de gravure ainsi que de nombreux processus chimiques.

Les différents matériaux utilisés (Silicium, *AsGa*, etc...) entraînent à leur tour un certain nombre de contraintes liées qui nous fera choisir une technique plutôt qu'une autre. Il sera présenté ici quelques cristaux photoniques "traditionnels" planaires les plus répandus.

La fabrication la plus courante demande deux étapes, l'une permettant d'inscrire les zones à graver sur la surface du semiconducteur puis une deuxième pour graver ces zones, ce qui permet de créer le réseau de trous. La première étape est le plus fréquemment effectuée par lithographie électronique. Pour la seconde étape, la gravure humide présente le risque de sous-gravure. La gravure sèche par ions réactifs (Reactive Ion Etching, RIE) est préférée car elle permet un contrôle précis de la taille des trous et de leur arrangement (avec une précision nanométrique), mais par contre, possède une profondeur maximale de gravure. C'est pour cette raison que cette méthode est souvent employée pour la fabrication de structures ne demandant pas des profondeurs de gravure excessive, ce qui est le cas dans les structures multicouches ou sur guides d'ondes (cf. fig II.1) qui permettent un confinement dans le sens de la hauteur. La gravure électrochimique permet quant à elle d'obtenir des trous très profonds avec un très bon facteur de forme, mais la taille et la forme des trous sont contrôlées avec une précision moindre.



(a) Paramètres géométriques d'une structure à arrangement triangulaire de piliers diélectriques dans l'air

(b) Matrice triangulaire "inverse" de trous dans une structure multicouche (les piliers ont été remplacés par des trous)

FIG. II.1 – Description géométrique des matrices triangulaires.

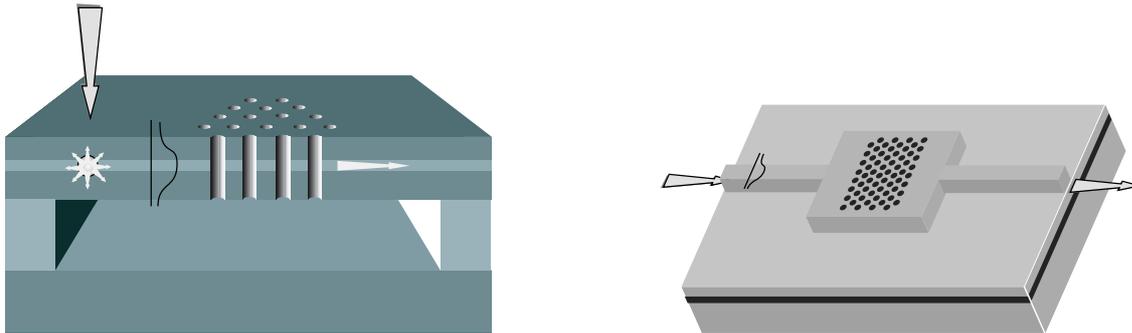
## 1.2 Association de structures photoniques à des guides d'onde

Après avoir fabriqué les structures photoniques, il reste le problème épineux de l'injection de la lumière dans la structure. Deux solutions ont été principalement développées pour le résoudre :

- La première consiste à insérer la source lumineuse directement à l'intérieur ou à proximité de la structure photonique. Cette méthode nécessite que la structure contienne une couche « active » : on extrait la lumière d'une couche photoluminescente (insérée au cours de l'épitaxie pour les

guides à bases de semi-conducteurs  $III - V$ ) grâce à un LASER pompe (voir par exemple [75]) (Fig. II.2(a)).

- La seconde consiste simplement à amener la lumière jusqu'à la structure photonique grâce à un guide optique (la structure elle-même étant gravée sur ou à côté de ce guide). L'injection se fait par un bord clivé (voir par exemple [76]) (Fig. II.2(b)) .



(a) Excitation interne d'une couche luminescente, la lumière est ensuite confinée dans la couche guidante.

(b) Injection par le biais d'un guide d'onde ruban

FIG. II.2 – Illustration des deux principales méthodes d'injection dans des structures photoniques.

C'est cette seconde méthode que nous avons retenue, plus compatible avec l'optique guidée. Les structures peuvent être ensuite fabriquées de plusieurs manières.

### 1.2.1 Fabrication de la structure photonique en même temps que le guide optique

Cette première méthode avait été utilisée dans le travail de thèse précédant le mien [57–59] sur  $Si_3N_4$ . L'échantillon a été réalisé en deux étapes (insolation d'une résine de  $PMMA$  par lithographie électronique, puis  $RIE$  fluorée). L'avantage principal de cette méthode vient du fait que qu'il n'y a pas de problème de placement des structures par rapport aux guides, puisque les deux sont effectuées en même temps. Elle comporte par ailleurs deux inconvénients :

- les deux structures n'ont pas la même échelle, ce qui pose un problème de résolution numérique selon le logiciel utilisé (il existe un rapport entre le champ maximum et le plus petit détail pris en compte) et mécanique selon les performances des translateurs.

- on a peu de liberté quant au type de structure : les guides étant en relief, il est difficile de leur associer autre chose que des plots, les effets de proximité posant davantage de problèmes pour le dessin de trous avec une résine positive.

Nous avons donc préféré effectuer la fabrication des structures en deux étapes.

### 1.2.2 Fabrication en deux étapes : guide d'onde puis structure photonique

N'ayant pas à fabriquer les guides, la surface à traiter correspond uniquement à la structure photonique dont la taille, de quelques dizaines de  $\mu m^2$  au maximum, permet une plus grande précision sur chaque structure gravée. Il ne reste plus qu'à se placer convenablement par rapport aux guides d'onde préalablement fabriqués pour réaliser la structure périodique.

Cette étape est effectuée par différents procédés lithographiques, la plus répandue restant la lithographie électronique ([16, 76, 77] etc...). L'échantillon à traiter est successivement recouvert d'une couche de silice ou de métal selon le substrat, puis d'une couche de *PMMA*. C'est cette dernière qui sera insolée par lithographie électronique. Les motifs seront ensuite reproduits par gravure sur la couche du dessous, qui servira de masque à une gravure pour finalement reproduire les motifs sur le substrat. Pour un placement précis, la méthode nécessite des repères préalablement gravés sur l'échantillon à l'écart des motifs à lithographier pour éviter l'insolation du *PMMA* lors de leur visualisation. D'autres méthodes de lithographie ont été développées, comme la lithographie Deep-UV (sur *SOI* [78]) ou encore lithographie interférentielle ([79], qui possède le gros désavantage de ne pas pouvoir introduire de défauts dans la structure périodique, un des effets des cristaux photoniques les plus utilisés à l'heure actuelle). Enfin, les récents progrès réalisés sur les machines à faisceaux d'ions focalisés (Focused Ion Beam, *FIB*) concernant particulièrement la résolution, la flexibilité et la facilité d'utilisation nous ont paru très intéressants. De plus, le traitement ne nécessite pas de couche de résine supplémentaire et permet la gravure directe du masque (voire de l'échantillon comme nous le verrons) et permet un placement de visu, le *FIB* pouvant servir d'appareil d'imagerie. Cet appareil a déjà été utilisé plusieurs fois pour la fabrication de nanostructures périodiques [80–86]).

Pour le cas qui nous intéresse, la réalisation de la structure photonique s'est inspirée des différentes méthodes qui ont été exposées ici.

La difficulté de la structure photonique associée à un guide d'onde, tient à ce qu'elle doit être positionnée avec une précision inférieure à sa période par rapport au guide. Or la fabrication de

ces objets, d'échelles très différentes, se doit d'être faite en deux étapes. Cette contrainte interdit l'utilisation de la lithographie *e-beam* telle que nous pouvons la pratiquer au laboratoire. En effet, le fonctionnement du MEB nous oblige à travailler en *aveugle* et le placement du support d'échantillon dans la chambre à vide ne dépasse pas une précision de l'ordre du micromètre, ce qui est largement en dessous de nos spécifications.

Le FIB (Focused Ion Beam) paraît un bon compromis, puisqu'il permet de contrôler visuellement la position de l'échantillon. Cependant, comme nous le verrons, l'utilisation de cet appareil amène d'autres difficultés.

## II.2 DESCRIPTION DES GUIDES ET DES STRUCTURES PHOTO-NIQUES

### 2.1 Fabrication

Nous combinerons les structures photoniques à des guides d'ondes  $SiO_2/SiON/SiO_2$ , dont la fabrication a été développée au laboratoire dans le cadre d'autres projets. Dans un premier temps, la fabrication et les paramètres de ces guides seront détaillés.

La structure multicouche  $SiO_2/SiON/SiO_2$  sur *Si* est présentée sur la figure II.3. Les différents paramètres (épaisseur des différentes couches, hauteur et largeur du ruban) ont été déterminés par BPM (RSoft BeamProp) de manière à obtenir un guidage monomode dans la gamme de longueur d'onde utilisée lors de la caractérisation (700-900nm).

Les détails du dépôt des couches et de la fabrication du guide d'onde sont décrits plus en détails dans les références [87–89].

La fabrication des guides est effectuée en salle blanche afin d'éviter la contamination des couches par des poussière ou l'humidité<sup>1</sup>. Les différentes étapes sont détaillées sur la Fig. II.4.

Afin d'assurer une meilleure adhérence de la couche déposée par une procédure de PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) au substrat de silicium, les substrats silicium polis

---

1. Les guides ont été réalisés au laboratoire avec l'aide d'Andrei Sabac

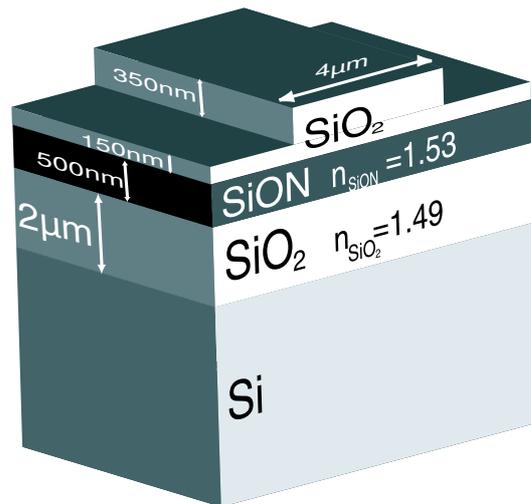


FIG. II.3 – Présentation de la structure multicouche des guides avec le détail des tailles et indices.

double face sont préalablement oxydés thermiquement dans un four à oxydation (modèle Tempress) à  $1150^{\circ}\text{C}$  sous un flux d'oxygène.

La première étape consiste en un dépôt par PECVD des trois couches successives de silice (épaisseur  $3\mu\text{m}$ ), d'oxynitride de silicium (ép.  $0,5\mu\text{m}$ ) puis à nouveau de silice (ép.  $0,5\mu\text{m}$ ). Cette méthode permet un bon contrôle à la fois de l'épaisseur et de l'indice de réfraction des différentes couches.

Les structures guidantes sont ensuite définies par photolithographie qui comporte 3 étapes :

- réalisation du masque par photolithographie. C'est une plaque de verre recouverte d'une couche de chrome avec des ouvertures correspondant aux structures fabriquées. Les masques fabriqués au laboratoire permettent une précision de  $0,1\mu\text{m}$  en positionnement (x,y) et une taille de spot minimale de  $4\mu\text{m}$ . La largeur des guides ne pourra donc être supérieure à  $4\mu\text{m}$ . La résolution angulaire minimale  $\delta\theta$  est de  $0,1^{\circ}$ . Nous avons utilisé une résine positive (la zone exposée au rayonnement UV est enlevée lors du développement),
- enduction de résine positive photosensible (AZ5214),
- insolation UV de l'échantillon mis au contact du masque.

La gravure RIE (Reactive Ion Etching, PLASSYS) permet de graver la couche supérieure de  $\text{SiO}_2$  de manière à dégager les rubans des guides. Les paramètres sont les suivants :

- gaz réactifs :  $\text{C}_2\text{F}_6 = 30\text{sccm}$ ,  $\text{O}_2 = 5\text{sccm}$
- pression de travail  $p = 60\mu\text{Bar}$
- puissance RF  $W = 150\text{W}$ .

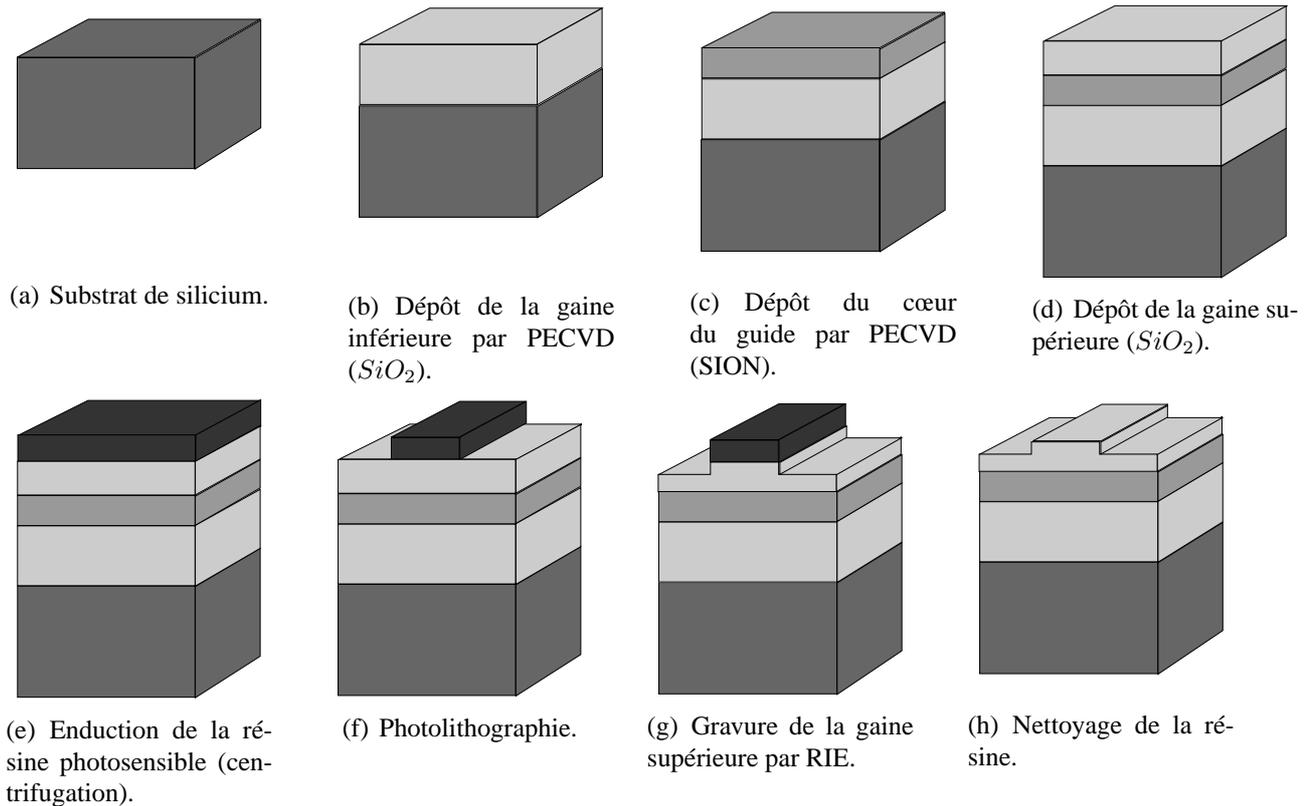


FIG. II.4 – Principales étapes de la fabrication des guides optiques.

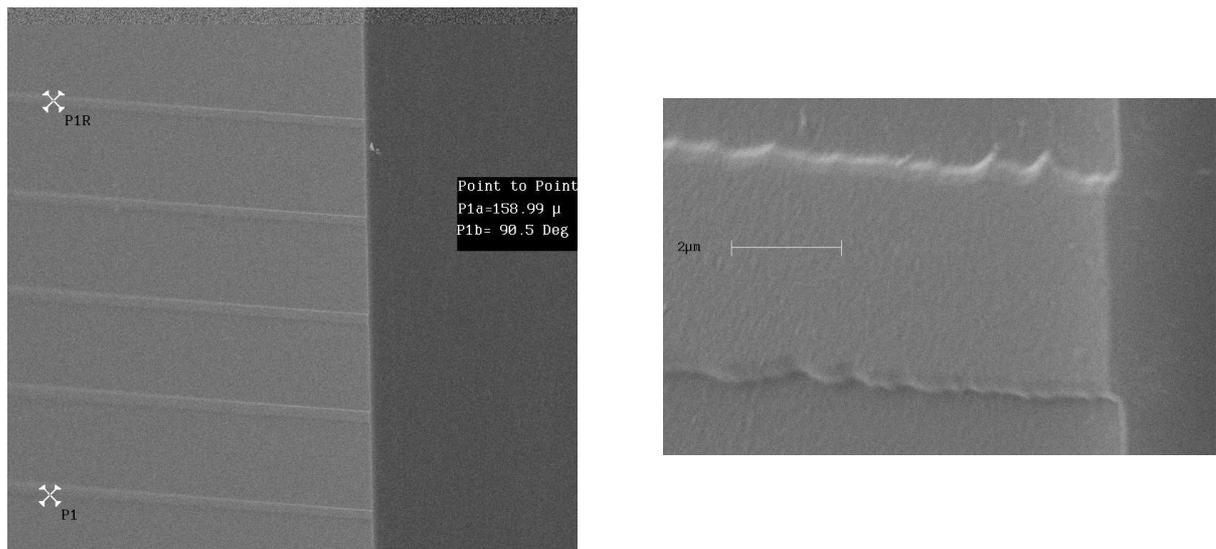
Dans ces conditions, la vitesse de gravure est de  $0,8nm/s$ .

Pour permettre une injection dans ces guides avec le moins de pertes possibles, nous avons découpé les échantillons ( $15 \times 25mm^2$ ) grâce à la scie Disco DAD400 sur laquelle a été disposé un disque abrasif SD 6000 de  $200\mu m$  de largeur. Cette technique a donné des bons résultats, remplaçant avantageusement le clivage (cf. fig. II.5). Elle a comme avantage de ne pas nécessiter de polissage des faces d'injection après le découpage des échantillons.

## 2.2 Modélisation par BPM

Les guides ont pu être préalablement modélisés à l'aide d'un logiciel commercial de BPM (Beam Propagation Method) tridimensionnelle, ce qui a permis de vérifier leur unimodalité dans la gamme de longueur d'onde étudiée, la forme du mode (cf. fig. II.6(a)) ainsi que l'onde évanescente à la surface et sur les cotés du ruban (cf. Fig. II.6(b)). On peut observer une bonne corrélation entre les formes des modes calculés Fig. II.6(a) et obtenu expérimentalement Fig. II.6(c).

Cette simulation a permis d'étudier l'influence de l'épaisseur des différentes couches et de la



(a) Série de guides

(b) Détail d'une face d'injection

FIG. II.5 – Images effectuées grâce au MEB de plusieurs guides multicouches ( $SiO_2/SiON/SiO_2$ ). On observe plusieurs défauts sur le ruban, dus à la gravure RIE.

largeur du ruban, ce qui a permis d'optimiser la propagation à la longueur d'onde étudiée. Un balayage en longueur d'onde a également été effectué pour vérifier le comportement du guide sur la plage utile d'un laser accordable (700 – 950nm). Les guides retenues après simulation (cf Fig II.3) permettent un guidage monomode sur la gamme de longueur d'onde désirée. De même, on remarque que le cœur du mode se trouve à moins d'un micron de profondeur de la surface et ne s'étend pas à plus de  $1,5\mu m$ . Il reste d'ailleurs principalement confiné dans la couche de  $SiON$ , ce qui pourra permettre, avec des trous de moins de  $1,5\mu m$  d'avoir un bon recouvrement entre les structures photoniques et le mode guidé. Le fait que la caractérisation en sortie de guide II.6(c) soit légèrement asymétrique peut avoir plusieurs raisons. Comme nous avons l'observer sur l'image II.5(b), la gravure RIE du ruban n'est pas parfaite et provoque des irrégularités. Ces défauts peuvent avoir des effets sur la forme du mode observé. Une deuxième raison proposée est qu'il subsiste parfois sur la face d'injection et de sortie des éclats provoqués par la scie.

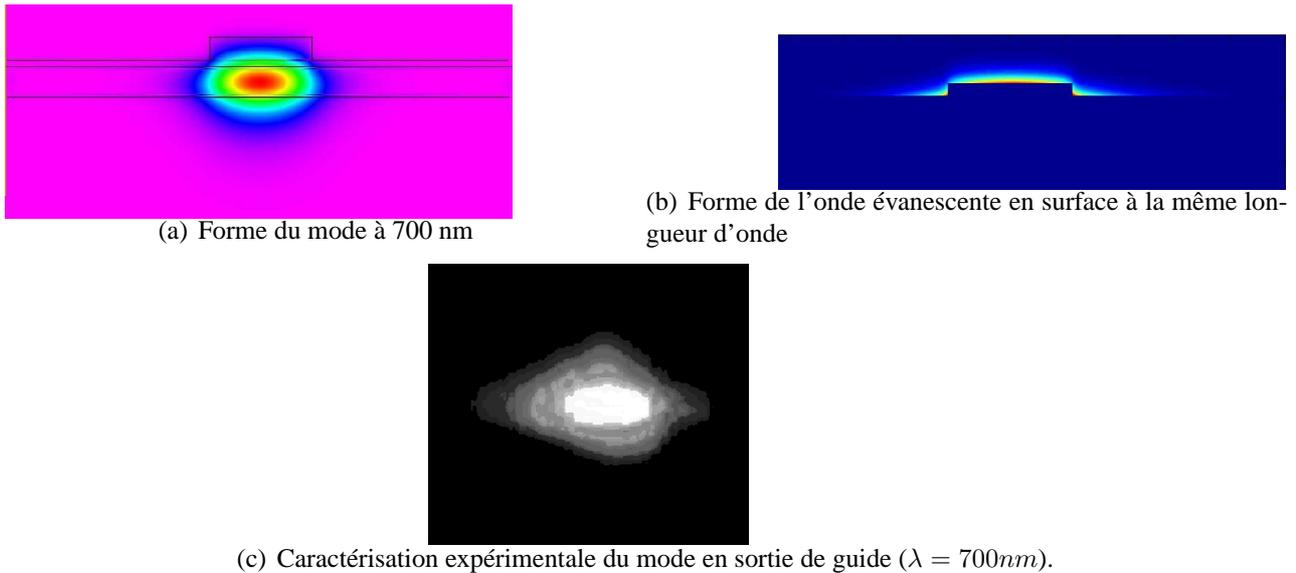


FIG. II.6 – Résultats de calculs BPM sur la structure multicouche présentée Fig II.3. Comparaison avec l'image de sortie d'un guide injectée.

### 2.3 Présentation des échantillons réalisés

Deux types de structures ont été effectuées sur ces échantillons (les séries de guides qui serviront de base à la gravure FIB sont décrites dans le tableau II.7 et sur la Fig II.8) :

- des guides d'onde rectilignes sont rassemblés par séries, écartés de distances différentes, ce qui a permis un choix assez nombreux de structures à graver sur les guides eux-mêmes.
- des séries de coupleurs. Des virages en S permettent de rapprocher les guides (jusqu'à  $5\mu m$ ) sans pour autant craindre une injection dans les deux guides à la fois. En effet, les guides sont espacés sur les bords de l'échantillon d'une centaine de  $\mu m$ . Ces coupleurs permettront la gravure entre leurs 2 guides des structures prévues pour le couplage par adressage d'onde évanescentes [58].

### 2.4 Remarques

Comme nous l'avons vu précédemment, les guides d'ondes multi-couches oxynitride de silicium / silice sont actuellement très utilisés pour des applications *MOEMS* [89]. Ils permettent grâce aux dépôts successifs de couches minces de  $SiO_2$  et  $SiO_xN_y$  d'obtenir un confinement important de la lumière dans la couche guidante et d'être modifiables facilement en fonction des applications

Référence à la Fig. II.8	Type de guides	Ecart entre les guides (en $\mu m$ )
Première Série A	5 guides droits parallèles	20
Deuxième Série B	4 guides droits parallèles	40
Troisième Série C	4 guides droits parallèles	80
Coupleurs D	2 guides parallèles (s'approchant avec virage en S)	10
Coupleurs E	2 guides parallèles (s'approchant avec virage en S)	20
Coupleurs F	2 guides parallèles (s'approchant avec virage en S)	40

FIG. II.7 – Descriptions des séries de guides

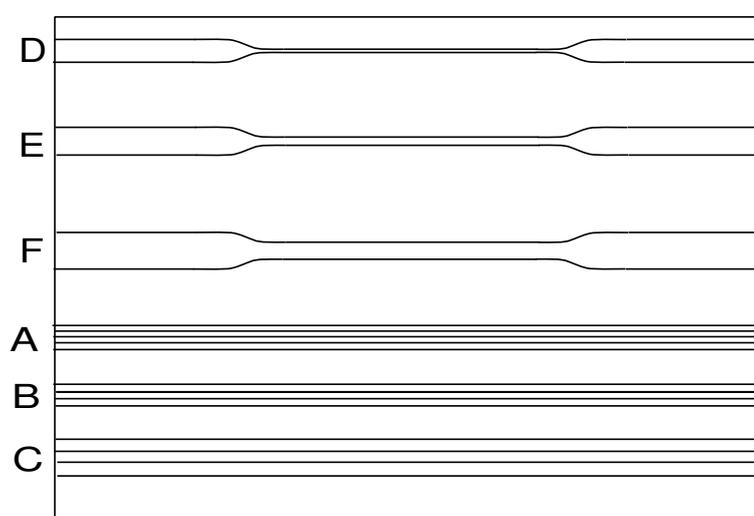


FIG. II.8 – Présentation de la répartition des guides sur les échantillons.

choisies en faisant varier l'épaisseur des couches, la profondeur de gravure du ruban en surface et la largeur du guide. Par contre, les indices optiques obtenus sont assez faibles par rapport à ceux obtenus par exemple sur  $AsGa$  ou  $Si$  ( $n_{SiO_xN_y} = 1,53$ ) et ne permettent donc qu'une différence d'indice relativement faible avec l'air ( $\Delta n \simeq 0,5$ ). Malgré tout, il a été prouvé dans le chapitre I par simulations que de telles structures permettent une  $BIP$  dont la largeur spectrale est assez faible par rapport aux autres matériaux précédemment cités.

Les seules études existantes à notre connaissance sur les structures 2D à  $BIP$  sur silice et oxyde de silicium concernent principalement les fibres dites photoniques [39, 90], mais très peu sur des structures planaires. Cependant, ces guides étant de plus en plus utilisés en optique guidée, il est donc intéressant de voir comment y associer de telles structures.

## II.3 DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE DE GRAVURE PAR FIB

Comme il a été montré dans les parties précédentes, l'utilisation du Focused Ion Beam (FIB) nous a paru tout à fait adaptée à la fabrication de structures nanométriques périodiques, de par la simplicité de la gravure, qui ne nécessite pas d'ajout d'une couche de *PMMA* comme dans le cas de la lithographie électronique et donc pas de développement. De plus l'imagerie ionique, alternant avec les séquences de gravure de l'appareil, nous fournit des images pendant le traitement de l'échantillon, utiles à la fois pour le placement des structures par rapport aux guides, et permet un contrôle direct des structures gravées. Dans cette partie, je ferai d'abord une présentation rapide du FIB avant de m'attarder sur les fabrications des structures photoniques réalisées par gravure FIB.

### 3.1 Présentation des structures à graver

Deux types de structures associées à des guides d'ondes seront principalement fabriqués :

- des structures type «cristaux photoniques », directement gravées sur les guides d'ondes. Celles-ci pourront être «sans défauts »(cf. Fig II.9(a)), ou avec des lacunes de trous qui pourront former des guides (cf. Fig II.9(b)).
- des structures type coupleur, qui sont en fait des matrices de trous entre deux guides d'ondes (cf. Fig II.10).



(a) Structure sans défauts.

(b) Structure avec ligne de lacunes

FIG. II.9 – Deux exemples de gravure sur guide.

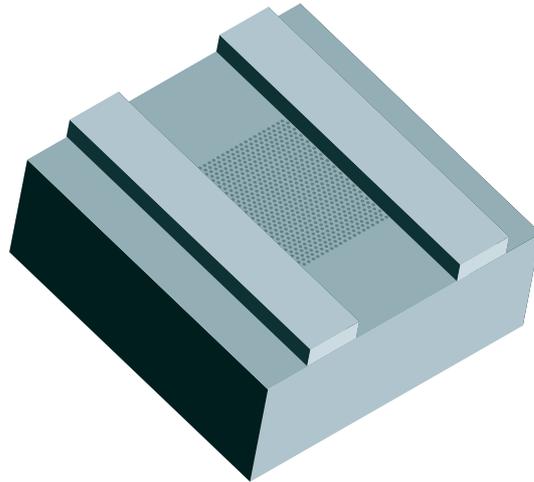


FIG. II.10 – Structure périodique réalisée entre deux guides d'onde et pouvant permettre le couplage d'un guide sur l'autre.

Les techniques de fabrication pour les deux types de structures seront très peu différentes. Nous remarquons tout de même que les structures «coupleurs» doivent avoir un positionnement plus précis puisque les lignes de trous doivent venir effleurer les côtés des guides.

### 3.2 Principe du FIB

L'outil principal pour la fabrication de telles structures est un système à faisceau d'ions focalisés (Focused Ion Beam, FIB). Deux appareils double-faisceau ont été utilisés au cours de ce travail. Ils comprennent une colonne ionique (FIB) et une colonne électronique (MEB) implantées sur la même chambre à vide.

- Le premier est une station Orsay Physics dont la colonne FIB est implantée latéralement sur un MEB LEO440. Il est situé au laboratoire FEMTO-ST, Besançon. Malheureusement, la maintenance de l'appareil nous en a privé pendant un assez long moment. Nous avons donc poursuivi nos essais sur une deuxième machine :
- Le deuxième est une station FEI Beam Strata 235, situé à l'Institut de Science et d'Ingénierie Supramoléculaire (ISIS) de Strasbourg<sup>2</sup>.

Ces deux machines, bien que de génération et de marque différentes ont un fonctionnement similaire. Il en sera donc fait une présentation générale<sup>3</sup>.

2. Nous remercions d'ailleurs Eloïse Devaux (Laboratoire des Nanostructures, ISIS, Université Louis Pasteur, Strasbourg) pour l'aide précieuse apportée.

3. Pour plus de détails, le lecteur peut se référer au livre de référence [91].

Le principe de base d'un FIB est proche d'un microscope électronique à balayage (MEB), à ceci près que les ions sont focalisés par des lentilles électrostatiques (ouvertures circulaires portées à un potentiel de plusieurs milliers de volts). De même, ils sont défléchis par des plaques portées à des potentiels variables pour effectuer le balayage.

Une colonne FIB (voir Fig. II.11) comprend au moins les éléments suivants:

- une source d'ions (LMIS, Liquid Metal Ion Source) composée d'une aiguille de tungstène mouillée par le film de métal, suivie d'une lentille extractrice et d'une lentille accélératrice. Le gallium ( $Ga^+$ ) présente l'avantage d'être liquide à basse température ( $\sim 35^\circ C$ ), sans recourir à un alliage, donc à un séparateur de masse.
- un condenseur permettant de collimater le faisceau, voire de le focaliser vers le diaphragme pour augmenter l'intensité disponible,
- un diaphragme de diamètre variable sélectionnant les ions émis au centre du faisceau: les aberrations du faisceau (mais aussi l'intensité) diminuent avec le diamètre,
- le défecteur qui est une ouverture divisée en secteurs portés à des tensions différentes,
- un obturateur (" blanker ") qui n'est autre qu'un défecteur permettant de cacher le faisceau entre deux motifs à graver ou lorsqu'on utilise le MEB. Il dirige généralement le faisceau dans une cage de Faraday reliée à un ampèremètre pour mesurer son intensité,
- une vanne d'isolation permettant de préserver le vide de la colonne (typiquement quelques  $10^{-8} \text{ torr}$ ) lorsqu'on ouvre la chambre,
- la lentille de focalisation,

La performance de la colonne dépend de la stabilité de la source et des aberrations (sur l'axe et hors de l'axe) du système de lentilles. Dans le cas idéal, le profil d'intensité du faisceau est à peu près gaussien. Les aberrations ajoutent un halo plus marqué au spot central. La forme des gravures reflète le profil du faisceau; ainsi un faisceau aberrant produira des trous dont l'ouverture est évasée.

Le bombardement d'une surface par un faisceau d'ions ( $Ga^+$ ) (Fig. II.12) produit un transfert du moment cinétique aux atomes voisins de la surface qui les arrache à celle-ci sous forme d'atomes neutres ( $n^0$ ) ou ionisés ( $i^+$ ). Le taux de pulvérisation, ou rapport entre les nombres d'ions pulvérisés et d'ions incidents, est généralement inférieur à 5. En présence de gaz réactifs (F, Cl, I ...), une réaction plus complexe peut accroître ce taux d'un facteur 20 pour certains matériaux. En terme de

courant, le taux de pulvérisation pour les ions  $Ga^+$  dotés d'une énergie de 25 keV est compris entre 0.05 et  $0.7 \mu m^3/nA/s$  (ou  $\mu m^3/nC$ ). Il est de l'ordre de 0.3 pour une surface d'aluminium ou de silicium, et 0.1 pour le chrome. Une particularité importante de la pulvérisation est l'augmentation de son efficacité avec la pente de la surface: elle devient maximum autour de  $60^\circ$  puis décroît jusqu'à l'incidence rasante. La conséquence inévitable en est une "révélation" des grains (les bords étant usés plus vite que les sommets) lorsque le dépôt attaqué est inhomogène, donc la création de reliefs au fond des trous usinés.

Le choc des atomes incident avec un solide produit d'autres effets: implantation et déstructuration (amorphisation) du réseau cristallin au voisinage de la surface, émission de photons, de rayons X et surtout d'électrons secondaires ( $e^-$ ), détectés de la même façon (photomultiplicateur précédé d'un scintillateur) que dans l'imagerie MEB et permettant d'imager par balayage la structure que l'on vient de graver. Cette image a une qualité proche de celle du MEB (du moins lorsqu'on utilise un MEB à filament) et même un meilleur contraste chimique. Là encore, l'émission d'une surface inclinée est supérieure à celle d'une surface perpendiculaire au faisceau, ce qui explique le halo brillant au bord des trous. L'observation par FIB qui suit l'usinage est toujours faite en diminuant l'intensité du faisceau ionique (typiquement quelques pA) pour limiter une gravure globale du site observé.

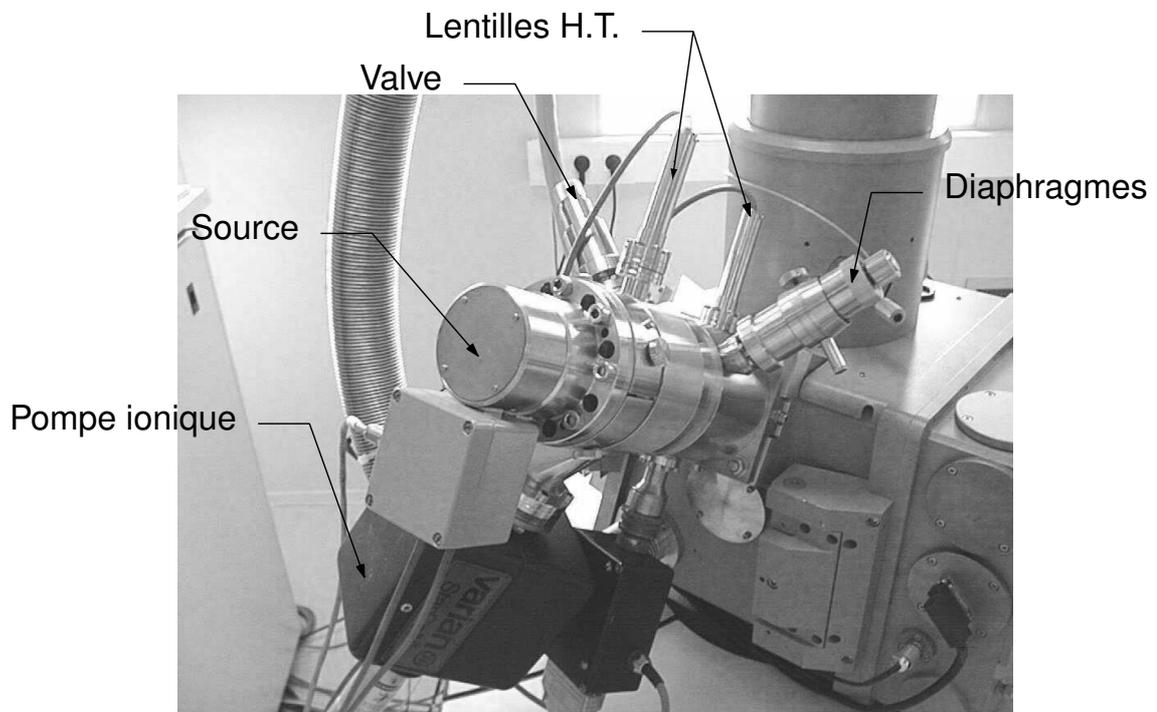


FIG. II.11 – Photo de la colonne FIB Orsay-Physics.

L'envoi de gaz réactifs selon un débit bien contrôlé au voisinage de la zone bombardée permet soit d'accélérer la gravure en empêchant le redépôt (composé fluoré pour la silice ou le silicium, chloré pour les métaux) soit de déposer du métal (composé de tungstène ou de platine dont les liaisons sont rompues par le bombardement).

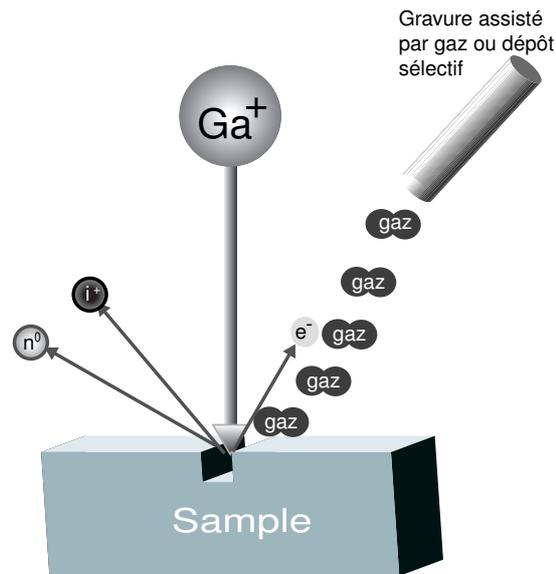


FIG. II.12 – Présentation de l'effet de l'interaction entre le faisceau ionique et la surface d'un échantillon.

### 3.3 Principales applications du FIB

Le FIB a au départ été beaucoup utilisé pour la réparation des masques ou de circuits intégrés sur semi-conducteurs : il permet par ablation ou par rajout de matière (grâce à des gaz réactifs injectés dans la chambre) de corriger les défauts possibles avec une précision permise par sa grande résolution (typiquement  $50nm$ ).

À de faibles courants (de l'ordre de quelque pA), le FIB peut être aussi utilisé comme un outil d'imagerie, à des résolutions proches de celles du MEB en terme de topographie mais avec un contraste chimique souvent supérieur.

Les images obtenues grâce aux électrons secondaires du FIB montrent un intense contraste en fonction de l'orientation des grains dans des structures polycristallines. En conséquence, la morpho-

logie des grains peut être clairement imagée sans passer par une gravure chimique.

Les ions secondaires créés peuvent aussi servir à réaliser des images. Elles révèlent les différences chimiques et sont spécialement utiles dans les études de corrosion, puisque le rendement des ions secondaires de métal peuvent croître de 3 ordres de grandeurs en présence d'oxygène, montrant clairement la présence de corrosion.

Avec des courants plus forts, le FIB grave la surface de l'échantillon, ce qui amène plusieurs applications, qui seront utilisées par la suite dans ce travail. La première est de sectionner l'échantillon et de faire une image de cette section (*cross section*) pour examiner des matériaux fragiles ou difficiles à caractériser autrement. La seconde et la plus intéressante au niveau de notre travail est le fait de pouvoir utiliser le FIB comme une machine permettant de percer des trous de l'ordre de la centaine de nanomètre, voire de quelques dizaines de nanomètre, le tout avec une précision de positionnement inférieur au micron.

## II.4 GRAVURE DIRECTE PAR FIB

Au vu de toutes les utilisations possibles du FIB et de premiers essais effectués sur  $SiO_2$ , nous nous sommes rendus compte qu'il était possible de graver directement les structures photoniques dans les guides d'onde utilisés pour ce travail.

Le traitement de l'échantillon dans ce cas peut se décomposer en trois étapes principales (représentées II.13).

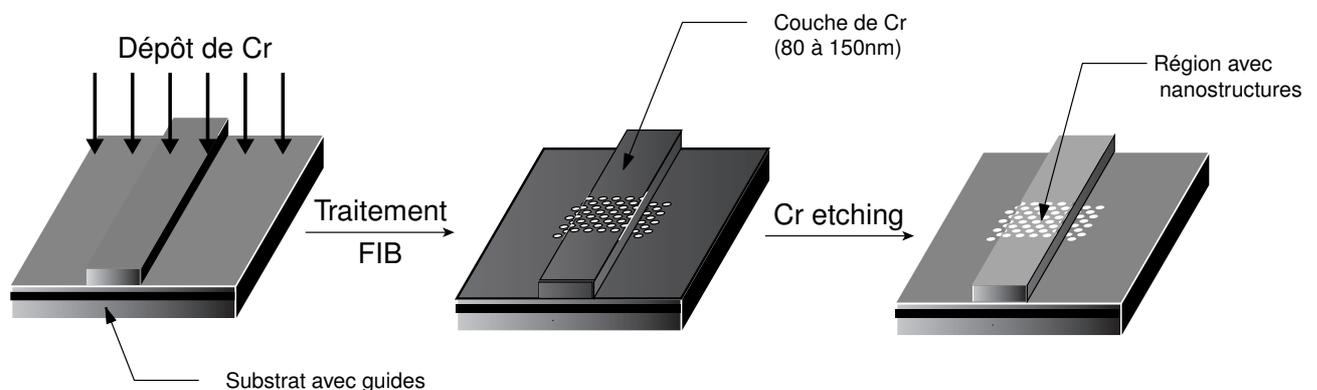


FIG. II.13 – Process de gravure direct de l'échantillon par FIB

## 4.1 Métallisation de l'objet

Une fine couche de Chrome ( $Cr$ ) d'une centaine de nanomètres est déposée à la surface de l'échantillon par pulvérisation (pulvé Alcatel). L'échantillon est ensuite collé sur un support par de la laque d'argent ou de carbone (facilement dissoute dans le propanol), un point de laque permettant en outre de mettre la surface métallisée à la masse (Fig. II.15). Ceci permet, en évacuant les charges de la surface, de faire des images MEB et FIB de qualité donc de contrôler la gravure en cours de traitement. Elle nous permet notamment de discerner clairement les guides rubans par imagerie FIB, et donc de pouvoir se positionner précisément.

De la même façon, la couche métallique permet l'évacuation des charges lors de l'action du faisceau ionique, évitant ainsi les dérives et aberrations du faisceau.

Nous verrons par ailleurs que les flancs des gravures FIB ne sont pas verticaux, notamment à cause du redépôt. Les trous gravés ont la forme d'un *entonnoir*, évasé en surface et de diamètre de plus en plus faible en profondeur. La couche de métal en surface permet de diminuer cet effet de surface, puisqu'elle sera enlevée après la gravure.

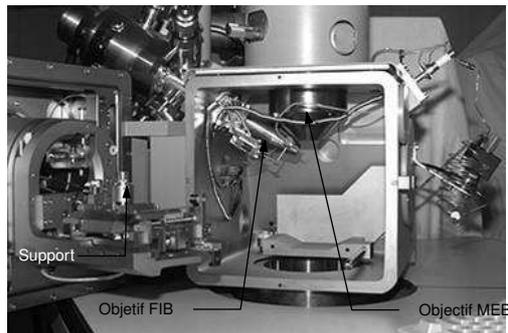
## 4.2 Traitement FIB

Dans le cas du FIB double faisceau Orsay Physics, il faut remarquer que la cohabitation dans la même chambre d'une colonne FIB et MEB pose des problèmes du point de vue de l'encombrement, autant pour approcher la platine de la colonne MEB (platine à plat, on ne peut approcher à plus de  $25mm$  de l'objectif) ou de l'objectif du FIB (platine à  $60^\circ$ , distance minimum de  $15mm$  comme le montre la Fig.II.14(b)). Le fait que l'on soit obligé de travailler à ces distances limite la résolution. Ce problème n'existe pas avec des FIB monocolonne et a été mieux résolu dans les double-faisceau plus récents, en limitant la dimension des lentilles.

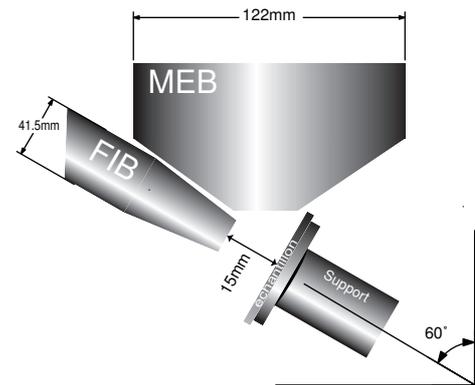
La station Orsay-Physics est équipée d'un logiciel Raith (Elphy Quantum) pour éditer les motifs (format GDSII) et piloter la gravure. Développé à l'origine pour la lithographie électronique, ce programme permet d'associer à chacun des motifs programmés un ensemble de paramètres. Le FIB FEI utilise un logiciel propre de pilotage mais dont les fonctions sont identiques.

Il est possible de jouer sur plusieurs paramètres pour obtenir la gravure désirée :

- Plusieurs gammes de courant sont disponibles (10pA, 80pA, 200pA ou 1nA pour le FIB Orsay-



(a) Photo de la chambre du FIB Orsay-Physics.



(b) Encombrement dans la chambre et contraintes imposées par les deux colonnes (FIB et MEB)

FIG. II.14 – Quelques considérations sur l'encombrement dans la chambre du FIB.

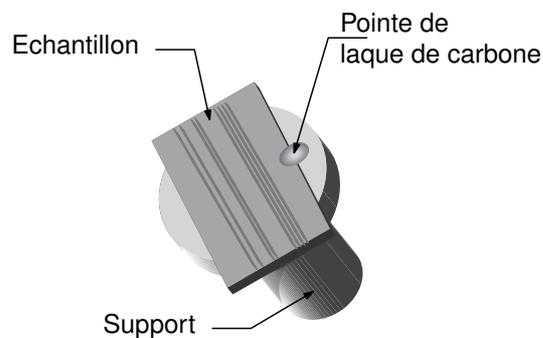


FIG. II.15 – Représentation du support et de l'échantillon, qui est fixé sur ce dernier par de la laque d'argent.

Physics, et 10pA, 30pA, 100pA et 500pA pour le FIB FEI). Il est possible de passer de l'un à l'autre en changeant de diaphragme. Plus le courant est fort, plus la gravure sera rapide mais au détriment de la résolution et de l'aspect en surface.

- Le nombre de passages est aussi un élément important. Le choix pour ce paramètre sera d'autant plus grand que l'électronique du FIB est rapide, il reste très limité pour le FIB Orsay-Physics qui est d'une génération plus ancienne que le FEI.
- le temps de gravure en chaque pixel ou dwelltime.

Pour un temps de gravure total donné, l'augmentation du nombre de passages (donc la diminution du dwelltime) diminue la profondeur gravée mais limite le redépôt dû au matériau pulvérisé par chaque flash du faisceau ionique), ce qui entraîne des flancs de gravure plus verticaux (et donc un meilleur facteur de forme), paramètre important des cristaux photoniques.

En jouant sur ces trois paramètres, il est possible de modifier la dose, exprimée en  $\mu A.s/cm^2$ .

Comme nous l'avons vu plus haut, les structures à graver sont des structures périodiques, composée de trous circulaires d'environ 200nm, répartis selon une maille triangulaire de 360nm (paramètres obtenus théoriquement, voir Chapitre I). La profondeur des trous doit au maximum couvrir l'étendu du mode guidé, et doit donc dépasser la couche guidante de  $SiON$ , comme montré sur la Fig. II.16. Nous devons donc graver à une profondeur de  $1,2\mu m$  au minimum, couche de métal comprise.

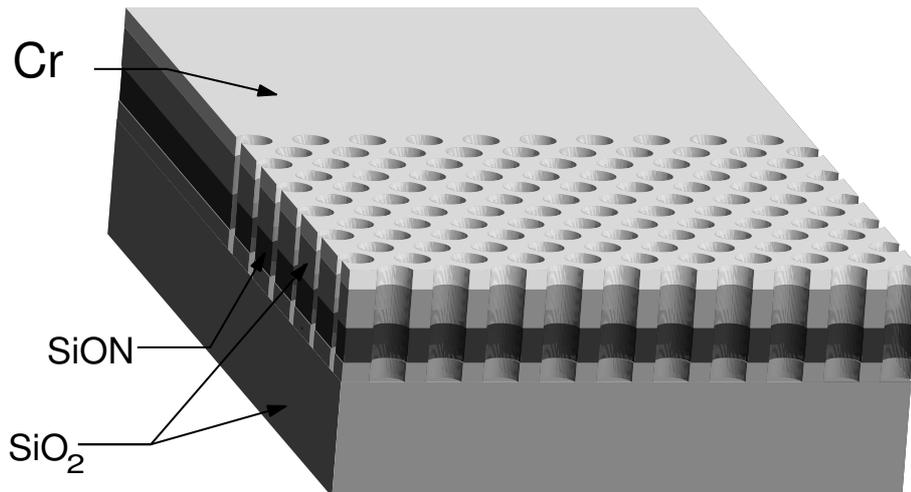


FIG. II.16 – Aspect souhaité après gravure : les flancs sont verticaux et la couche de  $SiON$  est dépassée.

Pour commencer, il est possible d'estimer un ordre de grandeur pour la durée de la gravure sachant que la vitesse de gravure est proche de  $0,1\mu m^3/nA/s$  (un volume de  $0,1\mu m^3$  est gravé en une seconde pour un courant de  $1nA$ ). Connaissant le volume estimé de chaque trous et le courant, il est possible de remonter au temps de gravure.

Ensuite, différents essais ont été effectués pour affiner les paramètres de gravure. La forme et la profondeur des trous sont contrôlées directement par des *cross-sections* (voir Fig. II.17) et permettent de faire une coupe des gravures préalablement effectuées.

Pour le FIB Orsay-Physics, les essais ont montré les meilleurs résultats (voir Fig. II.18 avec les paramètres donnés dans le tableau II.20. La gravure atteint environ  $1,5\mu m$ . Ce sont les paramètres qui seront utilisés par la suite.

Avec les essais sur le FIB FEI, les paramètres sont un peu près équivalents (courant utilisé :  $120pA$ ), par contre, l'électronique plus rapide permet un nombre de passages beaucoup plus importants (jusqu'à 1400 passages) ce qui a permis d'avoir des flancs pour les trous plus verticaux.

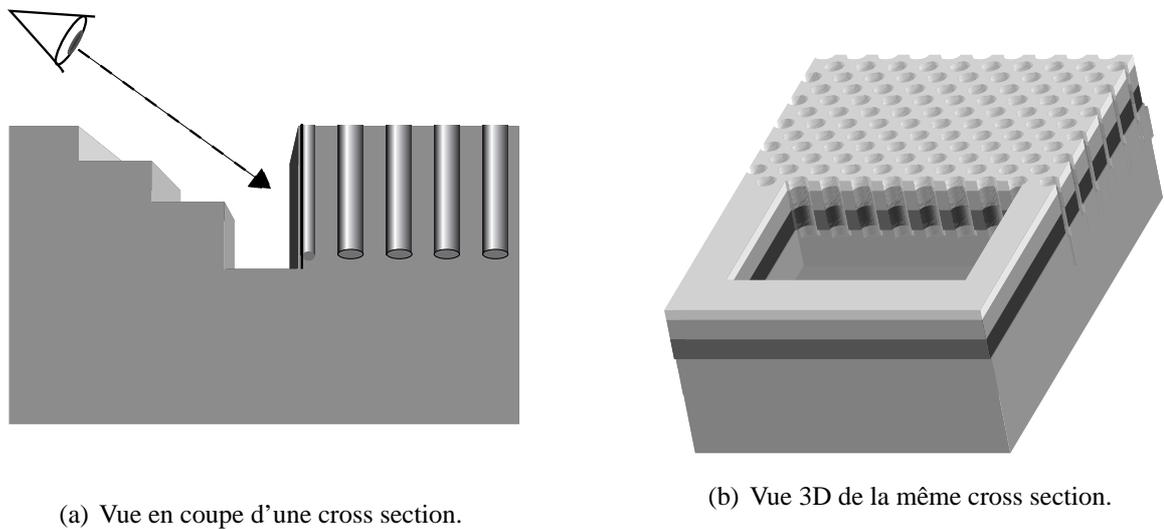


FIG. II.17 – Cross section réalisée au FIB sur un échantillon.

	<b>Paramètres utilisés</b>
<b>Courant (pA)</b>	115
<b>Write Field (<math>\mu\text{m}^2</math>)</b>	4
<b>Step size (nm)</b>	0.6 (4 pixels)
<b>Dwell time (ms)</b>	0.003
<b>Nombre de passages</b>	10
<b>Temps total de la gravure</b>	20.56 min
<b>Temps de gravure par trou</b>	3 s

FIG. II.19 – Paramètres de la gravure de la structure présentée Fig.II.18

	<b>Paramètres utilisés</b>
<b>Courant (pA)</b>	130
<b>Nombre de passages</b>	750
<b>Temps total de la gravure</b>	60 s
<b>Temps de gravure par trou</b>	3.7 s

FIG. II.20 – Paramètres de la gravure de la structure présentée Fig.II.21

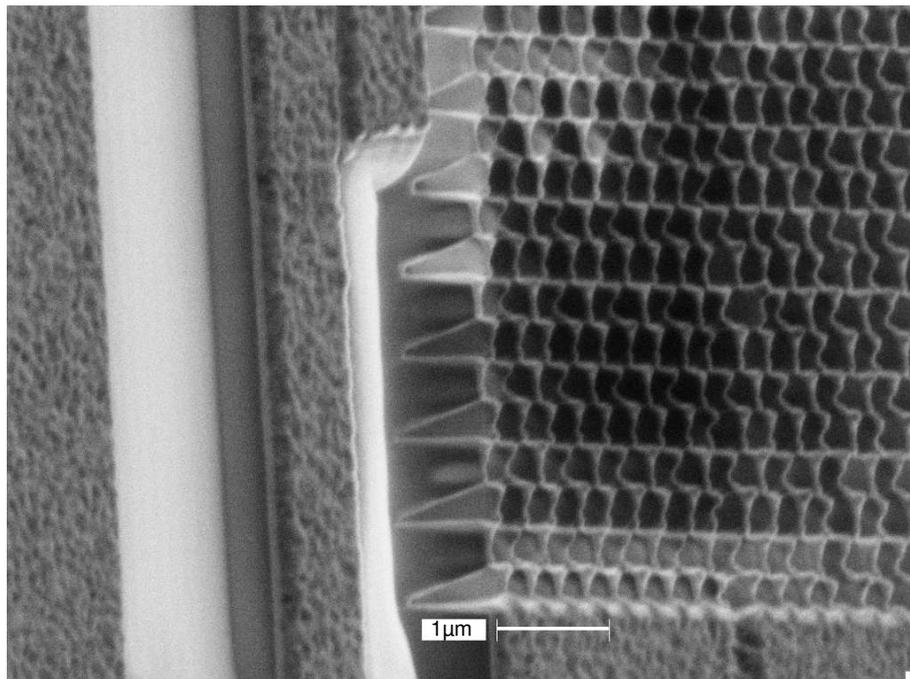


FIG. II.18 – Image FIB et cross section de la structure réalisée (matrice triangulaire 20x20 trous circulaires de 200nm et période de 360nm).

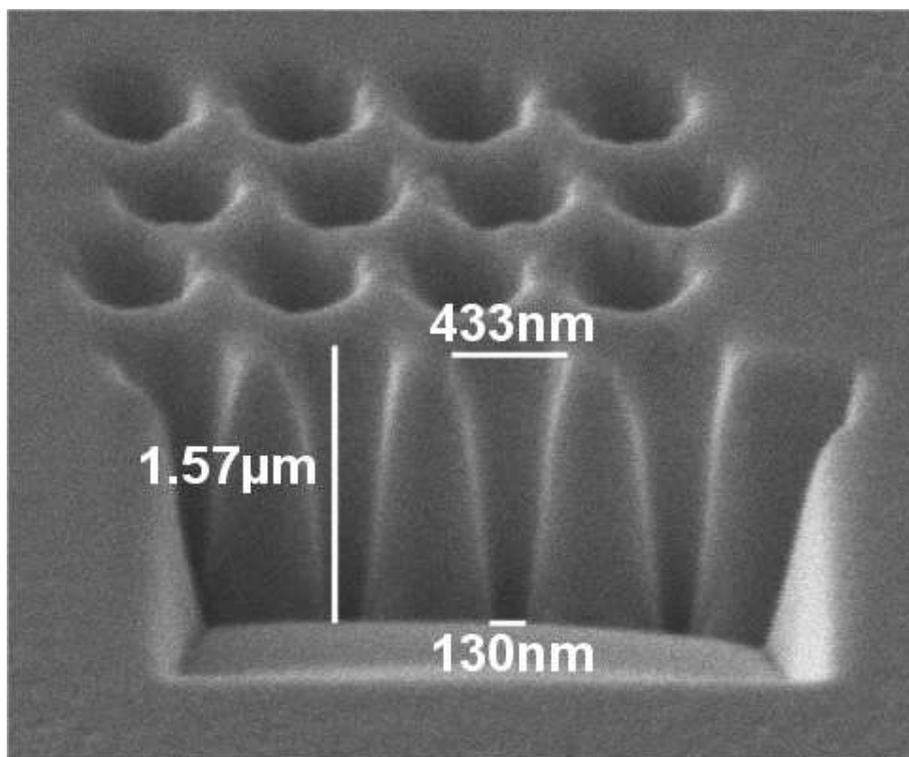


FIG. II.21 – Image FIB et cross section d'une structure réalisée grâce au FIB FEI (matrice triangulaire 4x4).

### 4.3 Résultats, problèmes rencontrés et discussion

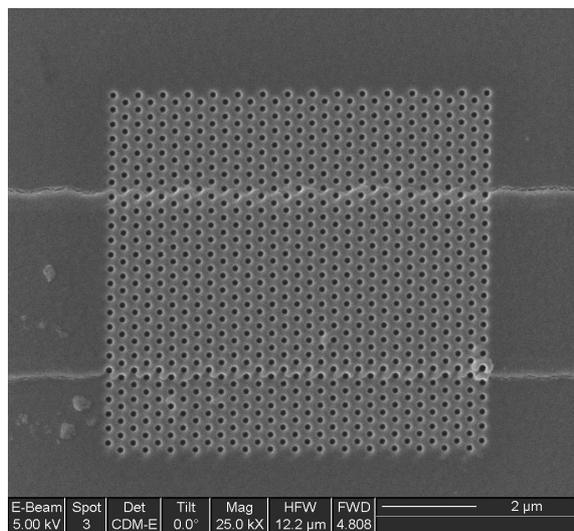
Les paramètres de gravures ainsi déterminées, nous avons gravé les structures sur les guides d'onde. Deux échantillons ont été fabriqués à l'aide de chacun des deux FIB utilisés. Les structures réalisées par le FIB Orsay-Physics ont montré de bons résultats (voir Fig. II.22, bien que la vitesse de l'électronique ne nous ait pas permis de faire des structures aussi étendues que celles permises par le FIB FEI.

Le FIB FEI a permis la réalisation de structures de tailles plus importantes (les plus grandes comportent  $24 \times 80$  trous) avec une bonne reproductibilité. Deux de ces structures sont présentées Fig. II.23 et Fig. II.24. La première est une structure sans défauts réalisée sur un guide d'onde (matrice triangulaire de  $24 \times 30$  trous circulaires, diamètre de 200nm, période de 360nm). La seconde est une structure reprenant les mêmes paramètres mais où une ligne de trous est manquante au centre du guide. Cet échantillon propose un grand choix de structures gravées sur guide d'onde (avec et sans lacunes, tailles différentes ( $24 \times 12$  trous,  $24 \times 24$  trous,  $24 \times 48$  trous,  $24 \times 80$  trous). Il sera caractérisé en champ proche (voir chapitre IV).

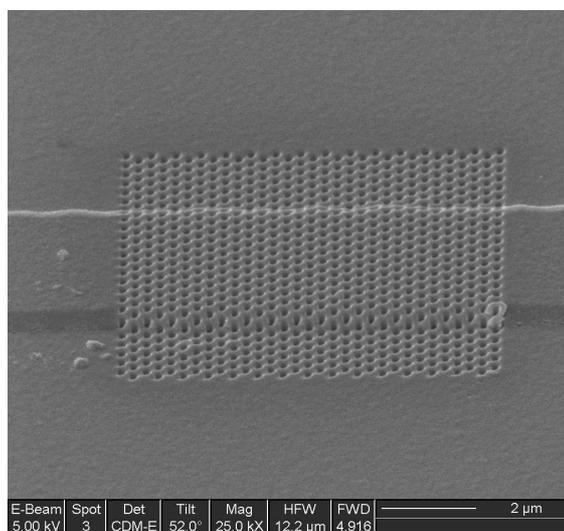
Par la même méthode ont été réalisées des structures devant permettre le couplage entre deux guides d'onde. Ces structures (détaillées dans la référence [57] et étudiées dans le chapitre I), nécessitant une grande surface de gravure, ont pu être fabriquées par le FIB FEI (Fig. II.25). On peut observer une bonne reproductibilité sur chacun des trous, ainsi qu'une bonne précision sur le positionnement de la structure par rapport aux guides. Les premières et dernières lignes de trous effleurent les guides d'onde.

La gravure n'est malheureusement pas exempte de défauts. Nous avons pu observer par exemple un effet en surface que l'on peut voir sur la Fig. II.18, les parois séparant les trous sont plus fines en surface jusqu'à parfois s'effondrer et créer des canaux entre les trous. Le diamètre des trous est plus large que celui qui a été initialement programmé en surface et plus faible en profondeur. Ce défaut est dû au redépôt de matériau. Pour diminuer cet effet, nous avons utilisé une couche de métal un peu plus épaisse (on est passé de 50 nm à 100 nm), qui nécessite donc des gravures un peu plus longues, mais permet d'amoindrir ces défauts de surface, puisqu'il disparaîtront lorsque la couche de métal sera retirée par gravure chimique.

Pour éviter le redépôt provoquant une diminution du diamètre des trous en profondeur, deux so-

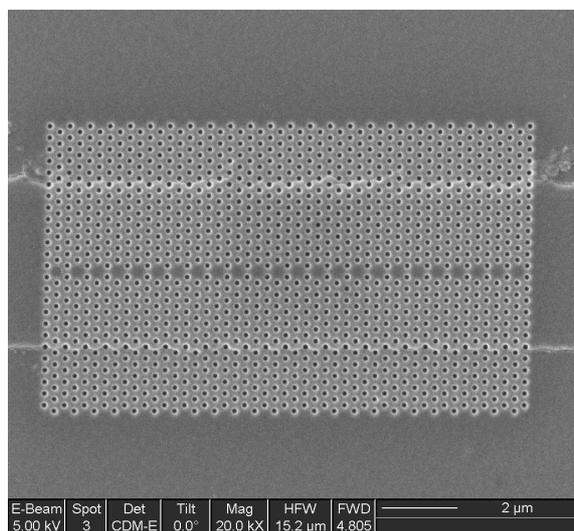


(a) Image à 0°.

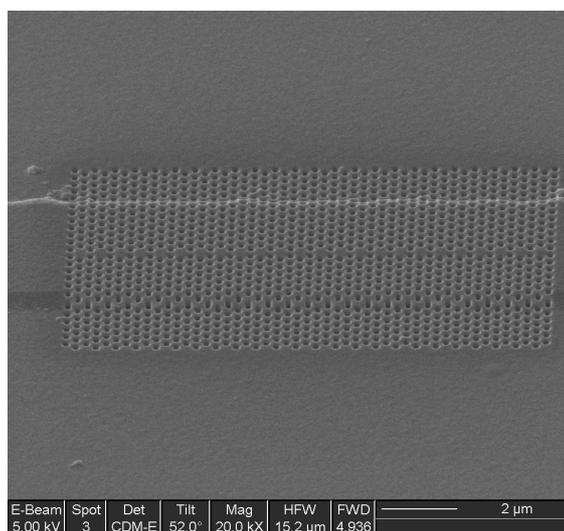


(b) Image à 52°.

FIG. II.23 – Structure gravée sur guide (matrice triangulaire de  $24 \times 30$  trous circulaires, diamètre de 200nm, période de 360nm) (FIB FEI).



(a) Image à 0°.



(b) Image à 52°.

FIG. II.24 – Structure gravée sur guide avec une ligne de défaut (matrice triangulaire de  $24 \times 48$  trous circulaires, diamètre de 200nm, période de 360nm) (FIB FEI).

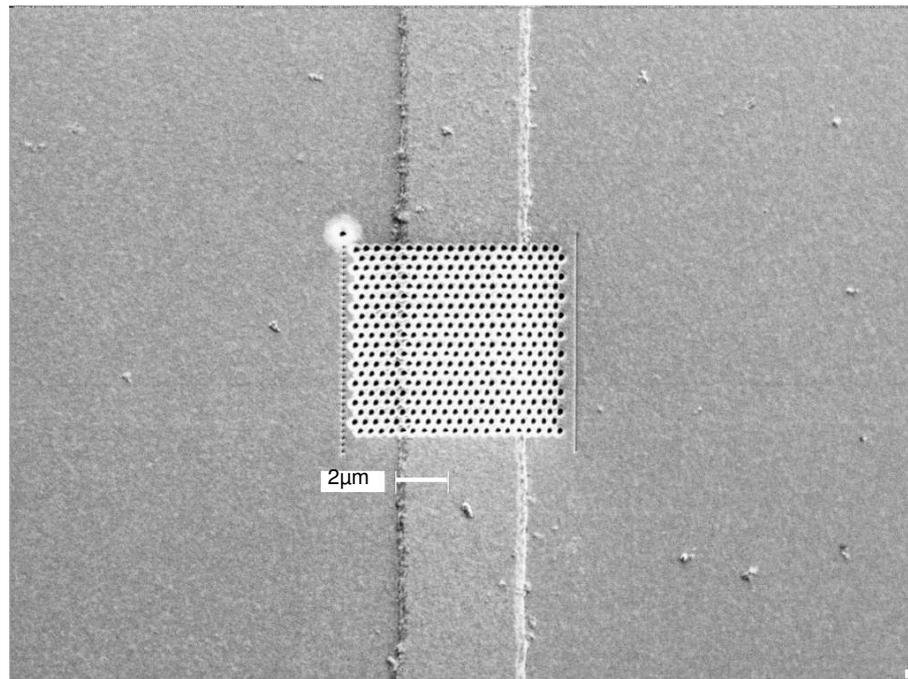


FIG. II.22 – Image FIB d’une structure photonique (matrice triangulaire de  $20 \times 20$  trous circulaires, diamètre de 200nm, période de 360nm) gravée sur un guide d’onde (FIB Orsay-Physics).

lutions ont été retenues :

- nous avons pensé utiliser un gaz réactif dont l’injection peut être effectuée dans la chambre du FIB. Nous n’avons malheureusement pas eu le temps de mettre en place cette modification.
- une augmentation conséquente du nombre de passage (nous sommes passés d’une dizaine de passage à plus de mille) nous a permis de réduire cet effet en profondeur (gravure FIB FEI).

L’autre principal défaut du FIB est que, de même qu’en lithographie *e-beam*, le faisceau doit se repositionner pour chaque trou qu’il perce. Or, les réglages FIB étant très critiques, on peut observer, si l’alignement de la colonne n’est pas parfait ou en présence d’une perturbation extérieure sur la colonne (mécanique ou électromagnétique, provoquée par d’autres appareils de salle blanche) une dérive du faisceau ionique. On observe donc, pendant des gravures longues (jusqu’à 1h20 pour des grandes matrices de quelques milliers de trous faites avec le FIB Orsay-Physics) une dérive (Fig. II.26(a)) ou des sauts du faisceaux (Fig. II.26(b)), ce qui brise la périodicité de la matrice. Pour cette raison, il nous a été très difficile de faire des structures de grande taille, du fait que, la durée de gravure augmentant, on augmente aussi les risques de saut ou de dérive, notamment sur le FIB Orsay-Physics, dont la technologie plus ancienne est sensible et dont le fonctionnement peut-être perturbé en salle blanche par les nombreuses autres machines (pulvés, RIE etc...) placées à proximité.

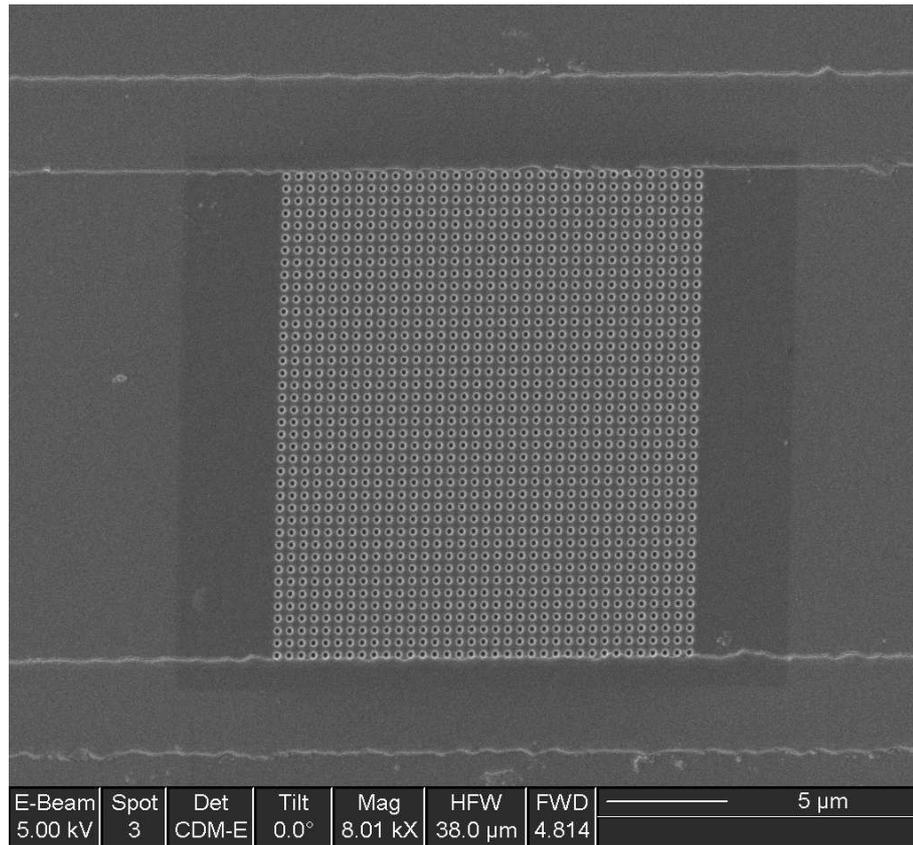


FIG. II.25 – Image MEB d'une structure à maille carrée réalisée entre deux guides d'onde devant permettre le couplage d'un guide sur l'autre. Matrice à maille carrée  $40 \times 35$  ( $a = 500nm$   $p = 250nm$ ) (FIB FEI).

Ces perturbations peuvent aussi parfois agir sur les réglages de focalisation et d'astigmatisme du faisceau. On peut aussi observer assez souvent un astigmatisme (voir par exemple Fig. II.27, qu'il est parfois difficile à annuler, venant sans doute de perturbations de la source ionique.

## II.5 FABRICATION PAR ACTION COMBINÉE DU FIB ET DE LA RIE

### 5.1 Présentation

Cette méthode s'inspire de la méthode de fabrication de structures photoniques la plus couramment utilisée, où la lithographie (souvent électronique) permet de fabriquer un masque, qui permettra ensuite la gravure du substrat par gravure sèche. La profondeur et l'aspect des trous dépendent dans ce cas uniquement de la gravure RIE.

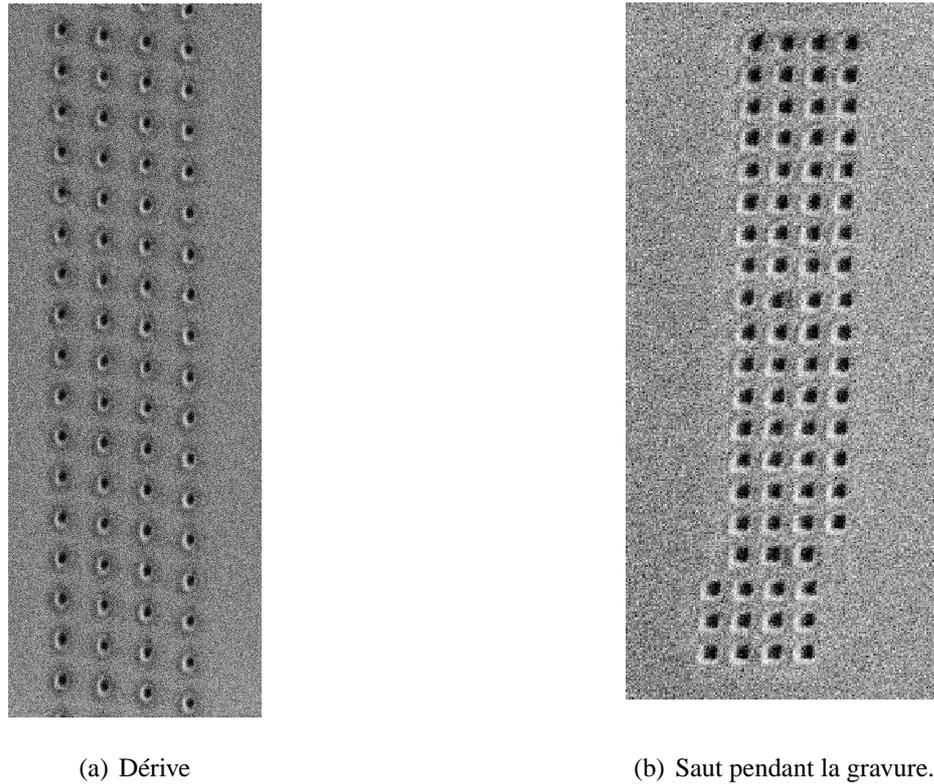


FIG. II.26 – *Défauts observés pendant la gravure (échantillon de silice).*

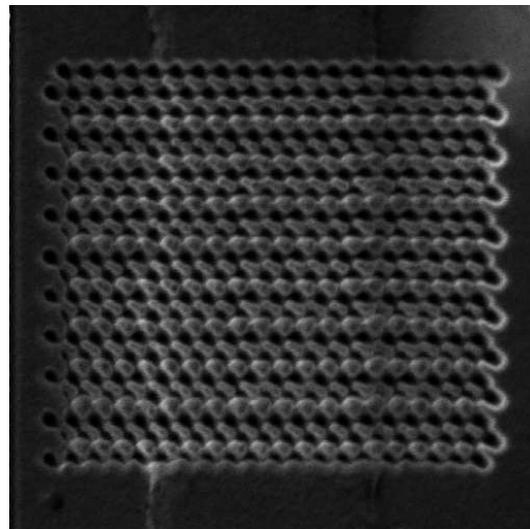


FIG. II.27 – *Image FIB d'une structure photonique (matrice triangulaire de 20x20 trous circulaires, diamètre de 200nm, période de 360nm) gravé sur un guide d'onde. Présence d'astigmatisme*

Nous procéderons dans notre cas en trois étapes principales (voir Fig. II.28, qui diffèrent légèrement de celles décrites lors du processus de gravure directe par FIB).

- Étape 1 : L'échantillon est métallisé avec une couche plus importante de métal (de l'ordre de 250nm).

- Étape 2 : On grave les nanostructures sur la couche de métal par FIB. Le but de cette étape est de pratiquer une ouverture à l'endroit où les trous devront être gravés par le plasma réactif de la RIE. Nous créons donc à cette étape un masque de métal qui permettra de reproduire les nanostructures dans le substrat.
- Étape 3 : On grave le substrat à travers le masque par RIE le temps nécessaire pour atteindre la profondeur de gravure voulu. Le masque étant gravé en même temps que le substrat même si c'est à une vitesse inférieure, nous chercherons à l'utiliser au maximum avant qu'il ne disparaisse.
- Étape 4 (facultative): S'il reste du métal, on peut totalement l'enlever par gravure chimique.

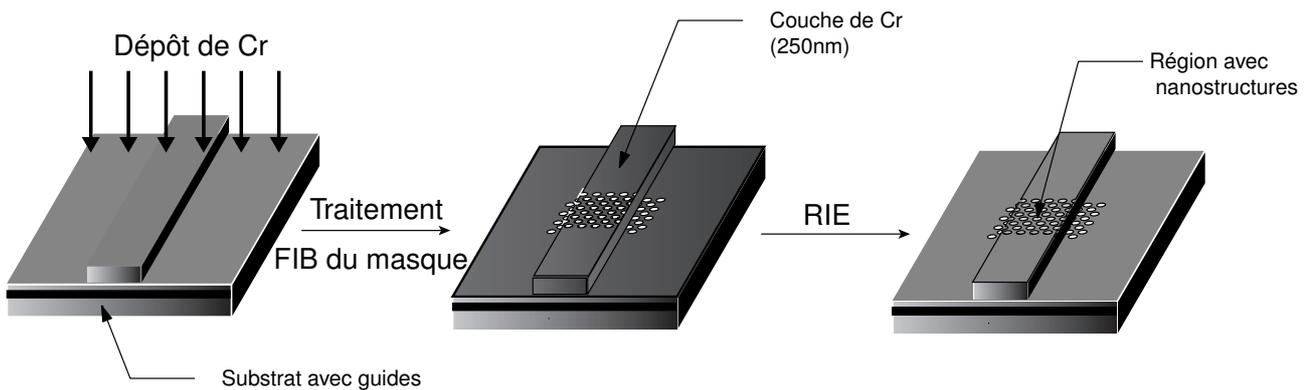
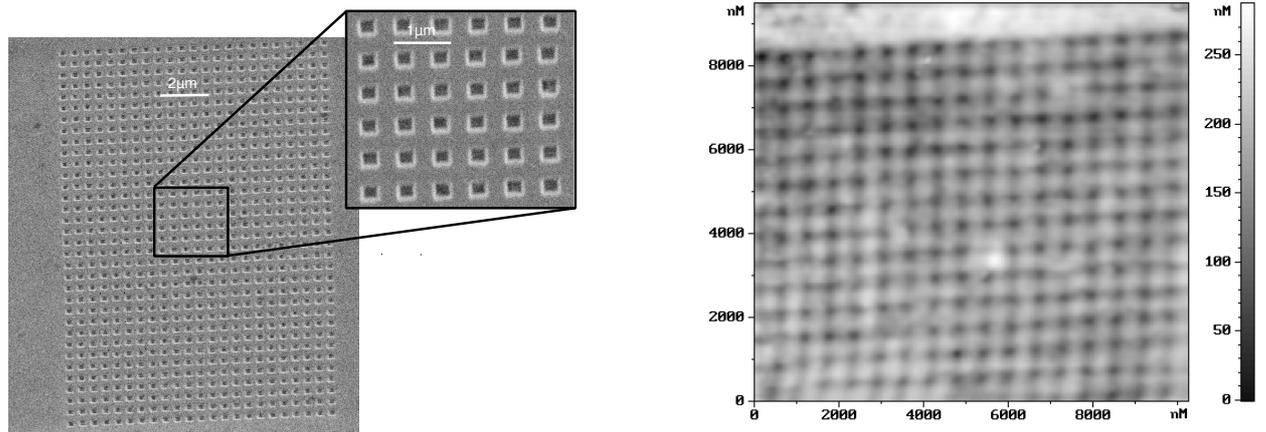


FIG. II.28 – *Processus de gravure de l'échantillon par FIB combinée à la RIE*

## 5.2 Premiers essais

Pour la partie FIB, nous aurons le même fonctionnement que pour la gravure directe. Nous chercherons les meilleurs paramètres pour percer la couche de métal avec des trous ayant des flancs les plus droits possibles. Les paramètres rejoindront ceux que nous avons choisis dans la partie précédente, mais avec des temps de gravure moindre puisque nous avons uniquement une profondeur de 250nm à atteindre. Un exemple de ce masque est présenté Fig. II.29(a). Le métal utilisé est le chrome.

Des premiers essais de gravure RIE (Plassys) ont été effectués en utilisant les paramètres habituels de gravure sur  $SiO_2$  ( $C_2F_6 = 30sccm$  ;  $O_2 = 5sccm$  ;  $p = 60\mu Bar$  ;  $W = 150W$ ), habituellement



(a) Image FIB d'un masque d'une structure photonique entre deux guides

(b) Image AFM de cette même structure (après la gravure RIE et démétallisation).

FIG. II.29 – Images réalisées avant et après la gravure RIE.

utilisés pour des gravures de surface importante (création du ruban pour la fabrication des guides). La sélectivité de la gravure entre le chrome et le  $SiO_2$  est de l'ordre de 1 : 10. L'épaisseur du masque ( $250nm$ ) nous laisse donc la possibilité théorique de graver à plus de  $2\mu m$  de profondeur.

La gravure RIE a eu lieu par palier de 5 minutes, permettant à chaque étape de vérifier l'état de surface du masque par imagerie MEB. La gravure de l'échantillon a été réalisée globalement en 20 minutes, ce qui nous donne une profondeur théorique de  $1920nm$  (à  $0.8nm/s$ ).

Malheureusement, l'échantillon réalisé par gravure RIE a été détruit lors d'une erreur de manipulation et n'a donc pas permis de caractérisation poussée. Des images AFM de cet échantillon (voir Fig. II.29(b)) ont permis de mesurer la profondeur de gravure des trous de l'ordre de  $100nm$ . Cependant, la largeur de la pointe AFM lui interdit de plonger jusqu'au fond des trous. Une caractérisation par cross-section aurait permis de nous donner avec certitude la profondeur de gravure, mais nous n'avons pu la réaliser.

Cette méthode requiert une étude plus poussée qui permettrait d'optimiser des paramètres de gravure RIE habituellement utilisés pour la gravure de surface beaucoup plus importante que celle utilisée dans le cas de gravure de nanostructures.

Cette méthode a été reprise pour la réalisation de structure photonique sur niobate de lithium (voir Chapitre V).

## II.6 CONCLUSION

Dans ce chapitre a été décrite la fabrication de guides d'onde multicouche  $SiO_2/SiON/SiO_2$  et des nanostructures associées à ces guides d'onde.

L'utilisation du FIB pour la fabrication de nanostructures bidimensionnelles est à notre connaissance inédite. Les résultats montrés dans ce chapitre ont permis de valider cette méthode et de montrer sa simplicité par rapport aux autres techniques habituelles de fabrication (réduction des étapes de fabrication, puisque ne nécessitent aucun média intermédiaire tel que des couches de *PMMA*, ni d'étapes de développement avec la lithographie *e-beam*). Cette méthode permet le contrôle des structures gravées en cours de réalisation grâce à la double colonne FIB/MEB. Les évolutions technologiques permanentes du FIB laisse présager une résolution et une qualité de la gravure encore accrues.

Cependant, le principal problème, inhérent à la gravure ionique, reste le redépôt de matériau. À cause de ce redépôt, la profondeur de gravure est limitée et les flancs des trous gravés ne sont pas verticaux. Pour réduire cet effet, nous avons proposé un nombre accru de passages lors de la gravure permis par l'électronique du FIB. Nous avons aussi proposé l'utilisation de gaz réactifs, qui peuvent être introduits dans la chambre du FIB lors de la gravure, méthode que nous n'avons pas eu le temps de mettre en œuvre dans ce travail.

Une autre possibilité que nous avons commencé à mettre en oeuvre est d'utiliser le FIB uniquement pour graver la couche de métal déposée en surface de l'échantillon. La couche ainsi nanostructurée peut alors servir de masque pour une gravure de type RIE. Cette méthode devrait donner des résultats plus satisfaisants avec le  $SiON$  qu'avec le  $LiNbO_3$ , étant donnée la bonne sélectivité de la RIE fluorée pour le couple  $Cr/SiO_2$ .