

---

# NANOSTRUCTURATION DU NIOBATE DE LITHIUM PAR FOCUSED ION BEAM

---

## Sommaire

---

V.1	Introduction . . . . .	131
V.2	Rappels sur le LN . . . . .	133
V.3	Étude numérique . . . . .	136
V.4	Fabrication par FIB de structures photoniques sur LN . . . . .	138
V.5	Conclusion et perspectives . . . . .	143

---

## V.1 INTRODUCTION

Nous avons montré que la fabrication de structure photonique par Faisceau Ionique Focalisé (FIB) pouvait être validée dans le cas de matériaux comme la silice ou les oxynitrides de silice. Cette méthode a montré une bonne flexibilité de fabrication (taille et forme des trous, profondeur de gravure) ainsi que la faible influence vis-à-vis du matériau gravé, la gravure étant de type mécanique. C'est donc assez naturellement que nous avons envisagé d'appliquer cette technique à des matériaux tels que le niobate de lithium ( $LiNbO_3$ , LN), dont les caractéristiques cristallines ne permettent pas de profiter de la gravure.

Comme nous l'avons vu précédemment, les progrès récents dans le domaine cristaux photoniques intégrés sur des guides d'onde planaires permettent l'implantation de dispositifs compacts permettant un grand nombre de fonctions intégrées [21, 156, 157]. Dans ces dispositifs, la lumière est confinée dans le cristal par le biais d'un guide d'onde traditionnel. Le niobate de lithium est un matériau compatible aux applications de cristaux photoniques 2D grâce à son fort indice de réfraction. De

plus, son fort coefficient électro-optique ainsi que ses faibles pertes optiques en font un candidat adéquat pour les systèmes de communication optique. Par conséquent, la perspective de fabriquer des dispositifs électro-optique miniature, ainsi que des dispositifs tout-optique sur niobate de lithium ont guidé les recherches vers la nanostructuration du niobate de lithium [158, 159]. La réalisation de cristaux photoniques reconfigurables a été validée par des simulations par FDTD<sup>1</sup>, qui ont montré qu'une translation de 4,2nm de la BIP pouvait être obtenue pour une variation de l'indice de réfraction du niobate de lithium de 0,005 [160]. Néanmoins, l'obtention de structures optiques nanométriques de bonne qualité dans le niobate de lithium reste une tâche difficile, à cause principalement de sa résistance bien connue aux techniques habituelles telles que la *gravure mouillée* (wet etching) [161].

Dans ce chapitre sera présentées deux méthodes alternatives, déjà présentées dans le chapitre II, basées sur le traitement par bombardement d'ions focalisés (FIB), permettant d'obtenir des structures à bandes interdites photoniques (BIP) sur un substrat de niobate de lithium avec une résolution spatiale de 70nm.

Dans une première partie, nous présenterons les types de guides d'onde sur niobate de lithium que nous avons utilisé pour cette expérience. Dans une seconde partie, nous présenterons les conditions pour obtenir une bande interdite photonique (BIP) grâce à l'utilisation du logiciel commerciale RSoft *BandSolve*. Enfin, dans une troisième partie, nous décrirons les méthodes retenues pour la gravure de l'échantillon. Dans un premier temps, nous présenteront une méthode permettant de graver directement le substrat de  $LiNbO_3$  par traitement FIB à travers le métal protégeant la surface de l'échantillon. Cette méthode avait déjà été employé pour graver des structures sub-microniques unidimensionnelles sur ce même matériau [162]. Nous nous intéresserons ensuite à une deuxième méthode de fabrication dans laquelle les trous seront gravé par gravure ionique réactive (Reactive Ion Etching, RIE) après avoir gravé par traitement FIB la couche métallique qui se comportera comme un masque. L'avantage de cette méthode tient particulièrement au fait que le temps d'exposition au FIB est réduit, et nous espérons ainsi avoir une meilleure reproduction des motifs du FIB dans la profondeur des trous. Dans les deux cas, les motifs gravés seront caractérisés par imagerie FIB.

Ce travail a fait l'objet d'un article [163].

---

1. Simulations réalisées au laboratoire par Fadi Baida et Matthieu Roussey.

## V.2 RAPPELS SUR LE NIOBATE DE LITHIUM

### 2.1 Quelques propriétés du niobate de lithium

Le niobate de lithium ( $LiNbO_3$ ) est actuellement un des matériaux les plus utilisés pour des applications de télécommunications grâce à ses nombreuses propriétés physiques. Il est en effet à la fois ferro-électrique, piézo-électrique, électro-optique, photoréfractif, acousto-optique... De plus, il permet de faibles pertes optiques par guidage. La réalisation des premiers guides d'onde intégrés sur  $LiNbO_3$  remonte aux années 70 [164, 165]. Ses propriétés ont permis la réalisation de modulateurs électro-optiques [166] (qui représentaient 60% du marché en 2001) et d'applications non-linéaires telles que la conversion de longueur d'onde entre autres [167].

Outre cette forte utilisation en optoélectronique, ces caractéristiques physiques en font un concurrent aux matériaux semiconducteurs tels que l'*AsGa* ou la silice. En effet, ce matériau ferro-électrique possède un fort indice de réfraction ( $n_{LiNbO_3, \lambda=1.55\mu m} = 2,2$ ), un domaine de transparence s'étendant de  $0,4\mu m$  à  $4\mu m$  et enfin des constantes diélectriques variant sous l'action de champ électrique extérieur (effet Kerr et Pockels).

Un autre effet intéressant est la possibilité d'inverser ses domaines ferroélectriques périodiquement. Ces modifications ont surtout été utilisées pour créer des réseaux permettant un quasi accord de phase permettant la conversion de fréquence et la génération de second harmonique, en 1D [166–168] et en 2D [169–171] puisqu'elles permettent l'inversion périodique du signe du coefficient non-linéaire  $\chi^{(2)}$ . Une autre application intéressante de cette inversion de domaine ferroélectrique est une modification des caractéristiques de gravure humide ( $HF : HNO_3$  avec un rapport 1 : 2 ou  $HF$ ) du niobate de lithium [172] permettant une gravure sélective de l'échantillon. Cette effet est notamment utilisé pour la microstructuration et la nanostructuration du niobate de lithium dans le but de fabrication d'un certain nombre d'éléments intégrés tels que des guides d'onde ruban [173], des structurations périodiques 1D et 2D en surface à la l'échelle du micromètre [174] et plus récemment à l'échelle du nanomètre [158] (l'inversion de domaine a été ici réalisée par bombardement de faisceau électronique).

La structuration de la surface du niobate de lithium peut être effectuée par gravure sèche, notamment par RIE fluorée. Cette méthode est particulièrement appliquée à la fabrication de guides ruban sur niobate de lithium [166, 175]. C'est cette dernière méthode, ne nécessitant pas de modification de la structure cristalline du niobate de lithium que nous avons choisi par la suite.

Enfin, un dernier élément important pour le choix de ce matériau est la grande connaissance au Laboratoire de la fabrication de guide d'onde sur ce matériau (notamment par diffusion titane (guide  $Ti : LiNbO_3$  ou par échange protonique (guide PE ou APE).

## 2.2 Fabrication de guides d'onde dans le niobate de lithium

L'intégration de guide optique sur l'échantillon qui portera la structure périodique est très importante, puisque c'est ce dernier qui permettra sa caractérisation optique. Nous avons choisi dans ce travail d'utiliser deux types de guides d'onde<sup>2</sup>.

### 2.2.1 Guides optiques sur niobate de lithium par diffusion de titane

Les guides diffusés titane sont parmi les plus anciens et les plus utilisés des guides d'onde intégrés sur niobate de lithium. L'intérêt de la diffusion de titane repose sur l'augmentation de l'indice de réfraction du substrat de  $LiNbO_3$  dans la région de présence des ions  $Ti^{4+}$ . La variation d'indice locale est d'autant plus importante que la concentration de titane est élevée. Le guide obtenu est un guide à gradient d'indice.

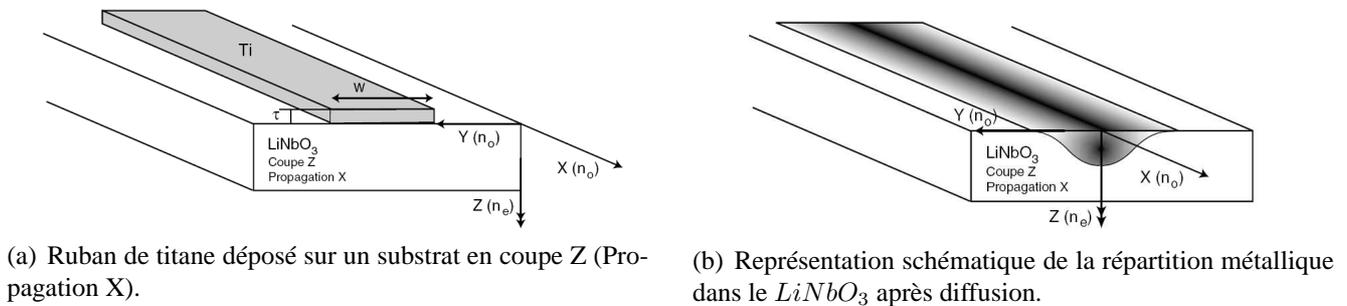


FIG. V.1 – Schéma des deux étapes de la fabrication des guides  $Ti : LiNbO_3$  [167].

La fabrication des guides se décompose en deux étapes représentées Fig. V.1. On dépose une couche métallique de titane sur la face polie d'un substrat de  $LiNbO_3$  puis on place cet échantillon au four à haute température ( $1000 - 1200^\circ C$ ) pendant plusieurs heures. Le titane va pénétrer dans le matériau et induire une augmentation locale de l'indice de réfraction ordinaire et extraordinaire du  $LiNbO_3$ . Pour une épaisseur de  $900\text{\AA}$ , il faut diffuser le titane pendant 10 heures à  $1200^\circ C$ . La profondeur de diffusion correspondant à ces paramètres vaut  $d_z = 0,8d_y = 3,14\mu m$  (mesure effectuée

2. Les guides d'onde sur niobate de lithium ont été réalisés au laboratoire par Nadège Bodin.

par m-lines [167]). On peut aussi remarquer que ces guides sont monomodes pour une longueur d'onde  $\lambda = 1,55\mu\text{m}$ .

La figure V.2 montre l'aspect du mode guidé dans le guide à diffusion de titane, calculé par 2D-BPM. Le maximum d'intensité de ce mode se trouve à une profondeur de  $1,5\mu\text{m}$ .

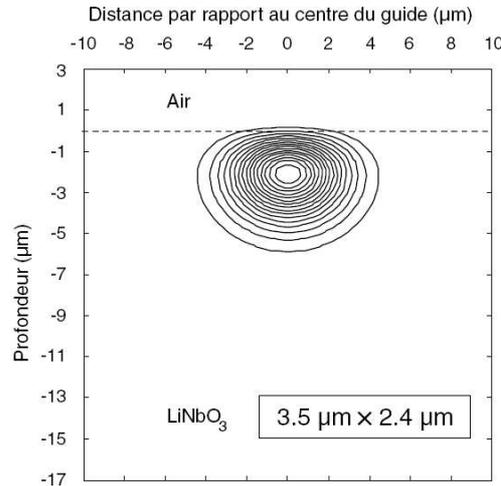


FIG. V.2 – Courbe d'iso-intensité du mode calculé se propageant dans un guide de coupe Z (calcul 2D-BPM, [167]).

### 2.2.2 Guides optiques par échange protonique

Les guides d'onde par échange protonique (PE, Proton Exchanged) propose une alternative aux guides par diffusion de titane. Ils ont comme avantage de ne pas devoir durant leurs étapes de fabrication monter aux températures atteintes lors de la fabrication de guides  $Ti : LiNbO_3$  ( $1200-1200^\circ\text{C}$ ). En effet, ces températures proches de la température de Curie du cristal ( $T_C = 1210^\circ\text{C}$ ) risque d'endommager la maille cristalline.

La méthode de fabrication des guides par échange protonique consiste à remplacer les ions  $Li^+$  de la maille cristalline de la maille cristalline par des ions  $H^+$ . Cet échange s'effectue dans un bain d'acide benzoïque fondu. Cette technique permet d'obtenir des guides à saut d'indice (voir Fig. V.3) avec une forte variation de l'indice extraordinaire en surface de  $\Delta n_e \approx 0,12$  à  $632\text{ nm}$  [176].

Cependant, cette substitution dégrade fortement les propriétés linéaires et non-linéaires du matériau [177] et la stabilité de l'indice optique [178] dans la couche où a eu lieu l'échange protonique (appelé *couche morte*). Ces désagréments disparaissent si l'on ajoute une étape de recuit après l'échange

protonique de manière à réorganiser la maille cristalline. Cependant, cette étape introduit des changements puisque le guide après recuit (APE, Annealed Proton-exchanged) devient à gradient d'indice (voir Fig. V.3), les protons ayant pénétré plus en profondeur dans le matériau au delà de la couche morte [179].

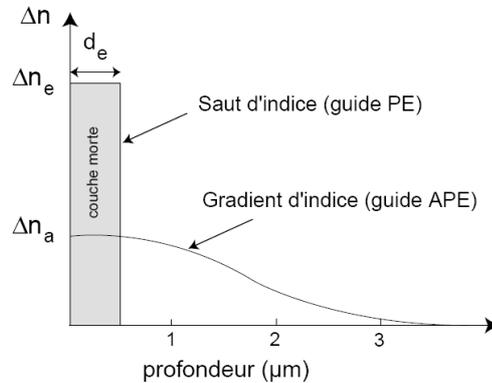


FIG. V.3 – Schéma du profil d'indice de réfraction extraordinaire d'un guide PE- $\text{LiNbO}_3$  et d'un guide recuit [167].

La fabrication peut se décomposer en trois étapes principales [166] :

- Réalisation d'un masque en silice. Les zones libres permettent de définir les guides.
- Échange protonique dans un bain d'acide benzoïque. Il s'effectue à  $177^\circ\text{C}$  pendant 3h30'.
- Recuit. Le profil d'indice dépendra de cette étape. Pour la réalisation de guides d'onde mono-mode à  $\lambda = 1,55\mu\text{m}$ , le recuit est effectué à une température  $T_R = 333^\circ\text{C}$  pendant 12h.

Les guides APE- $\text{LiNbO}_3$  permettent d'obtenir un maximum du mode vers  $1\mu\text{m}$  sous la surface du matériau, ce qui est inférieur à la profondeur du mode par diffusion de titane ( $1,5\mu\text{m}$ ). C'est un avantage pour notre application, puisque la profondeur de gravure des trous est une des plus grosses difficultés à la fabrication des structures sur niobate de lithium.

### V.3 ÉTUDE NUMÉRIQUE

Les calculs numériques ont été effectués à l'aide du logiciel commercial d'étude de BIP RSoft *BandSolve*. Pour une longueur d'onde  $\lambda = 1,55\mu\text{m}$ , les indices optiques ordinaires et extraordinaires pour le cas d'un substrat de niobate de lithium en coupe  $Z$  ont respectivement pour valeur  $n_o = 2,2151$

et  $n_e = 2,1410$ . Selon les calculs effectués, une structure de maille triangulaire de trous permet une BIP TM totale si le diamètre  $d$  des trous est plus grand que  $0,4p$ , où  $p$  est la période de la matrice triangulaire. Le rapport  $d/p$  doit être aussi important que possible pour permettre de bénéficier d'une large BIP, mais ne peut difficilement excéder  $0,5$  pour des raisons technologiques. En effet, comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, les parois séparant les trous peuvent s'effondrer pour des diamètres dépassant  $0,5p$ . La figure V.4 montre les diagrammes de bande obtenus dans le cas  $d/p = 0,5$ .

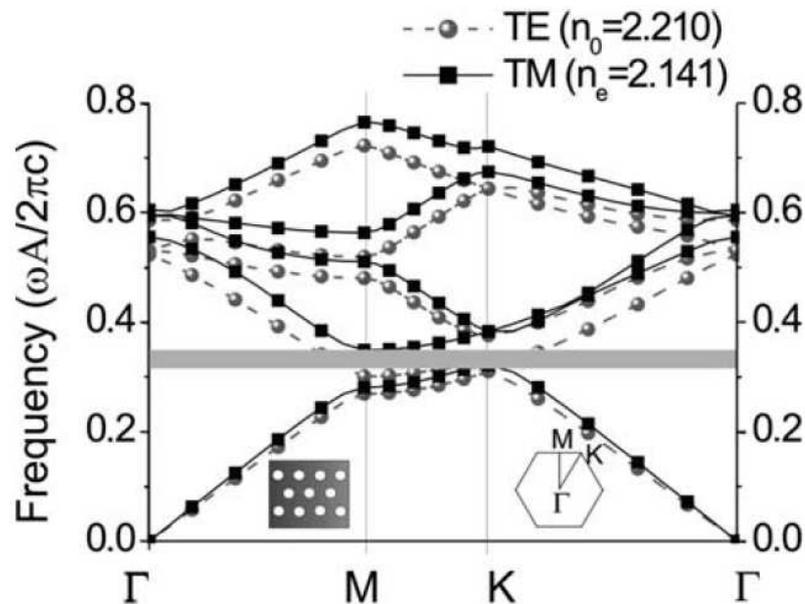


FIG. V.4 – Structures de bande TE et TM dans le cas de structures périodiques 2D triangulaires (*LiNbO<sub>3</sub>* de coupe *z*). Calcul réalisé par Nadège Courjal (RSoft BandSolve).

Comme nous pouvons le voir sur la figure, une BIP totale TM est mise en évidence pour des fréquences comprises entre  $0,321p/(2\pi c)$  et  $0,349p/(2\pi c)$ . Nous observons une différence entre ces résultats et les résultats de ces calculs entrepris par Massy et al. [180]. Cette différence peut probablement s'expliquer par les valeurs différentes prises pour les indices de réfraction dans chacun des deux cas.

Ce premier calcul nous a montré l'existence de BIP totale dans le niobate de lithium et a permis de trouver les bons paramètres nécessaires à la fabrication.

## V.4 FABRICATION PAR FIB DE STRUCTURES PHOTONIQUES SUR NIOBATE DE LITHIUM

### 4.1 Nanostructuration du $LiNbO_3$ : état de l'art

Il existe dans la littérature très peu de références concernant la nanostructuration du niobate de lithium. Ce matériau est en effet difficilement usinable avec les techniques de gravures classiques. Les travaux publiés précédemment exploitent les propriétés ferroélectrique du niobate de lithium, notamment pour des applications de génération de second harmonique et de conversion de longueur d'onde [181, 182]. Cependant les dimensions de ces structures restent supérieures au micron.

À notre connaissance, uniquement deux méthodes publiées ont permis des structurations inférieures au micron :

- Une première technique, proposée Restoin et al. [158], a permis la réalisation de structures mono- et bi-dimensionnelles à une échelle submicronique. Elle consiste à inverser localement la polarisation du cristal par bombardement d'un faisceau d'électron. à des périodes de quelques centaines de nanomètre. L'échantillon est ensuite plongé dans un bain d'acide (HF) pendant quelques minutes à température ambiante, permettant de graver les domaines où le cristal a été inversé jusqu'à une profondeur de 400nm.
- Une seconde technique [159] a permis la réalisation de structures périodiques monodimensionnelles d'une période de 350nm. Une couche de chrome (500) est déposée sur le substrat de  $LiNbO_3$ , elle-même recouverte d'une couche de PMMA (800). La couche de PMMA est insolée par lithographie électronique (e-beam) de manière à révéler les structures. Elles sont ensuite transférées à la couche de  $Cr$  par gravure humide. La couche de métal ainsi nanostructurée sert de masque à une gravure RIE. Cette technique n'a malheureusement pas été appliquée à la réalisation de structures bidimensionnelles.

### 4.2 Nanostructuration par FIB

Nous avons au cours de ce travail essayé deux méthodes de fabrications utilisant le bombardement d'ions focalisés. Nous avons rappelé figure V.5 les deux méthodes déjà envisagées pour la fabrication de structure périodique sur les guides multicouches ( $SiO_2/SiON/SiO_2$ ).

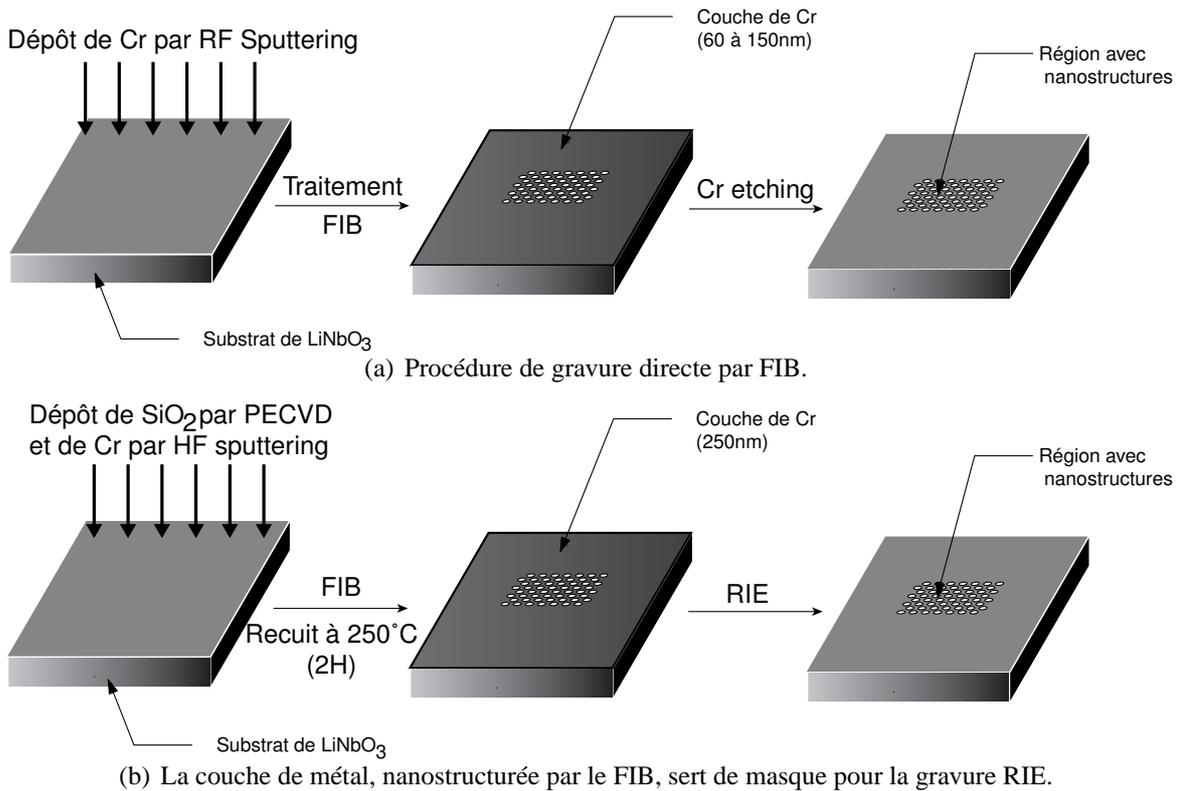


FIG. V.5 – Schémas représentant les différentes étapes de la procédure de fabrication des nanostructures sur  $LiNbO_3$ . Deux méthodes sont présentées.

La première méthode utilisée (Fig. V.5(a)) est basée sur une gravure directe du substrat de  $LiNbO_3$  par bombardement FIB. La seconde méthode (Fig. V.5(b)) utilise le FIB pour nanostructurer la couche de métal de  $Cr$  qui servira de masque pour transférer le motif sur le substrat de  $LiNbO_3$  par gravure RIE. Dans chacun des deux cas, l'échantillon a une surface de  $1\text{cm}^2$  et une épaisseur de  $500\mu\text{m}$ . Une couche de chrome est déposée par évaporation sous canon d'électron (Balzer B510) puis reliée à la masse avant d'être introduit dans la chambre à vide du FIB ( $2 \times 10^{-6}\text{Torr}$ ). Dans le cas de la gravure directe par FIB, la fine couche de métal déposée (entre 60 et 150 nm) ne modifie quasiment pas l'efficacité de la gravure. Dans le second cas, une couche plus épaisse de  $Cr$  (250nm) est déposée permettant de jouer le rôle d'un masque pour la RIE.

Les résultats qui seront présentés ici ont été effectués, pour la gravure directe, par le FIB Orsay Physics-LEO FIB4400 de FEMTO-ST à Besançon et pour la gravure du masque métallique, par le FIB FEI Dual Strata 235 de l'ISIS à Strasbourg<sup>3</sup>. Cette méthode peut être comparée à la méthode de fabrication des nanostructures lithography e-beam. L'avantage de la fabrication par FIB consiste

3. La gravure a été effectuée par Éloïse Devaux (Laboratoire des Nanostructures, ISIS, Université Louis Pasteur, Strasbourg).

principalement en sa capacité de pouvoir déposer ou enlever de la matière sans avoir recours à des étapes supplémentaires de développement de la couche sensible.

### 4.3 Gravure directe par FIB

La première méthode utilisée est présentée figure V.5(a). Le résultat présenté ici consiste en la fabrication d'une matrice de  $4 \times 4$  trous circulaires avec un diamètre de 540nm et une période de  $1 \mu\text{m}$ . Les ions  $\text{Ga}^+$  sont émis avec un courant de  $2 \mu\text{A}$  et accélérés par un voltage de 30kV. Les ions sont ensuite focalisés par des lentilles électromagnétiques sur l'échantillon avec un courant de sonde de 66pA. La taille du faisceau pseudo gaussien a été estimé à 70nm au niveau de la cible. Le déplacement du faisceau sur l'échantillon est contrôlé par l'intermédiaire champ de déflexion par un logiciel (Elphy Quantum de Raith) permettant la programmation des structures.

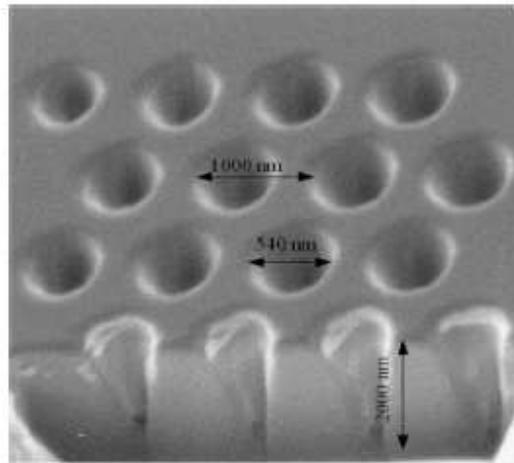


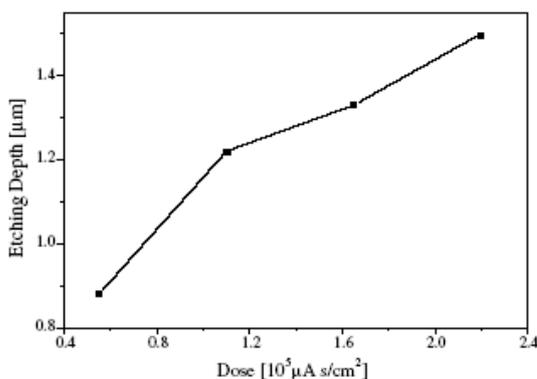
FIG. V.6 – Image FIB d'une *cross-section* de la matrice de  $4 \times 4$  trous circulaires. Angle de visualisation :  $\theta = 30^\circ$ .

Une image FIB de la *cross-section* de ces cavités est montré Fig. V.6. De manière à pouvoir mesurer la profondeur de gravure, l'échantillon est incliné de  $30^\circ$  par rapport à l'axe du FIB. Comme nous pouvons le voir sur cette figure, la matrice est constituée de trous circulaires bien définis. La profondeur de gravure mesurée est de  $2 \mu\text{m}$  et le temps de gravure est de 12min (ce qui correspond à  $45\text{s}/\text{trou}$ ). Le diamètre de la cavité mesurée à une profondeur de  $1 \mu\text{m}$  vaut à peu près 432nm. La forme conique des trous peut être expliquée par le redépôt de matière sur les bords des trous pendant la gravure.

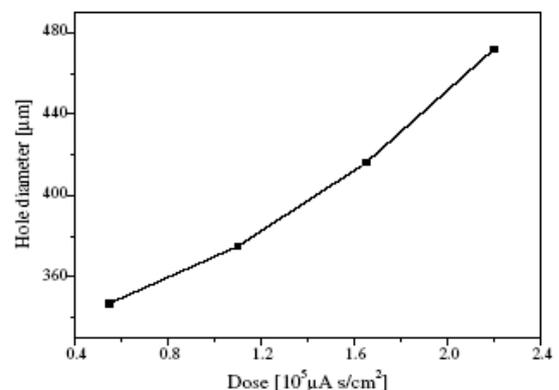
Pour réduire ce redépôt de matière, deux solutions peuvent être envisagées. Si l'électronique du

FIB est assez rapide (Elphy Quantum est limité à 300kHz) et la taille du spot assez fine, une solution consisterait à passer plus de temps pendant la gravure des bords des trous et moins en son centre. Une seconde possibilité consisterait à utiliser une gravure assistée par des gaz réactifs. En particulier, un gaz comme le  $XeF_2$  pourrait aider à enlever du  $Nb$  de la surface gravée et donc de réduire la redéposition.

La profondeur de gravure et la taille réelle du diamètre des trous peuvent différer de celles qui avaient été programmées et cette différence dépend essentiellement de la dose de  $Ga^+$  utilisée. Cet effet peut être clairement vu en regardant les graphes V.7 où cette dépendance a été mesurée. D'après ces graphes, il est possible de conclure que si on augmente le temps de gravure, la profondeur de gravure va aussi logiquement augmenter mais avec une augmentation du diamètre des trous due aux aberrations du faisceau ionique. En particulier, on observe une augmentation de presque 30% du diamètre des trous et une augmentation de seulement 40% de leur profondeur de gravure lorsque la dose d'ion  $Ga^+$  est multipliée par 4 par rapport à la valeur initiale ( $4 \times 10^4 \mu A \cdot s \cdot cm^{-2}$ ). Ainsi, dans la pratique, il est conseillé de programmer des diamètres de trous plus petits que ceux que l'on cherche à obtenir.



(a) Dépendance de la profondeur de gravure par rapport à la dose.



(b) Dépendance du diamètre des trous par rapport à la dose.

FIG. V.7 – Influence de la dose d'ion  $Ga^+$  sur la profondeur de gravure et la profondeur des trous.

#### 4.4 Gravure associant un traitement FIB et RIE

La seconde méthode utilisée est présentée Fig. V.5(b). Cette méthode nécessite un temps plus faible de gravure que lorsque la gravure est fabriquée en une étape. Dans ce cas, le bombardement FIB est utilisé pour nanostructurer un masque  $SiO_2 - Cr$  préalablement déposé sur le substrat de niobate de lithium.

$LiNbO_3$	Pression (mbar)	Flux de $SF_6$ (sccm)	Puissance RF (W)	Vitesse de gravure (nm/min)	Sélectivité $LiNbO_3/Cr$
Coupe Z	3	10	150	50	0,25

TAB. V.1 – Paramètres de la procédure RIE.

La première étape consiste à déposer une fine couche de  $SiO_2$  d'une épaisseur de 100nm par une machine de Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD), qui avait déjà été utilisée pour la fabrication des guides multicouches  $SiO_2/SiON/SiO_2$ . Ensuite, une couche de 250nm de  $Cr$  est déposée par une machine de Sputtering. Cette couche de métal sert de masque à la gravure RIE, tandis que la couche de  $SiO_2$  permet d'éviter la diffusion du  $Cr$  dans le substrat pendant la procédure RIE, qui provoquerait plus de pertes optiques. Cette couche n'est pas nécessaire lors du traitement direct par FIB puisque la gravure est faite localement et la zone traitée est bien définie par la taille du faisceau FIB. Les échantillons sont ensuite recuits à une température de  $250^\circ C$  pendant 2h, permettant de réduire les contraintes en surface.

Le masque de  $SiO_2-Cr$  est ensuite nanostructuré par le FIB, avec un courant de sonde de 100pA. Un temps d'exposition de 3,75s est nécessaire pour graver un trou circulaire de 250nm, temps 11 fois inférieur à celui nécessaire dans la première étape.

La structure réalisée ici (une matrice de  $24 \times 20$  trous cylindriques) est ensuite transférée au substrat par RIE. Les paramètres de cette étape sont reproduits dans le tableau V.1. Il est important de remarquer que cette procédure requiert une très basse pression et une grande puissance RF. Dans ces conditions, le taux de gravure du masque est comparable au taux de gravure du substrat.

De manière à améliorer la sélectivité de gravure entre le masque et le substrat, nous commençons la procédure avec une exposition de la cible à un plasma ionique de  $O_2$  (pression,  $p_{O_2} = 100\mu\text{bar}$ ; puissance RF,  $P = 60W$ ). La couche de 250nm d'épaisseur de  $Cr$  est alors plus résistante à la procédure de  $SF_6$ -RIE. La sélectivité du masque est alors estimé à un rapport 1 : 5 par rapport au substrat de niobate de lithium, alors qu'elle est était mesurée à 1 : 2 sans le traitement par plasma  $O_2$ . Le taux de gravure du substrat en coupe Z est estimé à 50nm/min.

Cette méthode a été appliquée à la fabrication une matrice triangulaire de trous dont les diamètres ont été pris à  $d_1 = 250\text{nm}$  et  $d_2 = 130\text{nm}$  et une périodicité  $p$  valant le double de ces diamètres ( $p_1 = 2 \times d_1 = 500\text{nm}$  et  $p_2 = 2 \times d_2 = 260\text{nm}$ ). Les figures V.8 présentent des images MEB de la zone traitée après le traitement FIB et 10 minutes de gravure RIE. La figure V.8(a) montre des trous

gravés avec une bonne reproductibilité. La profondeur de la gravure a été mesurée à 500nm. Dans le coin droit de la structure, on peut observer la *cross-section* percé au FIB qui a permis de mesurer la profondeur de gravure.

La figure V.8(b) montre que les trous de 130nm de diamètre gravés sur le masque ont été transformés en *plots* de 130nm de diamètre par la gravure RIE, alors que les trous d'un diamètre de 250nm ont été préservés. Nous en déduisons que la paroi séparant deux trous adjacents est affaiblie lors de la gravure et peut s'effondrer. La fabrication de matrices de trous de diamètre  $d < 200\text{nm}$  nécessite donc l'utilisation de valeur plus faible pour la puissance RF pour préserver les caractéristiques initiales.

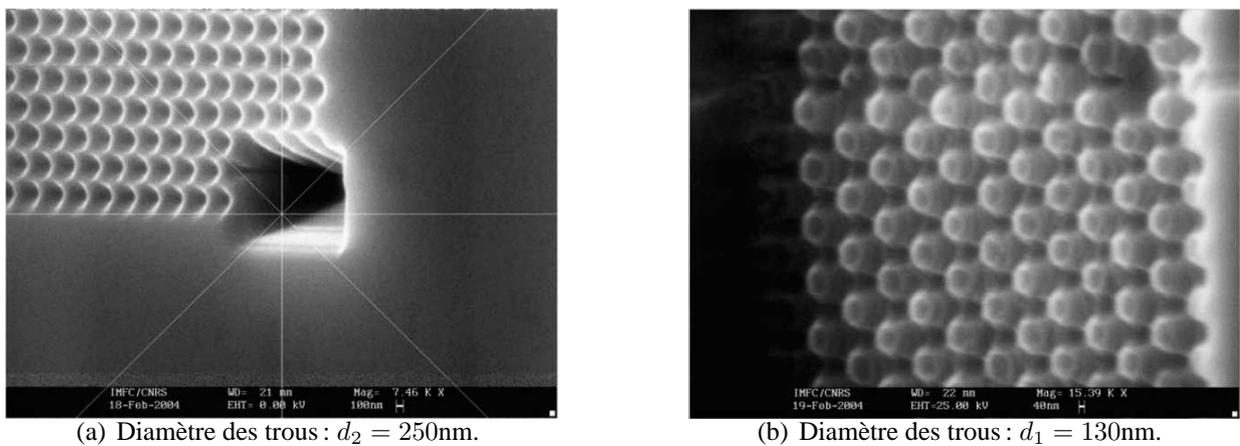


FIG. V.8 – Image MEB des nanostructures gravées à la surface d'un substrat de niobate de lithium recouvert par 250nm de chrome après traitement FIB et 10min de gravure RIE pour deux tailles de trous.

## V.5 CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans cette partie ont été présentées deux techniques permettant de fabriquer des structures sub-microniques sur un substrat de niobate de lithium utilisant le bombardement FIB ou en le combinant à une gravure RIE.

En particulier, des trous circulaires de 500nm de diamètre ont été gravés par traitement FIB, atteignant une profondeur de  $2\mu\text{m}$ . La redéposition de matériau commence à être un problème pour des profondeurs de gravure supérieures à  $1\mu\text{m}$ . Une matrice de  $24 \times 20$  trous circulaires de 250nm de diamètre et de 500nm de périodicité a été réalisée en utilisant une méthode alternative, dont la particularité est de nanostructurer la couche métallique recouvrant le substrat par traitement de FIB, qui

pourra ensuite servir de masque à la gravure du  $LiNbO_3$  par RIE- $SF_6$ . Dans ce cas, la profondeur de gravure dans le substrat de  $LiNbO_3$  est de 500nm et est limitée par l'épaisseur du masque métallique.

Une caractérisation spectrale de structures fabriquées par la méthode de gravure directe par FIB<sup>4</sup> a permis de mettre en valeur des chutes de l'intensité transmise dans les longueurs d'onde correspondant à la bande interdite photonique calculée de la structure.

L'avantage de cette méthode est son efficacité de graver des structures à la fois sur des matériaux de coupe  $X$  et  $Z$ , ce que ne permet pas les méthodes basées sur l'inversion de domaines ferroélectriques.

Bien que de nombreux points restent à optimiser, cette méthode a donc montré son efficacité pour la réalisation de structures périodiques sur niobate de lithium.

---

4. Caractérisation réalisée au laboratoire par Maria Pilar Bernal et Nadège Courjal. Un article est en cours de rédaction.