



HAL
open science

Ellipsométrie sur champ spéculaire et diffus : théorie et expérience

Olivier Gilbert

► **To cite this version:**

Olivier Gilbert. Ellipsométrie sur champ spéculaire et diffus : théorie et expérience. Physique Atomique [physics.atom-ph]. Université de droit, d'économie et des sciences - Aix-Marseille III, 2004. Français. NNT: . tel-00083577

HAL Id: tel-00083577

<https://theses.hal.science/tel-00083577>

Submitted on 3 Jul 2006

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**UNIVERSITE PAUL CEZANNE
(AIX-MARSEILLE III)**

THESE

Présentée et soutenue publiquement
par **Olivier GILBERT** le 8 décembre 2004

pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES DE L'UNIVERSITE PAUL CEZANNE
(AIX-MARSEILLE III)

**ELLIPSOMETRIE SUR CHAMP
SPECULAIRE ET DIFFUS :
THEORIE ET EXPERIENCE**

Spécialité : électronique, optronique et systèmes
Ecole Doctorale : physique et sciences de la matière

Rapporteurs

M. Pierre Chavel
Mme Josette Rivory

Jury

M. Mehdi Alouini
M. Claude Amra (directeur de thèse)
M. Pierre Chavel
Mme Carole Deumié (co-directrice de thèse)
M. Pierre Etcheto
Mme Josette Rivory

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	vii
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : Ellipsométrie spéculaire	5
I. Principe : analyseurs tournants	6
II. Montage avec modulateur de polarisation	9
1. Ellipsomètre à modulateur de polarisation	10
2. Intensité en sortie du système	11
3. Choix des orientations des composants de polarisation	15
4. Introduction d'une lame déphasante	19
5. Compléments sur le modulateur de polarisation	21
6. Présentation du diffusomètre	22
7. Présentation de l'ellipsomètre	29
8. Correction de signes : définition du sens de rotation des moteurs	37
III. Conclusion	39
CHAPITRE II : Validation du dispositif de mesure, étalonnage, 1^{ères} mesures et couches de transition	41
I. Etalonnage	42
1. Réglage de J_1 et J_2	42
2. Etalonnage par extraction de tous les paramètres	45
3. Exemple de résultat	48
II. Autres mesures spéculaires	50

1. Mesure sur un échantillon de type Schott	50
2. Cas d'une couche mince métallique	53
3. Cas d'un miroir diélectrique	55
4. Conclusion	56
III. Calculs d'incertitude	57
1. Calculs d'incertitude et précision lors des mesures	57
2. Erreurs de positionnement	66
IV. Application métrologique : détection de couches de passage	69
1. Eléments théoriques	69
2. Calculs numériques pour des couches épaisses	80
3. Détermination de l'indice et de l'épaisseur des couches épaisses	82
4. Mesure sur des échantillons d'états de surface différents	84
5. Mesures de couches de passage liées au polissage : application à l'endommagement laser	89
 CHAPITRE III : Ellipsométrie sur champ diffusé : cas du domaine perturbatif	95
I. Théorie du premier ordre	96
1. Eléments théoriques	96
2. Séparation des effets de surface et de volume	100
II. Principe de l'ellipsométrie sur champ diffusé	106
1. Principe de la mesure du déphasage polarimétrique	107
2. Montage avec modulateur de polarisation	108
3. Introduction de la lame déphasante	110
III. Mesures d'ellipsométrie sur champ diffus	111
1. Mesures d'ellipsométrie et mesures de diffusion « classique »	111
2. Premières mesures	118
3. Conclusion	129

CHAPITRE IV : Cas des échantillons très diffusants :	
écart par rapports aux théories perturbatives	131
I. Rappels préliminaires	132
II. Changement de polarisation, dépolarisation	133
III. Equations du montage pour les fortes diffusion	135
1. Mise en équation du montage	135
2. Influence de la dépolarisation sur les mesures	138
3. Simulations numériques	140
IV. Mesures sur des échantillons diffusant en surface ou en volume	142
1. Mesure sur des échantillons lambertiens	142
2. Mesure sur un échantillon de polystyrène	147
3. Mesure sur un échantillon de MgF ₂	150
4. Conclusion	152
V. Mesures à haute résolution angulaire :	
Ellipsométrie du grain de speckle	153
1. Définition du speckle : rappel	153
2. Fonction d'appareil	155
VI. Mesures du déphasage polarimétrique du grain de speckle	157
1. Mesure à haute résolution angulaire sur le lambertien métallique	158
2. Mesure à haute résolution angulaire sur le lambertien diélectrique ...	159
3. Mesures sur des échantillons ayant subi différents polissages	162
4. Mesure sur un échantillon de polystyrène	165
5. Conclusion sur les mesures	166
CONCLUSION GENERALE	169
ANNEXES	171
BIBLIOGRAPHIE	179

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été effectuée à l'Institut Fresnel d'octobre 2000 à octobre 2004 dans l'équipe MAP² : « Milieux Aléatoires et Photonique de Puissance ». Je tiens à remercier sa responsable, Mireille Commandré, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Ce travail a bénéficié du soutien financier du CNRS et du CNES.

Je veux également remercier mes deux directeurs de thèse, Claude AMRA, directeur de l'Institut Fresnel et Carole DEUMIE, maître de conférence, pour leur disponibilité, leurs remarques pertinentes et leur aide pour la rédaction de ce manuscrit; tous les permanents de l'équipe MAP² : Hassan AKHOUAYRI, Patrick FERRAND, Caroline FOSSATI, Jean-Yves NATOLI; ainsi que tous les permanents, parmi lesquels Nicolas BERTAUX, Michel CATHELINAUD, Ludovic ESCOUBAS, Hugues GIOVANNINI, Basile LAZARIDES, Fabien LEMARCHAND, Frédéric LEMARQUIS, Philippe TORCHIO, qui m'ont apporté leur aide.

Je tiens particulièrement à remercier tout le personnel administratif, en premier lieu Eliane GAY, sans qui ce manuscrit n'aurait jamais vu le jour, Patricia BENTOZA, Mirta JUAREZ, Laure STEFANINI, Nathalie GOITRE, Elise CHLEQ, Gilles SANTUCCI; ainsi que le personnel technique et technologique : Gérard MARCHAND, Gérard ALBRAND, Luc ROUSSEL, Jean-Pierre SPINELLI, Cihan KOC, Michel BAYLE, Daniel CAVELLI, sans oublier Christophe CASSAGNE.

Enfin, un grand merci à tous mes collègues de bureau, passés et présents : Nathalie DESTOUCHES, Annelise DURING, Franck BILLARD et récemment Laurent ARNAUD, ainsi qu'à tous les doctorants de l'Institut : Laetitia ABEL, Emmanuel DROUARD, Emilien ETIENNE, Johan FLORIOT, Frédéric GALLAND, Julien LUMEAU, Thomas MAZINGUE, Damien MUTI, Thomas OLIVIER, sans oublier mon ex-voisin, ex-collègue, nouveau Docteur et nouveau marié (rien que ça !) Philippe VOARINO et sa femme Céline « ALBERNY ».

Pour terminer, j'aurai une pensée pour Solenne, qui m'a rejoint au cours de ces années et que j'espère rejoindre prochainement à Bordeaux, pour mon frère jumeau Grégory et ma sœur jumelle Nadège, mes parents et toute ma famille qui m'ont soutenu malgré quelques moments de doute.

INTRODUCTION

L'ellipsométrie est une technique bien connue [1][2][3][4] qui permet de scruter simultanément l'ensemble des modifications des états de polarisation de la lumière incidente à la réflexion sur un échantillon. Elle donne ainsi accès à un terme de déphasage polarimétrique résumant globalement l'ensemble de ces modifications. Il s'agit donc à priori d'une méthode bien plus riche que la photométrie, cette dernière étant limitée à des mesures d'énergie, ou plus simplement à la scrutation d'un seul état de polarisation. La technique d'ellipsométrie est donc aujourd'hui couramment utilisée pour sonder les composants et en extraire les paramètres opto-géométriques comme l'indice ou l'épaisseur, le coefficient d'extinction, ou encore la formule des composants multicouches. Par ailleurs, elle est très utile à la détection de couches de transition sur les échantillons, liées à toute contamination.

De façon générale et par comparaison à la photométrie, l'ellipsométrie donne accès à un paramètre de phase qui est une clé supplémentaire à la résolution de problèmes inverses. A titre d'exemple, une mesure ellipsométrique en incidence oblique sur un composant métallique donne immédiatement accès et de façon séparée à la partie réelle et imaginaire de l'indice complexe, ce que ne permet pas la photométrie. Il en est de même pour la mesure séparée de l'indice et l'épaisseur d'une couche mince optique.

Malgré cela, ces techniques n'ont été que récemment introduites à l'Institut Fresnel, en particulier pour des raisons historiques [4]. Cependant cette « impasse » a été largement comblée par l'amélioration des techniques spectro-photométriques qui donnent entière satisfaction, à condition d'exploiter simultanément l'ensemble des données polychromatiques (réflexion et transmission spectrales des échantillons). Toutefois l'ellipsométrie spectroscopique pourrait aujourd'hui remplir toutes ces fonctions, à l'exception des méthodes de contrôle optique in situ de la fabrication de filtres optiques, où l'incidence (normale) d'utilisation est requise.

Plus récemment, la communauté [5] s'est intéressée aux techniques d'ellipsométrie pour analyser les composants hétérogènes, où les phénomènes de dépolarisation sont prédominants. La plupart de ces études sont limitées à l'étude du coefficient de réflexion spéculaire de composants diffusants, et cherchent à mettre en évidence la qualité des états de surface ou de volume. De façon plus large, l'imagerie polarimétrique hyperspectrale a placé au premier plan les phénomènes de polarisation, avec la scrutation de « scènes » analysées phénoménologiquement via le formalisme de Müller / Stokes [2][5][6][7][8][9][10][11][12].

A l'Institut Fresnel, les techniques ellipsométriques ont été introduites au cours de la thèse de C. Deumié, mais pour des motivations différentes. En effet, l'équipe MAP² (Milieux Aléatoires et Photonique de Puissance) s'intéresse traditionnellement à l'analyse de faibles flux diffusés, dans le but de caractériser finement les états de surface ou de volume des composants optiques de qualité. De façon réduite, on peut dire que la méthode est basée sur l'utilisation de méthodes perturbatives, qui permettent d'extraire de la mesure les spectres de rugosité ou de permittivité des échantillons. Cependant cette caractérisation est ainsi limitée aux moments statistiques de la microstructure, puisque les mesures de diffusion sont des mesures de flux. Pour aller plus loin et se rapprocher d'une véritable reconstruction de la topographie des échantillons, il fallait accéder à un terme de phase complémentaire ; celui-ci peut être obtenu en tentant des mesures interférométriques, mais celles-ci introduisent une grande complexité instrumentale liée à la précision dans le centrage et la rotation des nombreux axes qui pilotent l'instrument de mesure. D'autres solutions peuvent être tentées pour extraire la dérivée d'un terme de phase, en créant des interférences entre les flux diffusés à deux longueurs d'onde (hétérodynage), ou à deux incidences [13]. Enfin, on peut bénéficier d'une grande simplicité instrumentale si l'on abandonne l'idée d'extraire une phase absolue ou sa dérivée, mais si l'on se contente d'un déphasage relatif. Celui-ci peut ainsi être donné par le déphasage polarimétrique caractéristique de l'ellipsométrie.

On comprend ainsi pourquoi le diffusomètre du laboratoire a été étendu, au cours de la thèse de C. Deumié, à l'analyse ellipsométrique des flux diffusés. On peut résumer ici les résultats majeurs qui ont été obtenus et publiés [14]-[33], à savoir :

- Pour les échantillons de type substrat faiblement perturbés en surface ou volume, le déphasage polarimétrique ne dépend que de l'origine de la diffusion, et non de la microstructure proprement dite. Cette grandeur fournit donc un outil clé pour la séparation des effets de surface et de volume, ce qui a été concrétisé par plusieurs démonstrations canoniques.
- Le résultat précédent se généralise immédiatement aux composants multicouches, dans le cas d'interfaces parfaitement corrélées. Le terme de phase permet alors d'identifier toute décorrélation partielle dans l'empilement, qui se traduit par la présence d'oscillations sur la phase mesurée.
- Enfin, l'accès au terme de phase a permis d'initier quelques reconstructions en champ lointain pour des surfaces de type réseau de diffraction [19] de faible hauteur.

L'objectif de notre travail de doctorat a consisté à améliorer et étendre encore ces techniques et résultats à l'analyse d'échantillons arbitraires, à forte ou faible diffusion. Dans une première étape, la priorité a été de changer de technique pour l'analyse de la polarisation des ondes diffusées. En effet, le travail de C. Deumié était basé sur l'utilisation de polariseurs et analyseurs tournants, ce qui nécessitait des temps d'expérience prohibitifs pour une pérennisation ou exploitation systématique de la méthode. Ainsi un modulateur de polarisation [1][3][34] a été introduit sur l'instrument, ce qui a requis de modifier profondément l'instrument. Ce travail est présenté aux chapitres I et II de ce manuscrit, où l'on se penche avec détails sur la description et la mise au point de l'instrument, dont les problèmes d'étalonnage et sources d'erreurs. Quelques premiers résultats y sont présentés pour des mesures spéculaires en fonction de l'incidence d'éclairement, et valident entièrement cette première étape. Par ailleurs, ces mesures sont utilisées pour caractériser des couches de transition à l'interface de substrats, pour des applications liées à l'endommagement laser [35]. Précisons ici que les couches de transition étaient jusqu'ici inaccessibles par les techniques dont disposait le laboratoire, ce qui permettra certainement d'améliorer les performances des composants ou la compréhension des phénomènes de claquage sous flux.

La deuxième partie de notre travail (chapitre III) a consisté à utiliser l'instrument pour analyser les composants à faibles pertes. Dans ce contexte, les équations sont peu différentes pour les flux spéculaires ou diffusés, compte tenu de l'absence de dépolarisation dans le plan d'incidence. Par contre, la mesure est bien plus délicate, en raison des problèmes de dynamique pour les faibles flux diffusés. Enfin, l'étalonnage est crucial et doit être spécifique pour l'analyse des flux diffusés. Nous verrons que les résultats de C. Deumié sont rapidement retrouvés et complétés, grâce à la rapidité du nouveau système d'acquisition qui permet de sonder un grand nombre d'échantillons.

La dernière partie de ce travail (chapitre IV) a consisté à aborder le problème des échantillons fortement hétérogènes en surface ou en volume. Les phénomènes de dépolarisation sont alors pris en compte, et l'on verra que les variations angulaires du terme de phase permettent de généraliser nos techniques de séparation surface/volume, ce qui constitue un résultat majeur à notre sens. Par ailleurs, l'analyse ellipsométrique est également effectuée dans le speckle du champ diffus, c'est-à-dire à haute résolution angulaire. Le problème de la reconstruction en champ lointain est également abordé.

Précisons enfin, avant que la lecture de ce manuscrit ne soit abordée, que l'analyse des états de polarisation est uniquement déterministe et basée sur l'électromagnétisme classique macroscopique, avec des champs décrits par des paquets d'onde. Les états de polarisation sont

ainsi analysés finement dans le speckle « résolu » de l'onde diffusée, de sorte que l'on ne fera pas appel ou référence au formalisme de Müller / Stokes [5][6], qui inclut une étape phénoménologique. Le lien entre ces deux approches est relativement aisé [9], mais ne sera pas explicité dans ce manuscrit.

CHAPITRE I

ELLIPSOMETRIE SPECULAIRE

Dans ce premier chapitre, nous commençons par introduire les techniques d'ellipsométrie sur flux spéculaire. La modélisation est tout d'abord rappelée dans le cas d'analyseurs et polariseurs tournants, et dans le cas d'un modulateur de polarisation. Elle nous permet ensuite de justifier le choix des paramètres géométriques de mesure pour un rapport signal sur bruit optimal.

L'instrument développé au laboratoire pour ces mesures est présenté dans une seconde phase. Il s'agit du diffusomètre existant depuis de nombreuses années au laboratoire, qui a été modifié pour ces applications ; cet instrument nous permettra dans les autres chapitres, d'étendre l'analyse ellipsométrique aux flux diffusés. De façon générale, une étude détaillée des différents composants et de l'ensemble du système de mesure est présentée.

I. PRINCIPE : ANALYSEURS TOURNANTS

Considérons un échantillon éclairé sous une incidence i_0 par une onde plane monochromatique de pulsation spatiale $\vec{\sigma}_0$ (Figure I.1). L'onde incidente est polarisée rectilignement, sa direction de polarisation étant repérée par l'angle α (Figure I.2). Dans le cas de la lumière naturelle, cet angle sera considéré comme une variable aléatoire.

La composante du champ parallèle à Oy est dénommée composante s ou TE (transverse électrique par rapport au plan d'incidence), et celle qui lui est perpendiculaire est dénommée p ou TM (transverse magnétique)..

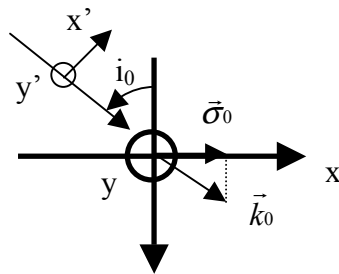


Figure I.1

Onde plane éclairant un échantillon plan sous incidence i_0 . L'axe z est normal à l'échantillon.

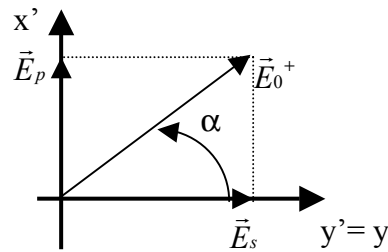


Figure I.2

Direction du champ dans le plan perpendiculaire au vecteur d'onde incident.

L'onde incidente s'écrit :

$$\vec{E}_0^+ = \vec{A}_0^+ \exp(j\vec{k}_0 \cdot \vec{\rho}) \exp(-i\omega t)$$

avec

$$\vec{E}_0^+ = \vec{E}_s + \vec{E}_p = E_s \vec{y}' + E_p \vec{x}' ,$$

et

$$\begin{cases} E_s = E_0^+ \cos \alpha \\ E_p = E_0^+ \sin \alpha \end{cases}$$

Afin d'analyser précisément la modification d'état de polarisation, un polariseur est introduit sur le faisceau incident, et un analyseur sur le faisceau réfléchi (Figure I.3).

Les angles ψ et ϕ définissent les directions des axes du polariseur et de l'analyseur respectivement, par rapport à la direction s , comme représenté en Figure I.4.

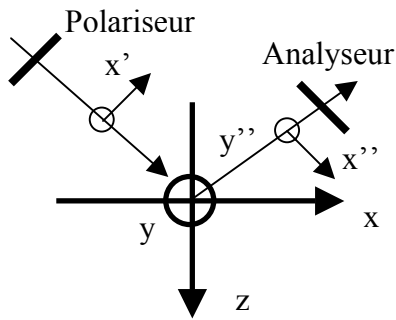


Figure I.3
Eléments de base pour un montage d'ellipsométrie

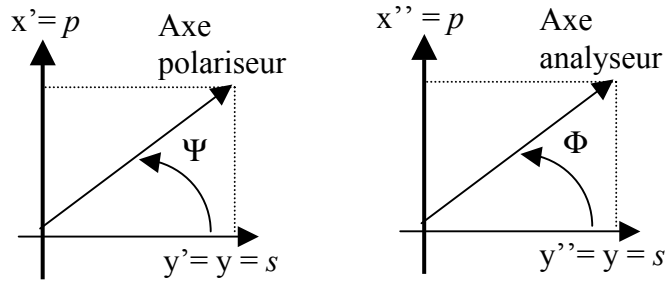


Figure I.4
Définition des angles des axes du polariseur (Ψ) et de l'analyseur (Φ) par rapport aux axes du système (s et p). Les angles sont comptés à partir de la position $TE=s$

Après le polariseur, les composantes s et p du champ s'écrivent :

$$\begin{cases} E'_s \\ E'_p \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} \cos\psi \\ \sin\psi \end{cases} \quad (1)$$

La réflexion sur l'échantillon est décrit à l'aide des facteurs de réflexion complexes :

$$\begin{cases} r_s = \sqrt{R_s} \cdot \exp(j\delta_s) \\ r_p = \sqrt{R_p} \cdot \exp(j\delta_p) \end{cases}$$

Après réflexion, les composantes du champ s'écrivent ainsi comme :

$$\begin{cases} E'_s = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \cos\psi \cdot r_s \\ E'_p = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \sin\psi \cdot r_p \end{cases} \quad (2)$$

Enfin, l'analyseur introduit sur le faisceau réfléchi permet aux deux composantes s et p du champ réfléchi d'interférer puisqu'elles se trouvent toutes les deux projetées sur la direction de l'axe de l'analyseur.

L'amplitude résultante s'exprime ainsi comme :

$$A = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) [\cos \psi \cdot \sqrt{R_S} \exp(j\delta_S) \cdot \cos \phi + \sin \psi \cdot \sqrt{R_P} \exp(j\delta_P) \cdot \sin \phi] \quad (3)$$

On peut en déduire l'intensité en sortie du système, proportionnelle à :

$$I = A \cdot \bar{A} = I_0 [R_S \cos^2 \psi \cos^2 \phi + R_P \sin^2 \psi \sin^2 \phi + 2\sqrt{R_S \cdot R_P} \cos \psi \sin \psi \cos \phi \sin \phi \cdot \cos \delta] \quad (4)$$

où δ est le déphasage polarimétrique défini par $\delta = \delta_S - \delta_P$, $R_{S_{\text{ou } P}} = |r_{S_{\text{ou } P}}|^2$ est le coefficient de réflexion en intensité et $I_0 = E_0^{+2} \cos^2(\psi - \alpha)$.

Dans le cas où la source n'est pas polarisée, l'angle α décrivant la direction du champ doit être considéré comme une variable aléatoire. I_0 doit alors être remplacé par sa moyenne sur l'angle α exprimée par :

$$\langle I_0 \rangle = E_0^{+2} \langle \cos^2(\psi - \alpha) \rangle = \frac{E_0^{+2}}{2} \quad (5)$$

Une mesure ellipsométrique, c'est-à-dire en sortie d'un système du type de celui défini ci-dessus, permet donc d'accéder aux mesures de R_S et R_P ainsi qu'à la mesure du déphasage polarimétrique δ . L'extraction du terme de phase δ constitue une différence majeure par rapport aux techniques photométriques et fournit une donnée clé pour la résolution de problèmes inverses.

Pour ce faire, plusieurs montages expérimentaux sont utilisables. Le plus simple consiste à travailler avec le polariseur fixe et un analyseur tournant, ou inversement. L'analyse de la courbe $I(\phi)$ ou $I(\psi)$ permet ainsi d'en déduire les valeurs de R_S , R_P ainsi que le déphasage polarimétrique δ . Ce premier type de montage a été installé au laboratoire et largement exploité pendant la thèse de Carole Deumié [4].

Une autre solution consiste à travailler en modulant la polarisation en entrée ou en sortie du système. Les paramètres utiles sont alors extraits de l'étude des harmoniques du signal. Nous exposons et analysons dans le paragraphe suivant la méthode utilisée pour notre travail.

II. MONTAGE AVEC MODULATEUR DE POLARISATION

Lors d'un travail de thèse précédent, le montage de base, utilisant un polariseur et un analyseur tournants, a été installé sur le diffusomètre du laboratoire. Notre choix a porté sur un polariseur fixe (position déterminée par la méthode du « tracking »), l'analyseur tournant grâce à un moteur pas à pas.

Nous avons alors montré que les performances de ce système permettaient de réaliser une analyse ellipsométrique du flux spéculaire et du flux diffusé, pour de nouvelles investigations, qui seront rappelées dans les chapitres suivants.

Ce dispositif expérimental, dont les performances étaient suffisantes pour une première approche, présente l'inconvénient majeur de nécessiter dans le cas des mesures de diffusion des temps d'acquisition trop élevés (plus d'une heure pour une dizaine d'angles de diffusion). En effet, le système étant installé sur le diffusomètre existant, la chaîne de mesure intègre une détection synchrone. Dans ces conditions, lors de la mesure de la fonction I , dont l'expression est donnée dans l'équation (4), le signal passe régulièrement d'un maximum à un minimum, imposant des ajustements de calibres réguliers et longs.

Nous avons donc souhaité rendre le système plus rapide afin de poursuivre les investigations issues de ces premiers essais. Une solution pourrait consister à utiliser des moteurs continus et échantillonner le signal sur un grand nombre de périodes, mais nous avons opté pour un changement radical, mettant en œuvre la technique du modulateur de polarisation.

Cet élément polarisant a donc été installé sur notre système. Nous pourrions alors extraire les quantités utiles grâce à une analyse des harmoniques du signal, comme nous allons le mettre en évidence.

1. Ellipsomètre à modulateur de polarisation

Nous introduisons sur le faisceau, après le polariseur, un modulateur de polarisation. Le montage utilisé est représenté dans la figure I.5.

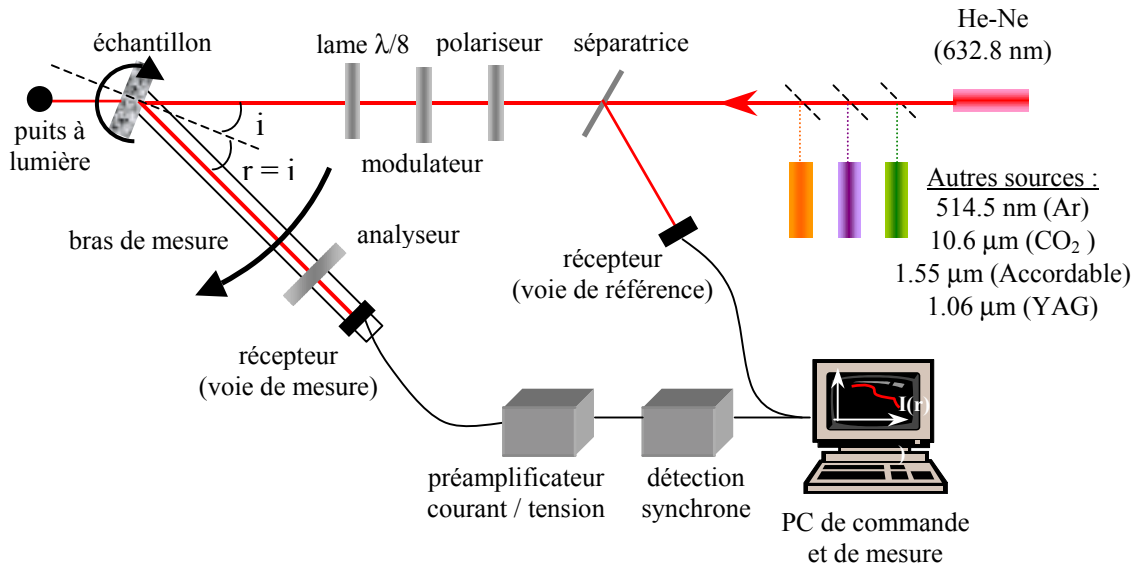


Figure I.5
Schéma du montage de l'ellipsomètre à modulateur de polarisation.

Dans ce montage, le polariseur (repéré par l'angle ψ) et l'analyseur (repéré par l'angle ϕ) restent montés sur des moteurs pas à pas, permettant leur positionnement de manière automatique si nécessaire.

Le modulateur de polarisation est un modulateur élasto-optique [36]. Il est composé d'un barreau de Silice Homosil[®] [37] comprimé mécaniquement de façon sinusoïdale. Une biréfringence dynamique est induite par cette compression. Une biréfringence résiduelle peut également exister, due au système de fixation du barreau de silice. On peut donc exprimer le déphasage $\delta_M(t)$ introduit entre les deux composantes propres au modulateur (c'est à dire selon ses lignes neutres) sous la forme :

$$\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega \cdot t) + \alpha_M \quad (6)$$

où G est un gain réglable permettant d'ajuster l'amplitude $\Delta_0(G)$ du déphasage, et α_M est la biréfringence résiduelle.

La fréquence de modulation Ω est de 50,8 kHz. Elle est imposée par la géométrie et les dimensions du barreau. L'amplitude $\Delta_0(G)$ du déphasage est susceptible de varier au cours du temps, à cause des dérives thermiques par exemple. Ces dérives devront être compensées au cours des mesures. Il en est de même de la biréfringence résiduelle α_M . Nous reviendrons sur ces considérations dans les paragraphes suivants où les éléments du montage sont présentés en détail ainsi que les calculs d'erreurs de positionnement des lames.

2. Intensité en sortie du système

Exprimons maintenant l'intensité en sortie de ce système. Pour cela, nous suivons la même démarche que celle détaillée dans le paragraphe I. Les notations et repères définis pour la définition des angles sont identiques.

Dans ces conditions, on écrit de la même manière les composantes s et p du champ après le polariseur :

$$\begin{pmatrix} E'_s \\ E'_p \end{pmatrix} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{pmatrix} \cos \psi \\ \sin \psi \end{pmatrix} \quad (7)$$

Où α désigne toujours la direction de polarisation de l'onde incidente, et ψ la direction du polariseur par rapport à l'axe s défini par rapport à l'échantillon.

Nous appelons alors β la direction de l'une des lignes neutres du modulateur, définie par rapport à la direction s du montage, comme indiqué dans la Figure I.6.

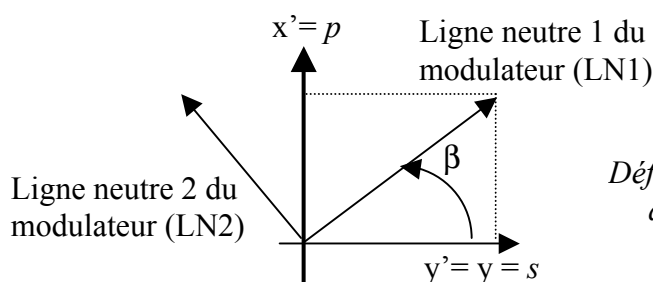


Figure I.6
Définition de l'angle d'une des lignes neutres du modulateur par rapport aux axes du système (s et p)

On note ici LN1 et LN2 les lignes neutres du modulateur, LN1 étant confondue avec la direction s si $\beta = 0^\circ$. Remarquons que nous ne distinguons pas ici la ligne neutre lente de la rapide. Le déphasage introduit par le modulateur est donc indiqué au signe près.

Les composantes s et p du champ se projettent sur ces lignes neutres de la manière suivante :

$$\begin{cases} E_{LN1}' = E_S' \cos\beta + E_P' \sin\beta \\ E_{LN2}' = -E_S' \sin\beta + E_P' \cos\beta \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} \cos(\psi - \beta) \\ \sin(\psi - \beta) \end{cases} \quad (8)$$

Le modulateur déphase ces composantes de la quantité δ_M , soit :

$$\begin{cases} E_{LN1}' = E_{LN1} \cdot \exp(j\delta_M(t)) \\ E_{LN2}' = E_{LN2} \end{cases} = E_0^+ \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} \cos(\psi - \beta) \cdot \exp(j\delta_M(t)) \\ \sin(\psi - \beta) \end{cases} \quad (9)$$

où $\delta_M(t)$ est donnée par l'expression (6).

On en déduit les composantes s et p du champ après le modulateur, en projetant à nouveau cette fois sur les axes s et p :

$$\begin{cases} E_S' = E_{LN1}' \cos\beta - E_{LN2}' \sin\beta \\ E_P' = E_{LN1}' \sin\beta + E_{LN2}' \cos\beta \end{cases} \quad (10)$$

Soit encore :

$$\begin{cases} E_S' \\ E_P' \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} \cos\beta \cdot \cos(\psi - \beta) \cdot \exp(j\delta_M(t)) + \sin\beta \sin(\beta - \psi) \\ \sin\beta \cdot \cos(\psi - \beta) \cdot \exp(j\delta_M(t)) + \cos\beta \sin(\psi - \beta) \end{cases} \quad (11)$$

On notera de manière plus simple :

$$\begin{cases} E_S' \\ E_P' \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} a \cdot \exp(j\delta_M(t)) + b \\ c \cdot \exp(j\delta_M(t)) + d \end{cases} \quad (12)$$

Avec

$$\begin{cases} a = \cos \beta \cos (\psi - \beta) \\ b = \sin \beta \sin (\beta - \psi) \\ c = \sin \beta \cos (\psi - \beta) \\ d = \cos \beta \sin (\psi - \beta) \end{cases} \quad (13)$$

Après réflexion sur l'échantillon, les composantes s et p deviennent :

$$\begin{cases} E'_s \\ E'_p \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos (\psi - \alpha) \begin{cases} [a \cdot \exp (j \cdot \delta_M (t)) + b] \cdot \sqrt{R_s} \cdot \exp (j \delta_s) \\ [c \cdot \exp (j \cdot \delta_M (t)) + d] \cdot \sqrt{R_p} \cdot \exp (j \delta_p) \end{cases} \quad (14)$$

Et enfin, après l'analyseur, l'amplitude résultante A s'exprime :

$$\begin{aligned} A = E_0^+ \cdot \cos (\psi - \alpha) \{ & [a \cdot \exp (j \cdot \delta_M (t)) + b] \cdot \sqrt{R_s} \exp (j \delta_s) \cdot \cos \phi \\ & + [c \cdot \exp (j \cdot \delta_M (t)) + d] \cdot \sqrt{R_p} \exp (j \delta_p) \cdot \sin \phi \} \end{aligned} \quad (15)$$

L'intensité résultante est alors :

$$\begin{aligned} \frac{I}{I_0} = & (a^2 + b^2) R_s \cos^2 \phi + (c^2 + d^2) R_p \sin^2 \phi \\ & + 2 (ab R_s \cos^2 \phi + cd R_p \sin^2 \phi) \cos (\delta_M) \\ & + 2 \sqrt{R_s \cdot R_p} \cos \phi \cdot \sin \phi (ac + bd) \cos \delta \\ & + 2bc \sqrt{R_s \cdot R_p} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot \cos (\delta - \delta_M) \\ & + 2ad \sqrt{R_s \cdot R_p} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot \cos (\delta + \delta_M) \end{aligned} \quad (16)$$

Avec $\delta = \delta_s - \delta_p$ le déphasage polarimétrique, $\delta_M (t) = \Delta_0 (G) \cdot \sin (\Omega t) = \Delta_M (t) + \alpha_M$ d'après

l'expression (6) et $I_0 = E_0^{+2} \cos^2 (\psi - \alpha)$.

Rappelons que dans le cas où la source n'est pas polarisée, l'angle α décrivant la direction du champ doit être considéré, comme dans le paragraphe précédent, comme une variable aléatoire. I_0 doit alors être remplacé par :

$$\langle I_0 \rangle = E_0^{+2} \langle \cos^2 (\psi - \alpha) \rangle = \frac{E_0^{+2}}{2}$$

On peut ensuite développer les fonctions du temps en séries de Bessel [38] :

$$\cos(\Delta_0(G) \sin(\Omega t)) = J_0(\Delta_0(G)) + 2 \sum_{k=1}^{\infty} J_{2k}(\Delta_0(G)) \cos(2k\Omega t) \quad (17)$$

$$\sin(\Delta_0(G) \sin(\Omega t)) = 2 \sum_{k=1}^{\infty} J_{2k-1}(\Delta_0(G)) \sin((2k-1)\Omega t) \quad (18)$$

En conservant uniquement les fonctions de Bessel d'ordres 0, 1 et 2, on peut alors écrire :

$$\begin{aligned} \cos(\Delta_0(G) \sin(\Omega t)) &= J_0(\Delta_0(G)) + 2J_2(\Delta_0(G)) \cos(2\Omega t) \\ \sin(\Delta_0(G) \sin(\Omega t)) &= 2J_1(\Delta_0(G)) \sin(\Omega t) \end{aligned} \quad (19)$$

D'où :

$$\boxed{\frac{I}{I_0} = I_C + I_{\Omega} \sin(\Omega t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega t)} \quad (20)$$

Avec

$$\begin{aligned} I_C &= (a^2 + b^2)R_s \cos^2\phi + (c^2 + d^2)R_p \sin^2\phi \\ &\quad + 2(abR_s \cos^2\phi + cdR_p \sin^2\phi) J_0(\Delta_0(G)) \cos(\alpha_M) \\ &\quad + 2\sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi (ac + bd) \cos\delta \\ &\quad + 2bc \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_0(\Delta_0(G)) \cos(\delta - \alpha_M) \\ &\quad + 2ad \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_0(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= -4(abR_s \cos^2\phi + cdR_p \sin^2\phi) J_1(\Delta_0(G)) \sin(\alpha_M) \\ &\quad + 4bc \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta - \alpha_M) \\ &\quad - 4ad \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M) \end{aligned} \quad (22)$$

$$\begin{aligned} I_{2\Omega} &= 4(abR_s \cos^2\phi + cdR_p \sin^2\phi) J_2(\Delta_0(G)) \cos(\alpha_M) \\ &\quad + 4bc \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta - \alpha_M) \\ &\quad + 4ad \sqrt{R_s R_p} \cos\phi \sin\phi J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned} \quad (23)$$

L'intensité en sortie du système s'exprime donc comme la somme d'une composante continue I_C , et de deux composantes I_{Ω} et $I_{2\Omega}$ modulées temporellement aux fréquences Ω et 2Ω respectivement, Ω étant la fréquence de fonctionnement du modulateur de polarisation.

Dans ces conditions, la mesure du déphasage polarimétrique δ pourra se faire de manière aisée grâce à l'utilisation d'une détection synchrone réalisant la détection aux fréquences Ω et 2Ω .

Notons enfin que **dans le cas de la mesure en transmission**, les expressions (21), (22) et (23) restent valables si l'on remplace R_s et R_p par T_s et T_p respectivement. δ désigne alors le déphasage polarimétrique de l'onde transmise.

3. Choix des orientations des composants de polarisation

Les expressions précédentes ont été établies pour des angles α , β , ψ et Φ quelconques. Toutefois, nous allons montrer qu'il est judicieux d'orienter de manière particulière les éléments de polarisation : polariseur, modulateur et analyseur.

Le paramètre à extraire des expressions (20), (21), (22) et (23) est le déphasage polarimétrique δ . La chaîne de mesure utilisant une détection synchrone, nos considérations porteront à ce niveau uniquement sur les composantes modulées, c'est à dire I_Ω et $I_{2\Omega}$ données par les expressions (22) et (23).

Dans les expressions (22) et (23), nous constatons que le paramètre δ se trouve dans les termes $\cos(\delta \pm \alpha_M)$ et $\sin(\delta \pm \alpha_M)$. Par conséquent, il semble profitable d'annuler dans chacune de ces expressions le troisième terme ne comprenant pas d'information sur δ , tout en maximisant l'amplitude des termes $\cos(\delta \pm \alpha_M)$ et $\sin(\delta \pm \alpha_M)$.

Cela revient à rechercher les conditions pour lesquelles :

$$ab.R_s \cos^2\phi + cd.R_p \sin^2\phi = 0 \quad (24)$$

Où a, b, c et d sont données par les expressions (13).

A partir de ces expressions la relation (24) conduit à:

$$\sin(2\beta)\sin(2\beta - 2\psi)[R_s \cos^2\phi - R_p \sin^2\phi] = 0$$

D'où l'on déduit les 3 conditions possibles :

$$\begin{cases} \beta = 0 \\ \beta = \psi \\ \tan \phi = \sqrt{\frac{R_s}{R_p}} \end{cases} \quad (25)$$

Étudions alors chacun de ces cas séparément :

a. Cas où $\beta = 0^\circ$

Les relations (13) deviennent :

$$\begin{cases} a = \cos \psi \\ b = 0 \\ c = 0 \\ d = \sin \psi \end{cases}$$

On en déduit :

$$\begin{aligned} I_C &= \cos^2 \psi \cdot \cos^2 \phi \cdot R_s + \sin^2 \psi \cdot \sin^2 \phi \cdot R_p \\ &\quad + 2\sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \sin \psi \cdot \cos \psi \cdot \sin \phi \cdot \cos \phi \cdot J_0(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \\ I_\Omega &= -\sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \sin 2\phi \sin 2\psi \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \sin 2\phi \sin 2\psi \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned}$$

De manière à optimiser la mesure, nous pouvons choisir $\psi = \phi = \frac{\pi}{4}$ pour maximiser le signal.

Nous obtenons alors les équations suivantes :

$$\begin{aligned} I_C &= \frac{1}{4} \left[R_s + R_p + 2J_0(\Delta_0(G)) \cdot \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \right] \\ I_\Omega &= -\sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned} \quad (26)$$

b. Cas où $\beta = \psi$

Les relations (13) deviennent alors :

$$\begin{cases} a = \cos\beta \\ b = 0 \\ c = \sin\beta \\ d = 0 \end{cases}$$

On en déduit :

$$\begin{aligned} I_C &= \cos^2\beta \cdot R_S \cdot \cos^2\phi + \sin^2\beta \cdot R_P \cdot \sin^2\phi + 2\sqrt{R_S \cdot R_P} \cos\phi \cdot \sin\phi \cdot \cos\beta \cdot \sin\beta \cdot \cos\delta \\ I_\Omega &= 0 \\ I_{2\Omega} &= 0 \end{aligned} \quad (27)$$

Dans ces conditions, il ne reste que la composante continue. Ceci est lié au fait que dans le cas où $\beta = \Psi$, le polariseur est orienté parallèlement à l'une des lignes neutres du modulateur. Celui-ci ne module donc pas la polarisation. On retrouve alors une expression semblable à celle obtenue en sortie du système classique (équation 4).

Nous souhaitons cependant exploiter uniquement les composantes modulées et excluons en conséquence ce cas.

c. Cas où $\tan(\phi) = \sqrt{\frac{R_S}{R_P}}$

Les expressions (13) ne se simplifient pas directement. Compte tenu de l'expression (24), il reste :

$$\begin{aligned} I_C &= (a^2 + b^2) \cdot R_S \cdot \cos^2\phi + (c^2 + d^2)R_P \cdot \sin^2\phi \\ &\quad + 2\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot \cos\phi \cdot \sin\phi (ac + bd) \cdot \cos\delta \\ &\quad + 2bc \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot \cos\phi \cdot \sin\phi \cdot J_0(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta - \alpha_M) \\ &\quad + 2ad \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot \cos\phi \cdot \sin\phi \cdot J_0(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned}$$

Et l'on peut calculer :

$$bc = \frac{1}{2} \sin^2 \beta \cdot \sin(2\beta - 2\psi)$$

$$ad = \frac{1}{2} \cos^2 \beta \cdot \sin(2\psi - 2\beta)$$

D'où l'on peut écrire:

$$I_{\Omega} = -\sqrt{R_s R_p} \cdot \sin(2\phi) \cdot \sin(2\beta - 2\psi) \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M)$$

$$I_{2\Omega} = \sqrt{R_s R_p} \cdot \sin(2\phi) \cdot \sin(2\psi - 2\beta) \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M)$$

Avec

$$\sin(2\phi) = 2 \frac{\sqrt{R_s R_p}}{R_s + R_p}$$

Nous constatons alors que I_{Ω} et $I_{2\Omega}$ sont maximales pour $\beta = 0^\circ$ et $\psi = \frac{\pi}{4}$. Dans ce cas, les expressions deviennent :

$$I_{\Omega} = -2 \frac{R_s R_p}{R_s + R_p} J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M)$$

$$I_{2\Omega} = 2 \frac{R_s R_p}{R_s + R_p} J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M)$$
(28)

d. Choix de la configuration et expression de l'intensité en sortie du système

Comme nous l'avons remarqué, nous pouvons éliminer le cas (b). Il reste à comparer les cas (a) et (c).

Or nous pouvons remarquer que $\sqrt{R_s R_p} > 2 \frac{R_s R_p}{R_s + R_p}$ puisque R_s et R_p sont positifs. Dans

ces conditions, le cas (a) permet une plus grande facilité de mesure.

De plus, dans cette configuration, la position ϕ de l'analyseur est constante et ne dépend pas des variations angulaires de la réflexion : il est beaucoup plus facile, en ce qui concerne la stabilité du montage, de travailler avec des éléments fixes.

En résumé, la configuration du montage sera telle que : $\beta = 0^\circ$, $\phi = \psi = \frac{\pi}{4}$

Dans ces conditions, l'intensité en sortie du système s'exprime de la façon suivante :

$$\frac{I}{I_0} = I_C + I_\Omega \cdot \sin(\Omega t) + I_{2\Omega} \cdot \cos(2\Omega t), \text{ avec :}$$

$$\begin{aligned} I_C &= \frac{1}{4} \left[R_S + R_P + 2J_0(\Delta_0(G)) \sqrt{R_S R_P} \cos(\delta + \alpha_M) \right] \\ I_\Omega &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \end{aligned} \quad (29)$$

4. Introduction d'une lame déphasante

Les formules (29) nous donnent les expressions des harmoniques en sortie du système. Or, comme nous le verrons, la théorie montre que dans le cas d'un empilement quelconque, le déphasage polarimétrique prend systématiquement des valeurs proches de zéro pour de faibles incidences d'éclairement. Dans tous les cas, au cours de la mesure, on aurait, compte tenu des faibles valeurs de la biréfringence résiduelle α_M :

$$I_\Omega = -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M) \approx 0.$$

Dans ces conditions, l'harmonique Ω pourra prendre des valeurs proches de 0, qui seront donc entachées par le bruit de la chaîne de mesure. Or le calcul du déphasage polarimétrique se fait grâce à l'utilisation des valeurs des deux harmoniques, qui doivent être obtenues avec une bonne précision (voir les formules dans le paragraphe suivant). Il est donc préférable, dans la mesure du possible, d'éviter les cas où l'une des harmoniques est proche de zéro, ce qui peut se faire simplement par l'ajout d'une lame déphasante sur le montage, après le modulateur. Cette lame permet de créer un déphasage δ_L entre les deux directions correspondant à ses lignes neutres. Nous alignons les lignes neutres de cette lame avec celles du modulateur de polarisation. L'une des lignes neutres de la lame fait un angle β avec la direction s du montage. Dans ces conditions, l'ensemble « modulateur - lame déphasante » est équivalent à une lame de déphasage $\delta_M(t) \pm \delta_L$ dans la direction β . La lame déphasante a une

transmission T_L égale à 98%, indépendante de l'état de polarisation : elle est traitée "antireflets" afin de diminuer les pertes en transmission.

Si l'on reprend l'expression (12) du paragraphe précédent, l'amplitude du champ après la lame s'écrit ainsi comme :

$$\begin{cases} E'_S \\ E'_P \end{cases} = E_0^+ \cdot \sqrt{T_L} \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} a \cdot \exp(j \cdot (\delta_M(t) + \delta_L)) + b \\ c \cdot \exp(j \cdot (\delta_M(t) + \delta_L)) + d \end{cases} \quad (30)$$

Sans reprendre le développement du paragraphe précédent, on constate que la présence de la lame rajoute un déphasage constant δ_L au déphasage polarimétrique.

Dans ces conditions, l'intensité en sortie du système s'exprime de la façon suivante :

$$\begin{aligned} \frac{I}{I_0} &= I_C + I_\Omega \cdot \sin(\Omega t) + I_{2\Omega} \cdot \cos(2\Omega t), \text{ avec :} \\ I_C &= \frac{T_L}{4} \left[R_S + R_P + 2J_0(\Delta_0(G)) \sqrt{R_S R_P} \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M) \right] \\ I_\Omega &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \end{aligned} \quad (31)$$

Dans le cas où $\delta = 0^\circ$ et en négligeant toujours α_M , nous avons :

$$\begin{aligned} I_\Omega &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta_L) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta_L) \end{aligned}$$

Le meilleur compromis consiste donc à choisir $\delta_L = 45^\circ$, c'est-à-dire une lame $\lambda/8$. Dans ces conditions, les deux harmoniques auront un niveau à peu près égal lorsque le déphasage polarimétrique sera proche de zéro.

5. Compléments sur le modulateur de polarisation

Nous avons évoqué l'existence d'une *biréfringence résiduelle* dans le barreau, essentiellement due aux contraintes exercées par les vis de fixation. Ainsi, même lorsque la tension appliquée est nulle, il existe un déphasage résiduel entre les directions s et p que l'on notera α_M . On estime que α_M est de l'ordre du degré. Nous allons ici justifier que le déphasage du modulateur peut s'écrire de la manière suivante : $\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega t) + \alpha_M$

On suppose que cette modulation résiduelle α_M est orientée dans une direction faisant un angle ε avec les directions s et p (figure I.7).

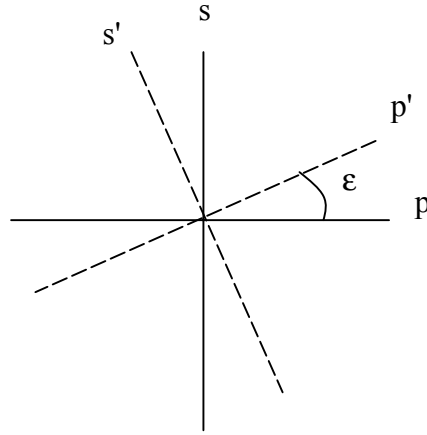


Figure I.7

Représentation des axes du modulateur et de la modulation résiduelle.

Soient A_s^0 et A_p^0 les amplitudes du champ, suivant les directions s et p , avant le modulateur. Le modèle équivalent est celui d'un modulateur idéal, qui déphase de $\delta_M^* = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega t)$ entre les directions s et p , auquel on rajoute un modulateur qui déphase de α_M entre les directions s' et p' . E sortie, l'intensité s'écrit :

$$\begin{aligned} A_s &= \left(\cos^2 \varepsilon e^{i\alpha_M} + \sin^2 \varepsilon \right) A_s^0 e^{i\delta_M^*} + \cos \varepsilon \sin \varepsilon (e^{i\alpha_M} - 1) A_p^0 \\ A_p &= \cos \varepsilon \sin \varepsilon (e^{i\alpha_M} - 1) A_s^0 e^{i\delta_M^*} + \left(\sin^2 \varepsilon e^{i\alpha_M} + \cos^2 \varepsilon \right) A_p^0 \end{aligned} \quad (32)$$

Nous allons maintenant donner un développement au 1^{er} ordre du résultat, pour de faibles valeurs de ε et α_M .

Dans ces conditions, nous avons : $\cos \varepsilon = 1$; $\sin \varepsilon = \varepsilon$ et $e^{i\alpha_M} = 1 + i\alpha_M$.

En remplaçant dans l'expression (32) et en négligeant les termes au deuxième ordre, il vient :

$$\begin{aligned}
A_S &= (1 + i\alpha_M + \varepsilon^2) \cdot A_S^0 \cdot e^{i\delta_M^*} + i\varepsilon\alpha_M \cdot A_P^0 = A_S^0 \cdot e^{i(\delta_M^* + \alpha_M)} \\
A_P &= i\varepsilon\alpha_M \cdot A_S^0 \cdot e^{i\delta_M^*} + (\varepsilon^2 \cdot (1 + i\alpha_M) + 1) \cdot A_P^0 = A_P^0
\end{aligned}
\tag{33}$$

En pratique, l'erreur de positionnement est équivalente à ajouter un déphasage α_M au déphasage δ_M du modulateur, suivant les mêmes axes. Nous verrons qu'il est possible de connaître la valeur de α_M au cours des mesures, et de corriger cette erreur. Le déphasage s'écrit donc :

$$\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega \cdot t) + \alpha_M$$

D'autre part, si l'on rajoute un déphasage temporel à l'expression ci-dessus, on obtient :

$$\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega \cdot t + \phi_0) + \alpha_M$$

Ce qui peut encore s'écrire :

$$\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega \cdot (t - t_0)) + \alpha_M$$

D'après les équations (31), les équations deviennent :

$$\frac{I}{I_0} = I_C + I_\Omega \cdot \sin(\Omega(t - t_0)) + I_{2\Omega} \cdot \cos(2\Omega(t - t_0)) = \frac{I(t - t_0)}{I_0} = \frac{I(t')}{I_0}$$

Ce décalage temporel n'affecte donc en rien la forme des équations mais sera pris en compte par la détection synchrone.

6. Présentation du diffusomètre

L'ellipsomètre utilisé pour réaliser les mesures s'appuie essentiellement sur un diffusomètre conçu entièrement au laboratoire. Les sources et les récepteurs sont sensiblement les mêmes et l'optique a été adaptée aux mesures d'ellipsométrie. Dans un premier temps, nous présenterons le dispositif expérimental tel qu'il est utilisé actuellement : sources, détection, performances, limitations, etc., puis nous présenterons les modifications qu'il a fallu apporter pour concevoir l'ellipsomètre.

a. Le diffusomètre, considérations générales

Le diffusomètre (voir Figure I.8) dont est équipé le laboratoire permet de réaliser un large spectre de mesures, par le choix possible des sources et des récepteurs : nous disposons d'une série de lasers allant des longueurs d'onde de l'ultraviolet (325 nm) à l'infrarouge (10,6 μm), pour des puissances comprises entre le milliwatt et le watt.

Le montage est placé dans une pièce isolée de toute lumière parasite et sous un plafond soufflant qui permet de s'affranchir des poussières responsables de la diffusion parasite. De ce fait, nous disposons d'une dynamique de 7 décades pour les mesures du champ diffus. Pour cela, nous utilisons des photodiodes au silicium, des photodiodes à avalanche et des photomultiplicateurs.

L'échantillon est placé sur un porte échantillons (Figure II.4) qui lui confère 4 degrés de liberté et permet de faire des mesures en incidence normale ou oblique. L'ensemble est piloté par des moteurs de précision commandés par ordinateur.

b. Les sources

Nous disposons de 7 sources laser à différentes longueurs d'onde et de différentes puissances. Cette diversité est nécessaire pour la mesure multi échelles de la rugosité des échantillons [21]. La liste des sources est la suivante :

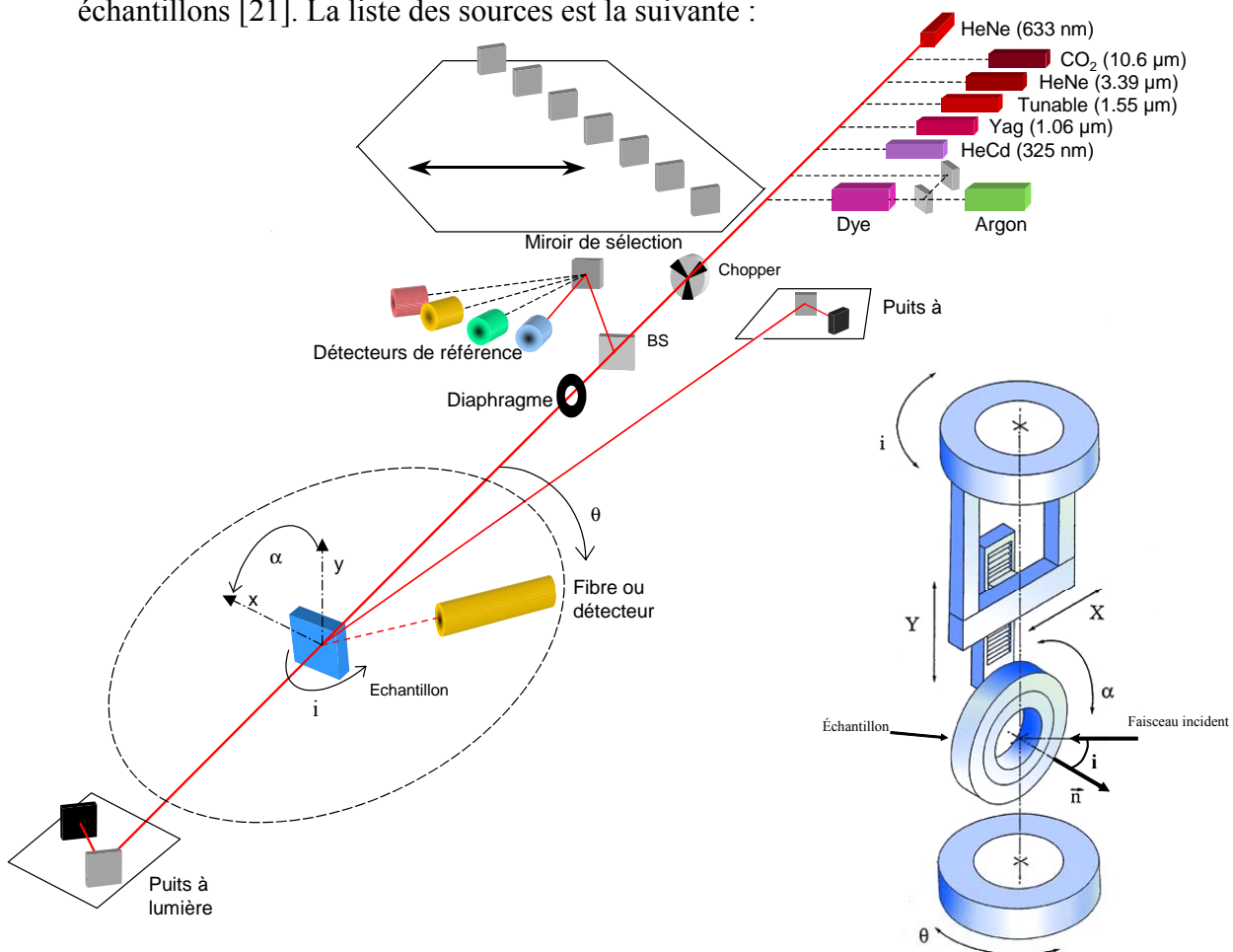


Figure I.8
Le diffusomètre et le porte échantillon.

- Un laser Argon de 5 W possédant 8 raies (entre 458 nm et 514,5 nm), polarisé verticalement.
- Un laser à colorant, pompé par le laser Argon, de puissance comprise entre 50 mW et 1 W, émettant à 600 nm et 700 nm, polarisé verticalement.
- Un laser Hélium Néon à 632,8 nm de 8 mW non polarisé.
- Un second laser Hélium Néon à 3,39 μm de 8 mW, polarisé verticalement.
- Un laser YAG à 1,064 μm de 40 mW pompé par diode laser, non polarisé.
- Un laser au CO₂ à 10,6 μm de 10 W, polarisé verticalement.
- Un laser télécoms accordable autour de 1,55 μm de 7 mW.

Le choix de la source est effectué au moyen d'une table de translation motorisée équipée de miroirs et pilotée via l'interface du PC.

La plupart des mesures ont été réalisées avec le laser He-Ne. Afin de filtrer spatialement le faisceau, nous avons installé un coupleur à fibre en sortie du laser. En sortie du coupleur, le faisceau est parfaitement gaussien. Les fluctuations éventuelles de la source sont contrôlées à l'aide de la voie de référence. De plus, chaque point de mesure est moyenné sur plusieurs points, en général sur 10 points.

c. L'échantillon

L'échantillon est placé sur un porte échantillon monté verticalement, face au faisceau. Il est équipé de 2 platines de translation (X et Y) perpendiculaires au faisceau incident qui permettent à la fois de positionner précisément l'échantillon et de réaliser des mesures en différents points, par exemple pour vérifier la stationnarité de la mesure ou réaliser une moyenne sur la surface étudiée. Une platine de rotation permet de faire tourner l'échantillon sur lui-même (en α), face au faisceau incident, afin de mettre en évidence une éventuelle anisotropie de l'échantillon. Nous disposons d'un jeu de porte échantillons de différentes tailles (de 10 mm à 50 mm, voire plus) et le diamètre du faisceau sur l'échantillon est de 3 mm environ (largeur à mi-hauteur de la gaussienne), ce qui permet, par exemple dans l'étude de la rugosité, d'avoir une approche statistique, sous la surface éclairée, de la grandeur mesurée.

d. Les détecteurs

Nous disposons de plusieurs détecteurs pour capter la lumière diffusée, qui sont choisis suivant le niveau de signal à mesurer, la longueur d'onde d'éclairement ou encore la fréquence de modulation utilisée.

La plupart des mesures de ce document sont faites avec le laser He-Ne à 632,8 nm (en plus de quelques mesures faites avec l'Argon à 514,5 nm), donc essentiellement dans le visible.

Pour les mesures de diffusion « classiques » dans le visible sous un flux important, par exemple pour la mesure du flux spéculaire ou dans le cas d'échantillons très diffusants, nous utilisons une photodiode au silicium qui permet de mesurer de 10^{-7} W à 10^{-3} W environ, pour une surface de réception de 1 cm². Nous pouvons contrôler le flux incident en positionnant sur le faisceau incident une série de filtres de façon à rester dans la gamme de linéarité du récepteur. Dans le cas de mesures "spéculaires", nous pouvons positionner le récepteur directement sur le bras de mesure, face au faisceau.

Pour les mesures dans le visible sous de faibles flux, il est nécessaire d'utiliser un photomultiplicateur (PM) qui amplifie le signal optique reçu tout en conservant un excellent rapport signal sur bruit. Il permet de mesurer des flux compris en 10^{-11} W et 10^{-4} W et ne doit donc pas être utilisé pour la mesure de forts flux (spéculaires) sous peine de détérioration.

Pour les mesures de diffusion (diffusion classique ou ellipsométrie), nous utilisons une fibre optique de 1 mm de diamètre de cœur reliée au récepteur et montée sur le bras de mesure.

Nous avons cité l'importance de la fréquence de modulation du signal. En effet, il est nécessaire de moduler le signal à mesurer. En ce qui concerne le diffusomètre, cette modulation est mécanique et la fréquence de modulation est de l'ordre de quelques centaines de Hz. Les récepteurs cités ci-dessus sont très bien adaptés à cette gamme de fréquence.

En revanche, pour les mesures d'ellipsométrie, il est nécessaire de moduler le signal à des fréquences allant jusqu'à 100 kHz, à l'aide du modulateur de polarisation. Nous avons donc rajouté deux détecteurs, une photodiode à avalanche et un photomultiplicateur ayant une réponse fréquentielle adaptée (avec leur préamplificateur adapté). Comme pour les mesures de diffusion, ils serviront respectivement aux mesures sous de forts flux et sous de faibles flux.

Enfin, nous disposons également d'une photodiode au germanium pour le proche infrarouge et de détecteurs InSb et HgCdTe pour le moyen infrarouge.

Pour terminer, notons que nous avons exprimé jusqu'ici l'intensité des harmoniques en sortie du système sans tenir compte de l'effet des récepteurs (formules (31)). Pour compléter ces expressions, nous devons également tenir compte du facteur de conversion lié aux détecteurs et à la chaîne de mesure. Ce facteur de conversion peut être différent aux fréquences Ω et 2Ω , nous le noterons K_1 à Ω et K_2 à 2Ω . Dans ces conditions, les harmoniques s'exprimeront :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot K_1 \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot K_2 \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \end{aligned} \quad (34)$$

Dans ces expressions, les facteurs K_1 , K_2 , J_1 et J_2 sont des inconnues. Dans la suite, et pour simplifier les expressions, nous n'écrirons plus les termes K_1 et K_2 et nous représenterons les termes J_1 et J_2 qui sont en réalité égaux à $J_1 \cdot K_1$ et $J_2 \cdot K_2$ par J_1 et J_2 . Cela ne modifie évidemment en rien les mesures. Nous conserverons donc les expressions (31).

e. La mesure

Il est nécessaire d'utiliser deux récepteurs sur le montage : le premier servira à la voie de mesure et le second à la voie de référence. Le récepteur de mesure (ou la fibre connectée au récepteur) est positionné sur un bras motorisé en rotation autour de l'échantillon (voir figure II.4) dans le plan d'incidence du laser (angle θ). On peut ainsi effectuer des mesures de diffusion près du spéculaire ($\theta=0^\circ$), dans le demi plan réfléchi ($0^\circ < \theta < 90^\circ$) et en transmis ($90^\circ < \theta < 180^\circ$). En considérant le petit diamètre de la fibre (1 mm) et en choisissant la distance entre l'échantillon et la fibre (de 20 cm à 90 cm), nous avons accès à des résolutions angulaires jusqu'à $0,07^\circ$. Le déplacement angulaire en θ est motorisé et piloté par le PC.

Le récepteur de référence (une photodiode) permet de mesurer le flux issu du laser à l'aide d'une lame séparatrice prismatique placée sur le faisceau incident : on prélève une partie du flux incident (3%) ce qui permet de vérifier la stabilité de la source et de s'affranchir d'éventuelles dérives en cours de mesure. Ainsi, le signal mesuré est systématiquement corrigé des fluctuations du laser en divisant le signal de la voie de mesure par celui de la voie de référence.

Afin d'augmenter au maximum le rapport signal / bruit (dû aux fluctuations, à la lumière parasite, au bruit électronique, etc.) le faisceau issu du laser est modulé

mécaniquement par un chopper, dans le cas des mesures de diffusion classique. La fréquence de modulation est de 270 Hz environ. Le signal optique reçu par le détecteur est converti en courant puis amplifié et converti en tension (à l'aide d'un préamplificateur) et envoyé à un démodulateur synchrone (plus simplement appelé détection synchrone ou « lock-in »). L'avantage est que l'on ne conserve que le signal utile à la fréquence de modulation tout en supprimant le bruit en dehors de cette fréquence.

f. L'acquisition

L'ensemble du montage est motorisé et relié à un PC. Un programme écrit en « Visual Basic » permet de réaliser les acquisitions. Ainsi, par l'intermédiaire du PC de commande, on commence par choisir la configuration : choix de la source, angle d'incidence et positionnement de l'échantillon, choix du secteur angulaire de mesure en θ ... Le programme permet de positionner les différents moteurs, lance l'acquisition et récupère les données issues du lock-in. Une fois la mesure terminée, l'ensemble des paramètres (angle de mesure, angle d'incidence, longueur d'onde de la source, etc.) et des mesures (signal de mesure, signal de référence) sont stockés dans un fichier.

g. Mesure à vide et répétabilité

Afin de connaître les performances du montage, il est nécessaire de faire une mesure à vide pour déterminer sa détectivité. Pour cela, on mesure la lumière diffusée (en dehors des directions spéculaires) sans échantillon, entre $\theta = 0^\circ$ et 180° . Il ne reste alors que la lumière parasite et les bruits électroniques dus aux différents appareils.

La figure I.9 nous présente une mesure à vide étalonnée et indique une dynamique de sept décades par rapport à un échantillon lambertien. La remontée pour $\theta = 0^\circ$ correspond à la lumière parasite autour des faisceaux spéculaires, due à la présence de poussières. Pour chaque mesure, on donnera la mesure à vide correspondant.

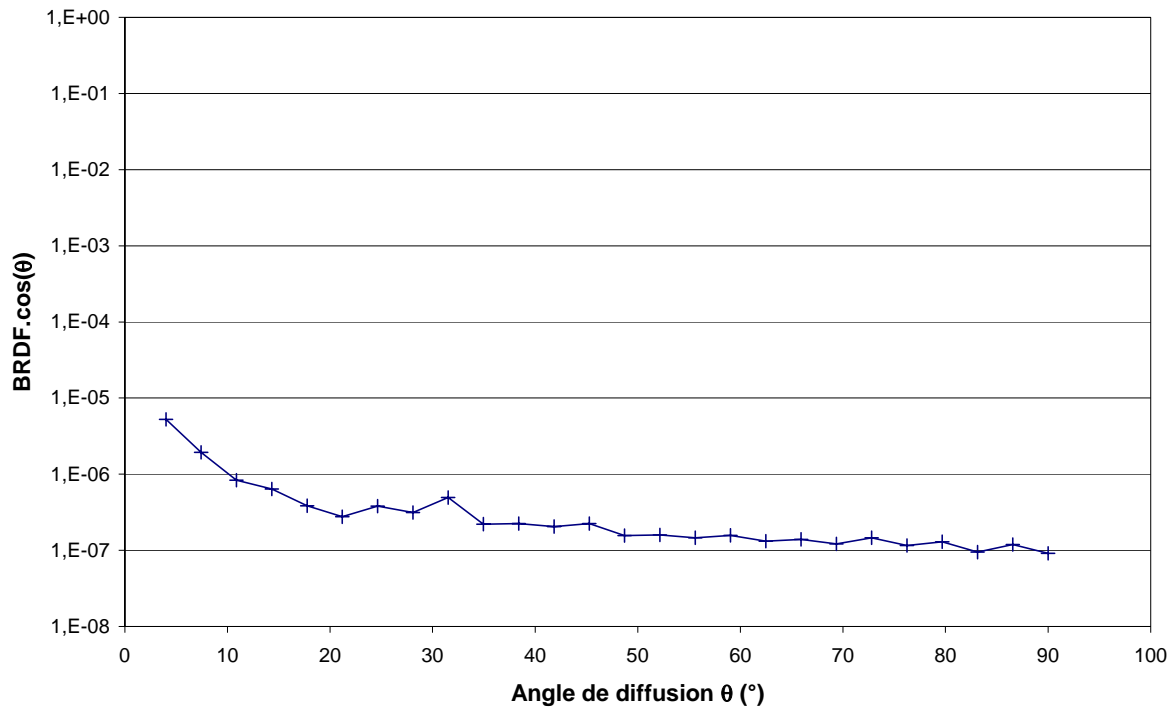


Figure I.9
BRDF de la mesure à vide.

Afin de vérifier la pertinence des mesures, il est également nécessaire de répéter plusieurs fois les mesures, les conditions expérimentales restant les mêmes. Cela est possible car les positions des moteurs sont connues avec une précision angulaire meilleure que le millième de degré. On peut ainsi vérifier la répétabilité des résultats, ce qui est par exemple indispensable pour des mesures de diffusion classique à haute résolution angulaire. La figure I.10 présente une mesure de speckle (ou diffusion à haute résolution angulaire) pour laquelle l'écart relatif entre les 2 mesures est de l'ordre de 3%.

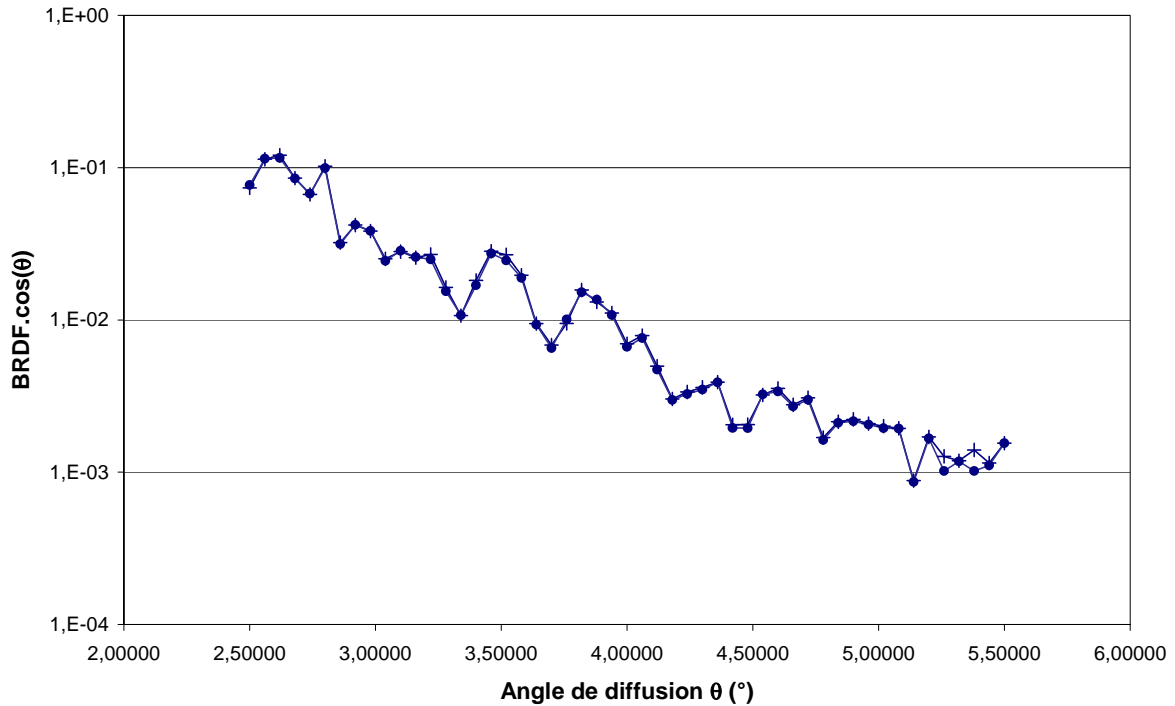


Figure I.10
Répétabilité des mesures de speckle sur un échantillon de type Schott.

7. Présentation de l'ellipsomètre

Comme nous l'avons dit, le montage (figure II.4) est essentiellement le même que le diffusomètre, en ce qui concerne les sources, les détecteurs et l'acquisition. Cependant, il s'agit ici de mesurer non seulement l'amplitude du champ réfléchi ou diffusé mais également sa phase. Nous présentons les différents éléments nécessaires aux mesures d'ellipsométrie.

a. Les polariseurs

Les polariseurs utilisés sont deux polaroïds entre verres antireflet large bande (dans le visible). Ils sont montés sur des platines de rotation motorisées et pilotées par ordinateur, ayant une précision du centième de degré. Le premier polariseur est placé sur le faisceau incident et permet de le polariser linéairement suivant une direction imposée par le montage. Le second polariseur est placé devant le récepteur. Nous l'appellerons "analyseur" car il permet de faire interférer les différentes polarisations (*s* et *p*) du champ réfléchi et/ou diffusé. Il est indispensable de caractériser ces composants et les pertes qu'ils peuvent introduire dans le montage. Pour cela, nous nous plaçons dans la configuration de la figure I.11. Notons que

les directions s et p de polarisation sont toujours celles définies par rapport à un échantillon qui serait placé sur le montage, comme cela a été défini au début du chapitre.

On place sur un banc d'optique le polariseur et l'analyseur et l'on va mesurer l'intensité transmise lorsque l'on fait tourner l'analyseur, l'orientation du polariseur étant fixe. Le résultat est présenté sur la figure I.12.

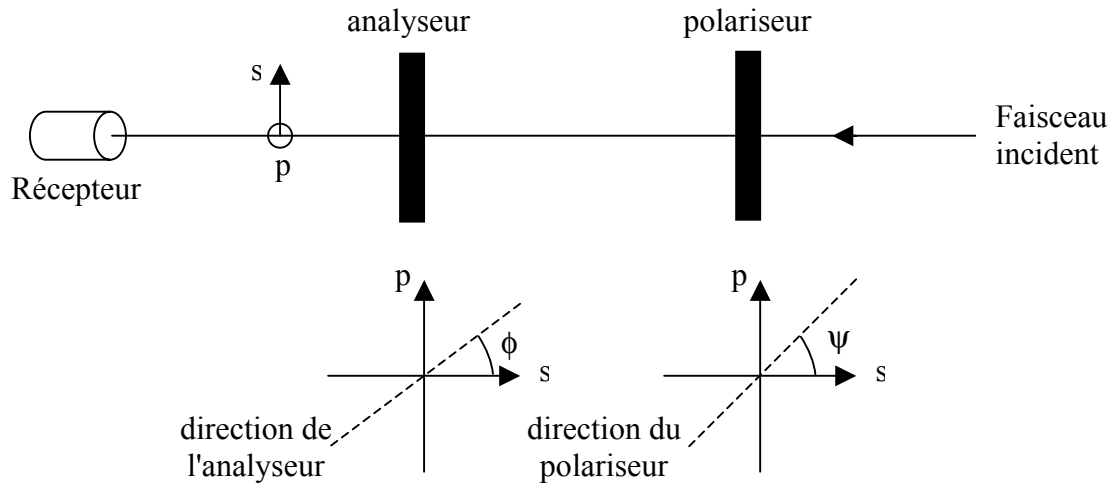


Figure I.11
Configuration du banc pour la mesure du taux d'extinction

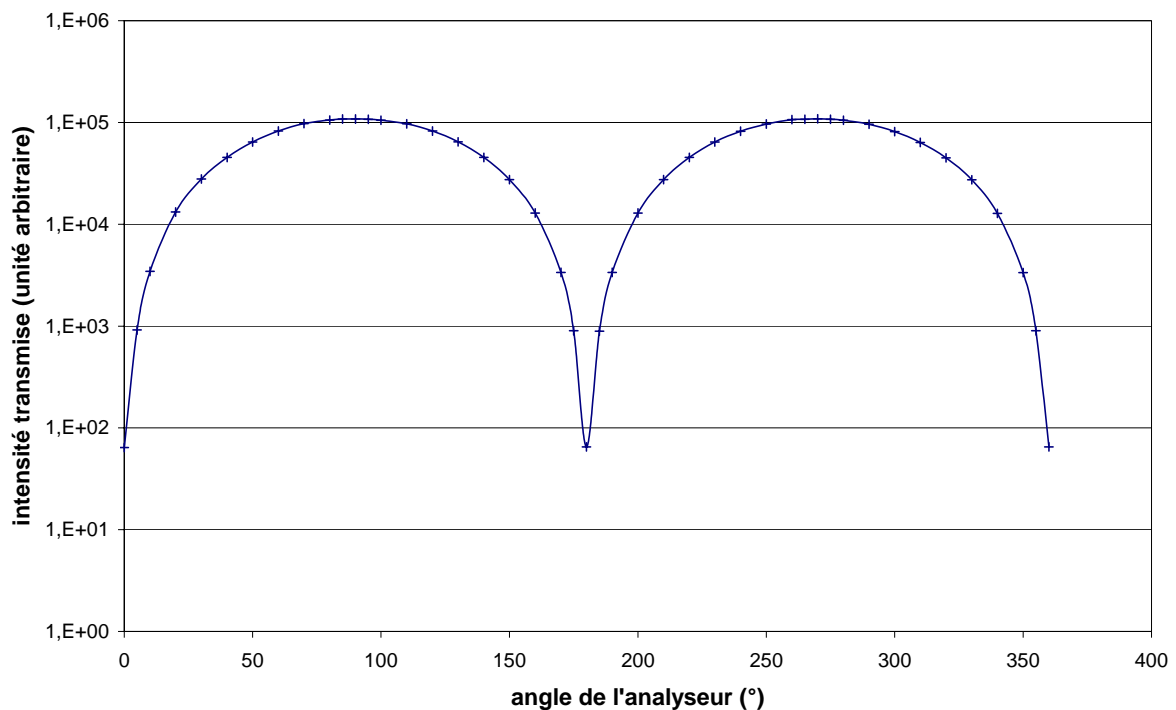


Figure I.12
Mesure du taux d'extinction des polariseurs.

Le *taux d'extinction* est de 6.10^{-4} , ce qui est satisfaisant pour notre étude : cela signifie que si l'on envoie un faisceau polarisé rectilignement suivant la direction du polariseur, 99,94% du flux sera transmis suivant la même polarisation. Nous verrons que ce genre de considération peut entrer en compte dans le calcul des erreurs de mesure dues aux imperfections des composants et aux erreurs d'alignement.

Il est maintenant nécessaire de connaître précisément la direction du polariseur et de l'analyseur, comme nous l'avons vu dans la partie théorique. Pour cela, nous utilisons un verre d'indice connu éclairé sous incidence de Brewster. Nous ne reviendrons pas sur la procédure, bien connue (figure I.13). L'analyseur est en position horizontale lorsque le flux minimum (figure II.14).

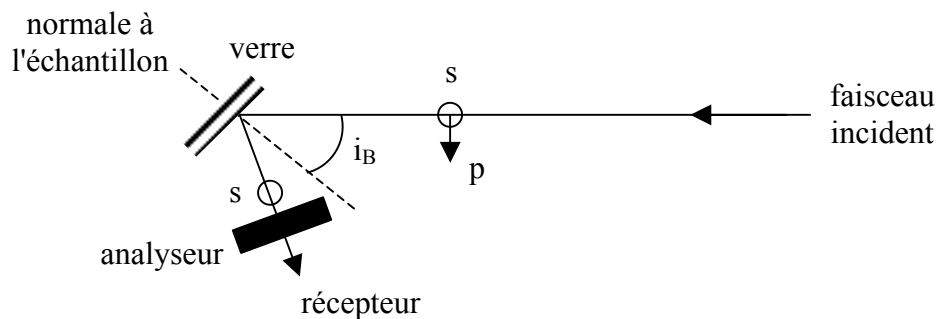


Figure I.13
Mesure à l'incidence de Brewster.

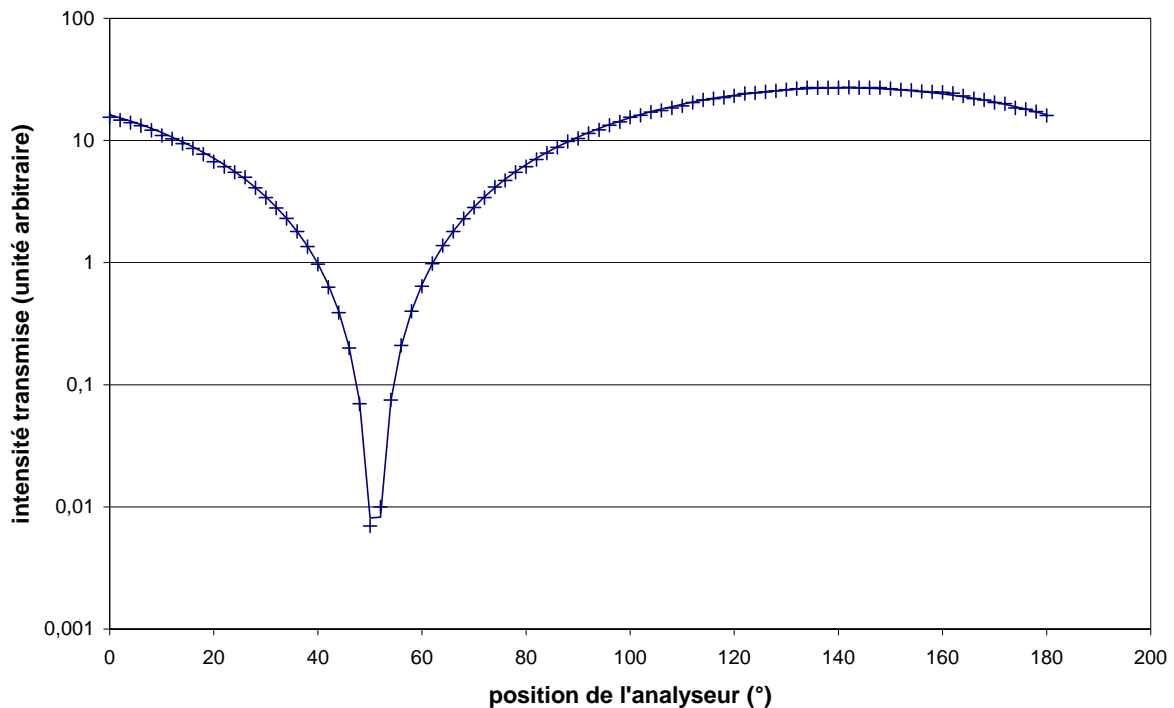


Figure I.14
Mesure du flux transmis lorsque l'analyseur tourne, après réflexion à l'angle de Brewster.

Pour le polariseur, on place l'analyseur en position verticale et on fait tourner le polariseur. Le polariseur est en position horizontale lorsque le flux transmis est nul.

Nous repérons ensuite la direction de l'analyseur par rapport à celle du polariseur.

b. Le modulateur de polarisation

Dans le cas du diffusomètre, il était nécessaire de moduler mécaniquement le faisceau à l'aide d'un chopper mécanique. Il s'agit d'une modulation en intensité. Par contre, la modulation porte donc sur la phase du champ qui traverse le modulateur.

Rappelons encore le principe du modulateur : le faisceau est polarisé rectilignement à l'aide d'un polariseur puis il traverse le modulateur. En entrée, le champ est rectiligne et peut se décomposer sur les 2 directions verticale et horizontale s et p (figure I.15).

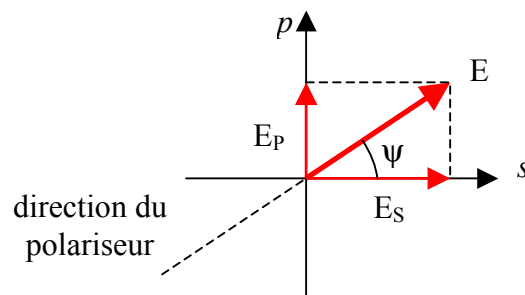


Figure I.15
Représentation du champ E après traversée du polariseur.

Dans ces conditions, les composantes s et p du champ sont en phase pour cette polarisation linéaire. Le modulateur de phase a pour effet de retarder une composante par rapport à l'autre. Le champ en sortie du modulateur est, dans le cas général, elliptique (figure I.16).

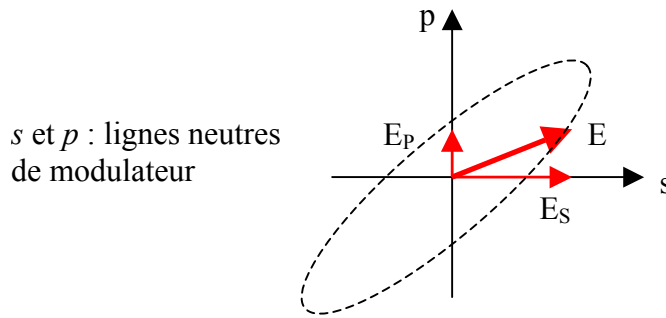


Figure I.16
Représentation du champ E après traversée du modulateur.

Nous travaillons avec un modulateur elasto-optique. Il est composé d'une lame en silice Homosil[®] montée entre deux électrodes (figure I.17). Lorsque l'on applique une tension au barreau, celui-ci fait apparaître une biréfringence suivant deux directions orthogonales. Cette biréfringence est proportionnelle à la tension appliquée. Dans notre cas, il s'agit d'un modulateur *sinusoïdal* car la tension appliquée varie sinusoïdalement dans le temps.

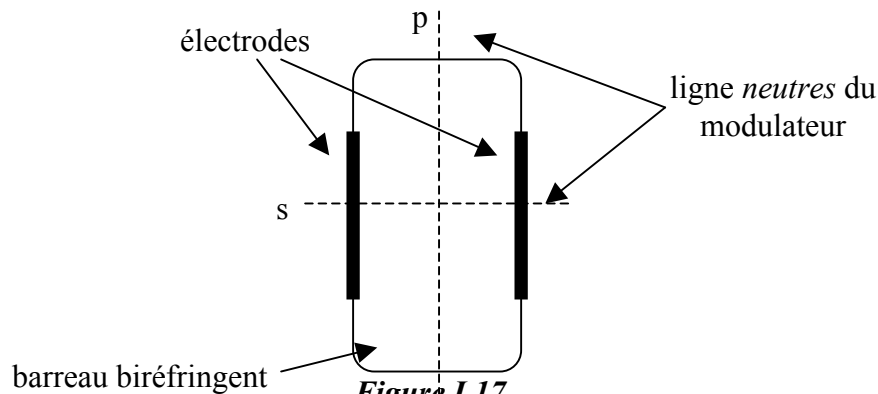


Figure I.17
Le modulateur de polarisation.

La tension appliquée varie selon l'expression $V(t)=V_0.\sin(\Omega.t)$, où V_0 est l'amplitude (ajustable) et Ω est la fréquence de modulation, égale à 50,8 kHz. La biréfringence induite $\Delta n = n_s-n_p$ vaut alors

$$\Delta n(t) = C.\sin(\Omega.t) \tag{35}$$

où C est une constante de conversion.

Enfin, le déphasage résultant s'écrit, en négligeant le déphasage résiduel

$$\alpha_M : \delta_M(t) = \frac{2\pi.\Delta n(t).e}{\lambda} = \Delta_0(G).\sin(\Omega.t),$$

où e est l'épaisseur de la lame, λ est la longueur d'onde du laser et G est le gain réglable du modulateur (via la tension appliquée). Δ_0 représente l'amplitude du déphasage et peut varier de 0° (modulateur éteint) à 90° .

Comme pour les polariseurs, il est nécessaire de connaître la position des *lignes neutres* du modulateur. En effet, nous avons vu que les lignes neutres doivent être confondues avec les directions s et p du montage (directions verticale et horizontale). Pour cela, on se place dans la configuration décrite sur la figure I.18, en recherchant la position $\beta = 0^\circ$.

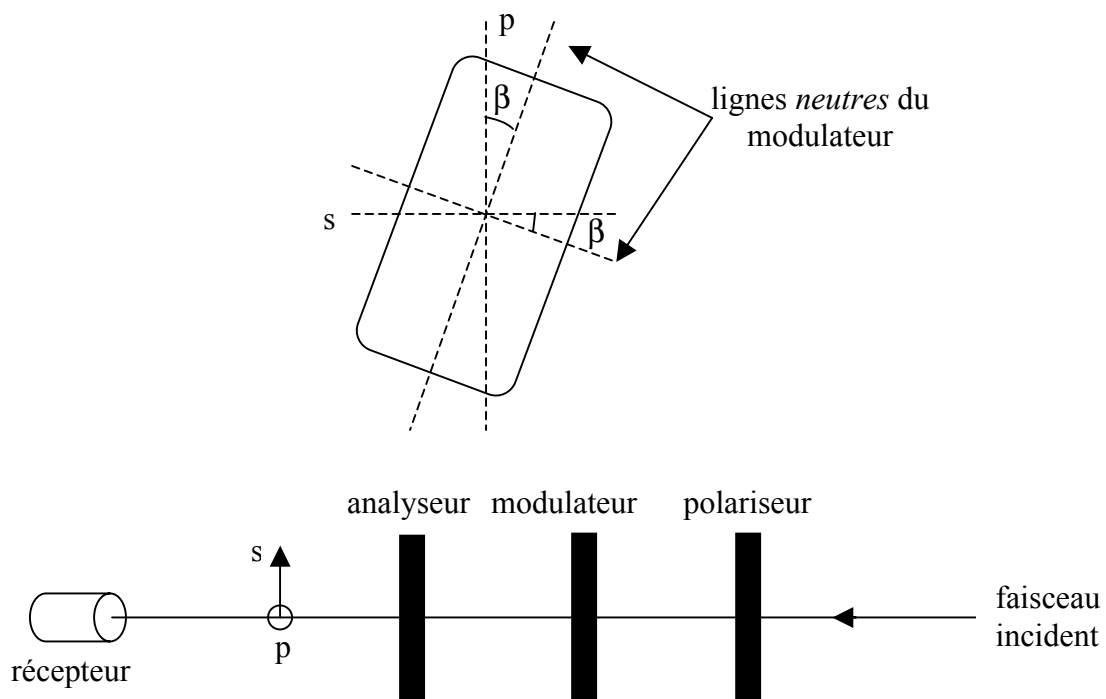


Figure I.18
Configuration du banc pour aligner le modulateur de polarisation.

Le polariseur et l'analyseur sont *croisés* : le polariseur est orienté dans la direction p tandis que l'analyseur est orienté suivant s . En l'absence de modulateur, le flux transmis serait nul. Le modulateur est positionné de façon quelconque et ses *lignes neutres* font un angle β avec les directions s et p . Dans ces conditions, l'intensité transmise est :

$$I = 4.I_0.\sin^2(\beta).\cos^2(\beta).\cos^2(\delta_M/2) \quad (36)$$

L'intensité transmise s'annule à nouveau pour $\beta = 0^\circ$ ou $\beta = 90^\circ$, ce qui correspond à ce que l'on cherche. Nous ne disposons pour l'instant que d'une platine de rotation manuelle pour positionner le modulateur, dont la précision est meilleure que le degré. Nous considérons donc que l'erreur de positionnement est de cet ordre de grandeur. De plus, on montre que cette erreur de position angulaire joue le même rôle, dans les équations, que celui de la *biréfringence résiduelle* α_M , à condition qu'elle soit faible, ce qui est le cas si l'on prend soin de positionner correctement le modulateur. Le terme α_M représentera donc de façon générale toutes les imperfections du modulateur. Il pourra être estimé en cours de mesure.

c. La lame déphasante

Comme nous l'avons vu dans le chapitre théorique, il est nécessaire d'ajouter au montage une lame déphasante après le modulateur. Nous disposons de plusieurs lames dont les caractéristiques sont fournies par le fabricant, en particulier une lame pour la longueur d'onde $\lambda = 632,8$ nm.

Il est nécessaire que les axes de la lame soient confondus avec les directions s et p du montage. Ainsi, le déphasage δ_L de la lame s'ajoute à celui du modulateur et de l'échantillon. Pour positionner cette lame, le principe reste le même que pour le modulateur. On commence par placer le polariseur et l'analyseur en position croisée. Le flux transmis est nul. On intercale la lame déphasante et l'intensité s'annule à nouveau lorsque la condition recherchée est atteinte. Ici encore, le positionnement se fait à l'aide d'une platine de rotation manuelle et la précision est de l'ordre du degré. L'erreur éventuelle de positionnement angulaire de la lame se traduit, dans les équations, de la même manière que l'erreur sur le modulateur. Le terme α_M comprend donc l'ensemble des erreurs de positionnement des lames.

Nous avons vérifié que le déphasage de la lame est de 45° . Pour cela, on intercale la lame entre le polariseur et l'analyseur. Le polariseur est orienté dans la direction $\psi = 45^\circ$ et la lame est en position verticale. L'analyseur tourne. L'expression de l'intensité transmise est :

$$\frac{I(\phi)}{I_0} = \frac{1}{2} (1 + \sin(2\phi) \cdot \cos(\delta_L)) \quad (37)$$

Lorsque l'analyseur tourne entre 0 et 2π , le contraste C de la courbe devient :

$$C = \frac{I(\phi)_{\max} - I(\phi)_{\min}}{I(\phi)_{\max} + I(\phi)_{\min}} = \cos(\delta_L) \quad (38)$$

La figure I.19 permet de vérifier la valeur du déphasage de la lame. la précision étant de l'ordre du degré.

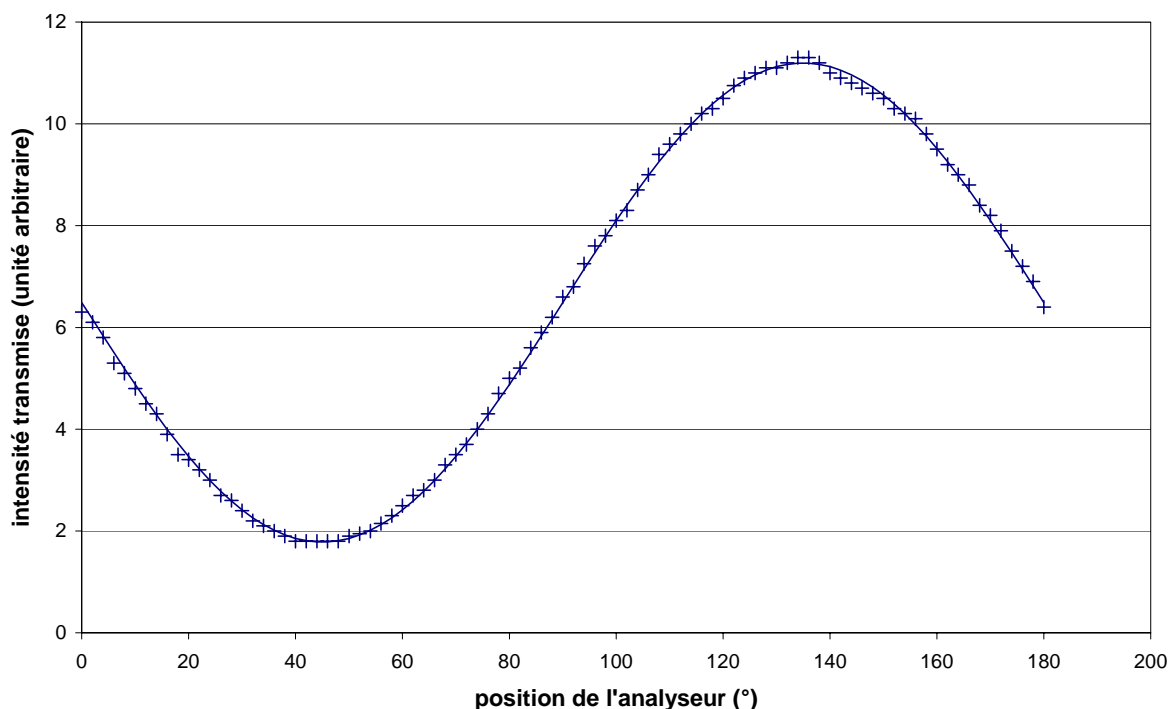


Figure I.19
Mesure du déphasage de la lame. Le contraste nous donne $\delta_L=43,6^\circ$.

d. Les récepteurs

Nous disposons, pour les mesures de diffusion, d'une photodiode et d'un photomultiplicateur. Cependant, la fréquence de modulation étant maintenant de 50 KHz, il a été nécessaire de choisir un système de détection (récepteur et amplificateur) ayant une bande fréquentielle adaptée. Nous utilisons donc d'une photodiode à avalanche et d'un photomultiplicateur large bande (dans le visible), qui permettent de mesurer les flux spéculaires et diffusés. Il faut préciser ici que la bande passante de la chaîne de détection joue un rôle majeur, car nous utiliserons les retards temporels donnés par la détection synchrone à Ω et 2Ω . La chaîne de détection doit avoir un temps de réponse suffisamment rapide afin de ne pas jouer le rôle de filtre passe-bas (ce qui pourrait, par exemple, empêcher la mesure à 2Ω).

e. L'acquisition

Le programme principal de pilotage du diffusomètre a dû être complété par un programme pour les mesures d'ellipsométrie. Le langage utilisé est le « Visual Basic ». Il permet, en plus des moteurs utilisés pour la diffusion, de gérer les positions du polariseur et de l'analyseur. L'acquisition se fait suivant la séquence suivante :

- initialisation des appareils (moteurs, cartes et lock-in),
- recherche d'origine des polariseurs (ψ_s et ϕ_s) et déplacement à 45° ,
- recherche d'origine pour l'angle d'incidence de l'échantillon et déplacement à l'incidence voulue,
- acquisition des données sur la plage angulaire souhaitée (θ),
- stockage des données pour être utilisées sous un tableur.

L'écriture du programme a nécessité l'apprentissage du langage basic, la maîtrise du code utilisé pour les mesures de diffusion ainsi que la connaissance des moyens de communication et de gestions des appareils (adressage, moteurs, « lock-in », etc.).

8. Corrections de signes : définition du sens de rotation des moteurs

La mesure sans précaution, sans recalage de la détection synchrone, des coefficients utiles a révélé une différence de signe entre les coefficients mesurés sur le faisceau transmis sans échantillon, et ceux mesurés sur le faisceau réfléchi. Cet effet est lié au sens de rotation des moteurs sur lesquels sont fixés le polariseur et l'analyseur.

En effet, considérons les divers dièdres utilisés pour décrire les directions des champs incident (x' , y'), réfléchi (x'' , y''), et transmis (x''' , y'''), comme rappelé sur la figure I.20 suivante. Nous représentons en figure I.21 les pièces de fixation des polariseurs sur les moteurs, et le sens positif de rotation de chacun de ces moteurs.

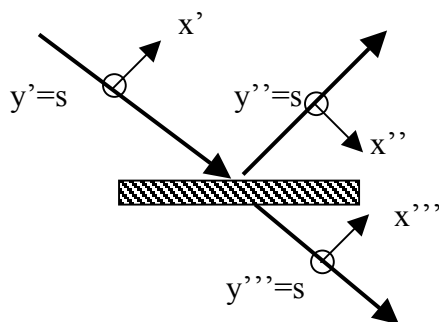


Figure I.20
Choix des dièdres de référence avant et après réflexion / transmission par un dioptre.

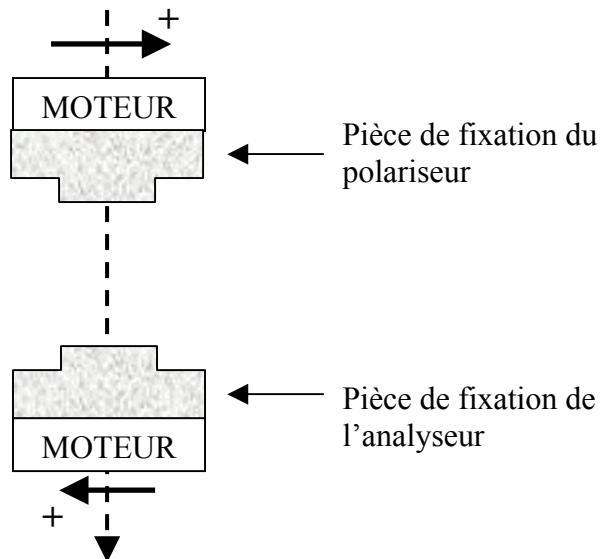


Figure I.21

Système de fixation des polariseurs sur les moteurs. Les signes + indiquent les sens de rotation des moteurs.

Avec ce choix d'axes et en considérant le sens de rotation des moteurs, nous pouvons remarquer que le réglage de l'analyseur introduit le changement de signe évoqué. En effet, les angles du polariseur et de l'analyseur sont repérés par rapport à l'axe $s = y' = y'' = y'''$. Nous avons vu dans les paragraphes précédents que l'analyseur devait être réglé à 45° pour obtenir une configuration optimale pour la mesure.

Dans le cas de la mesure du faisceau réfléchi, le réglage de l'analyseur à 45° amène à déplacer son axe de 45° de y'' vers x'' , avec une configuration correspondant aux opérations de projection effectuées précédemment et conduisant à l'expression de l'intensité en sortie du système.

Dans le cas de la mesure du faisceau transmis, le réglage de l'analyseur à 45° , compte tenu du sens positif de rotation du moteur, amène à déplacer son axe de y''' vers $(-x')$. Par conséquent les opérations de projection effectuées doivent tenir compte de ce changement de signe, ou bien il faudrait choisir un angle de (-45°) lors de la mesure du transmis.

Nous avons choisi de conserver une position fixe de 45° pour l'analyseur, et de rectifier le signe en conséquence lorsque la mesure concernera des faisceaux transmis. Le déphasage polarimétrique sera donc bien nul sur le faisceau transmis direct en l'absence d'échantillon.

Ce biais introduit par le montage conduit à utiliser des expressions de signes différents selon que la mesure est effectuée dans le demi-espace réfléchi ou dans le demi-espace transmis.

Lorsque l'on **mesure le faisceau réfléchi** (l'angle de l'analyseur correspond à + 45°), on écrit :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= -\sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \end{aligned} \quad (39)$$

Lorsque l'on **mesure le faisceau transmis** (l'angle de l'analyseur correspond à - 45°), on écrit :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= \sqrt{T_s \cdot T_p} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ I_{2\Omega} &= -\sqrt{T_s \cdot T_p} \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \end{aligned} \quad (40)$$

III. Conclusion

A ce stade, nous connaissons d'une part :

- *Les systèmes d'équation qui permettent d'exploiter sans ambiguïté les résultats de mesure.* Précisons d'emblée que ces équations ne tiennent pas compte des effets de dépolarisation, puisqu'elles sont relatives à des surfaces planes. Cet effet sera considéré pour l'étude de la diffusion. Par ailleurs, ces équations nous ont permis de configurer l'instrument de façon optimale, à la fois pour l'extraction du déphasage polarimétrique et pour un rapport signal sur bruit maximal.
- *Les performances des différents éléments constituant le banc.* On rappellera le changement de signe à prendre en compte pour comparer les mesures en réflexion et en transmission, lié au sens de rotation des moteurs. De même, on a montré que les erreurs de positionnement étaient globalement décrites par la valeur α_M de la biréfringence résiduelle du modulateur. Enfin, une attention particulière doit être portée à la bande passante des détecteurs.

CHAPITRE II

VALIDATION DU DISPOSITIF DE MESURE

ETALONNAGE, 1^{ères} MESURES ET COUCHES DE TRANSITION

Cette partie est dédiée aux premières mesures réalisées avec notre dispositif dans les directions spéculaires données par les lois de Snell / Descartes. On s'intéresse ainsi aux variations $\delta(i)$ du déphasage polarimétrique en fonction de l'incidence i d'éclairement, ce qui permet de valider l'ensemble des procédures expérimentales. Une attention particulière est tout d'abord accordée à la procédure d'étalonnage et aux sources d'erreur.

Les variations du déphasage polarimétrique permettent de mettre en évidence la présence de couches de passage sur les composants, sur lesquelles nous nous attardons. En effet, la détermination précise de l'indice et l'épaisseur de ces couches de transition joue un rôle clé quant aux performances des composants, en particulier pour les processus d'absorption et d'endommagement laser.

I. ETALONNAGE

Dans le chapitre précédent, nous avons établi les équations du montage. Pour extraire la valeur du déphasage polarimétrique à partir des mesures des harmoniques Ω et 2Ω du signal, il faut toutefois connaître les valeurs de $J_1(\Delta_0(G))$ et de $J_2(\Delta_0(G))$. Ces valeurs sont réglables par l'intermédiaire d'un potentiomètre qui permet d'ajuster le gain G . Nous rappelons les équations que nous utiliserons pour exploiter les mesures, dans le cas de la réflexion :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \delta_L + \alpha_M) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M) \end{aligned} \quad (1)$$

Pour réaliser l'étalonnage du banc, deux solutions se présentent. La première consiste à régler le gain G de sorte que les valeurs de $J_1(\Delta_0(G))$ et de $J_2(\Delta_0(G))$ soient connues. Cela implique alors que $\Delta_0(G)$ reste stable durant les mesures. La deuxième solution consiste à évaluer la valeur de $\frac{J_1(\Delta_0(G))}{J_2(\Delta_0(G))}$ pour pouvoir en déduire la valeur du déphasage polarimétrique. Nous exposons ici ces deux solutions. Rappelons que J_1 et J_2 comprennent les facteurs de conversions liés à la chaîne de mesure.

1. Réglage de $J_1(\Delta_0(G))$ et $J_2(\Delta_0(G))$:

Dans une première étape, un réglage du gain G de sorte que $J_1(\Delta_0(G)) = J_2(\Delta_0(G))$ permettrait d'accéder par la mesure à la valeur de $\tan(\delta + \alpha_M + \delta_L) = -\frac{I_{\Omega}}{I_{2\Omega}}$ d'après les équations (1). Ce réglage peut s'opérer en l'absence d'échantillon avec ou sans lame déphasante (figure II.1), en mesurant uniquement le faisceau transmis. En effet, en l'absence d'échantillon et de lame déphasante, un raisonnement analogue à celui mené dans les paragraphes précédents permet d'obtenir les expressions en sortie du système :

$$\begin{aligned}
 I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G)) \sin(\alpha_M) \\
 I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G)) \cos(\alpha_M)
 \end{aligned}
 \tag{2}$$

Toutefois, le déphasage résiduel α_M étant faible, l'intensité I_{Ω} est quasiment nulle. En introduisant la lame déphasante de déphasage δ_L et de transmission T_L , nous obtenons en sortie du système :

$$\begin{aligned}
 I_{\Omega} &= T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta_L + \alpha_M) \\
 I_{2\Omega} &= -T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta_L + \alpha_M)
 \end{aligned}
 \tag{3}$$

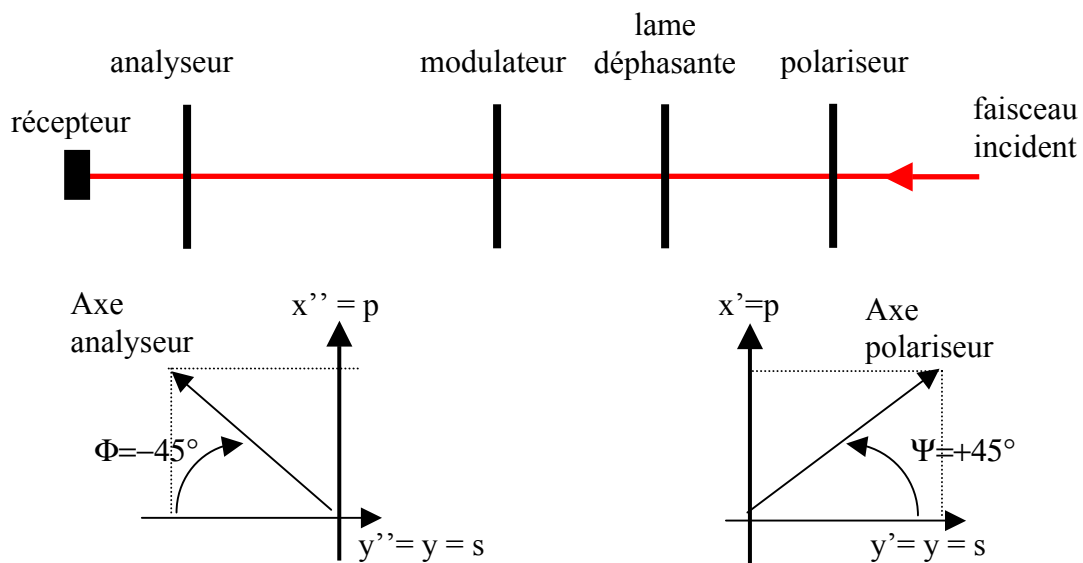


Figure II.1

Schéma du montage pour la mesure d'étalonnage, avec ou sans lame déphasante.

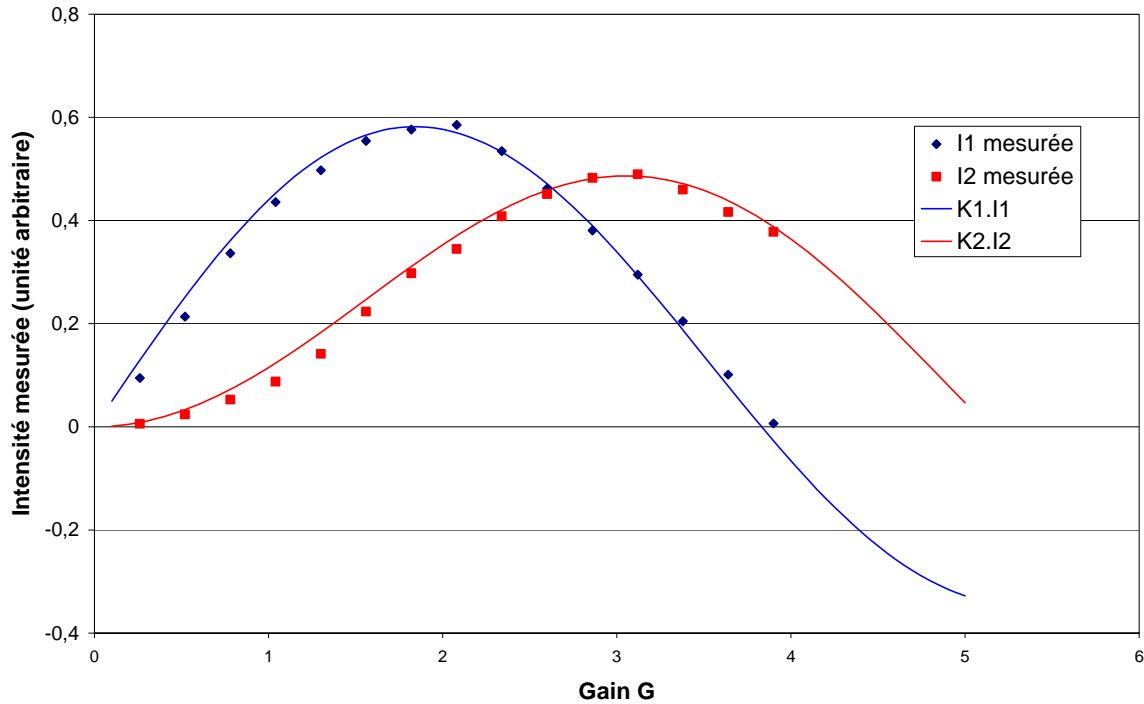


Figure II.2

Comparaison des mesures de $I_{2\Omega}$ (notée I2) et I_{Ω} (notée I1) et de courbes théoriques $K_1.J_1(a.G)$ et $K_2.J_2(a.G)$, où K_1 , K_2 , et a sont des constantes ajustées pour s'adapter au mieux à la mesure.

Dans cette configuration, les signaux I_{Ω} et $I_{2\Omega}$ (figure II.2) sont de même ordre de grandeur. Des coefficients multiplicatifs permettent de tenir compte du déphasage introduit par la lame ainsi que des facteurs de transmission. Il est alors possible de déterminer la valeur de G telle que $K_1.J_1(\Delta_0(G)) = K_2.J_2(\Delta_0(G))$, grâce à une mesure en fonction du gain. D'après la figure II.2, nous voyons que cette valeur est unique, voisine de $G = 2,62$.

Toutefois, de nombreuses mesures, répétées à plusieurs jours d'intervalle, ont montré que le déphasage $\Delta_0(G)$ dérivait au cours du temps, ce qui nécessiterait un contrôle et un ajustement continu de la valeur de G pour maintenir l'égalité $J_1(\Delta_0(G)) = J_2(\Delta_0(G))$. Ces fluctuations peuvent être d'ordre thermique ou électronique.

Par ailleurs, le principe de cette méthode ne nous apparaît pas satisfaisant car la procédure est lourde et demande d'ajuster le gain G du modulateur pour chaque mesure, afin de tenir compte des dérives éventuelles. De plus, cette procédure permet d'extraire uniquement le terme $\tan(\delta + \delta_L + \alpha_M)$ alors que l'on cherche à extraire le déphasage polarimétrique δ seul.

2. Etalonnage par extraction de tous les paramètres

D'après les résultats évoqués dans le paragraphe précédent, il semble difficile de régler le gain du modulateur de sorte que $J_1(\Delta_0(G))=J_2(\Delta_0(G))$ pour des séries de mesures dépassant quelques heures. La procédure de réglage évoquée en ci-dessus ne semble pas pratique à mettre en œuvre au début de chaque mesure. Nous avons donc cherché à mettre en évidence une méthode rapide d'évaluation du rapport $J = \frac{J_1(\Delta_0(G))}{J_2(\Delta_0(G))}$ permettant de corriger les mesures lors d'une fluctuation du modulateur.

a. Montage sans échantillon

Nous pouvons écrire en sortie du système, en absence de lame déphasante :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G))T_L \cdot \sin(\alpha_M) = A \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G))T_L \cdot \cos(\alpha_M) = B \end{aligned} \quad (4)$$

Si l'on introduit sur le faisceau la lame déphasante caractérisée par son coefficient de transmission T_L et son déphasage polarimétrique δ_L , nous obtenons en sortie du système :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G))T_L \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) = C \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G))T_L \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) = D \end{aligned} \quad (5)$$

Dans ces conditions, les équations (4) et (5) conduisent à un système de 4 équations à 4 inconnues : J_1 , J_2 , α_M et δ_L . On déduit :

$$J^2 = \frac{C^2 - T_L^2 \cdot A^2}{T_L^2 \cdot B^2 - D^2} \text{ avec } J = \frac{J_1}{J_2} \quad (6)$$

$$\tan \alpha_M = -\frac{1}{J} \cdot \frac{A}{B} \quad (7)$$

$$\begin{aligned}\cos(\delta_L) &= \frac{A.B.T_L^2 + C.D}{T_L.[A.D + B.C]} \\ \sin(\delta_L) &= J \frac{D^2 - B^2.T_L^2}{T_L.[A.D + B.C]}\end{aligned}\quad (8)$$

On peut donc déduire des mesures A, B, C et D les valeurs de J, α_M et δ_L . On peut rappeler que la valeur de A peut être entachée de bruit.

b. Mesure du déphasage polarimétrique d'un échantillon :

Conservons la lame déphasante calibrée sur le montage. Nous pouvons alors reproduire les mesures en l'absence d'échantillon (équations (5)), puis exprimer l'intensité en sortie du système après réflexion sur un échantillon, à partir des équations (1), toujours en conservant la lame déphasante.

On obtient alors les 4 équations suivantes :

$$\begin{aligned}I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G))T_L.\sin(\alpha_M + \delta_L) = C \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G))T_L.\cos(\alpha_M + \delta_L) = D \\ I_{\Omega} &= -\sqrt{R_S R_P} T_L . J_1(\Delta_0(G))\sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) = E \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S R_P} T_L . J_2(\Delta_0(G))\cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) = F\end{aligned}\quad (9)$$

Dans ce cas, le rapport signal à bruit est correct, même pour de faibles valeurs de δ et α_M . On notera que le signe devant les expressions E et F est inversé par rapport aux expressions C et D, conformément aux remarques du chapitre I. En effet, les mesures en transmissions A, B, C et D correspondent à une position de l'analyseur $\phi = -45^\circ$ alors que les mesures en réflexion E et F correspondent à une position de l'analyseur $\phi = +45^\circ$.

Les expressions (6), (7) et (8) nous ont conduits à déterminer J, α_M et δ_L . Le système (9) se résout alors de manière simple et l'on obtient les relations suivantes :

$$\cos(\delta) = \frac{CDR^2 + EF}{R.[CF + DE]} \quad (10)$$

$$\sin(\delta) = J \frac{F^2 - D^2 R^2}{R.[CF + DE]} \quad (11)$$

et

$$R^2 = \frac{E^2 + J^2 F^2}{J^2 D^2 + C^2} \quad (12)$$

En notant pour simplifier $R = \sqrt{R_S \cdot R_P}$, et $J = \frac{J_1(\Delta_0(G))}{J_2(\Delta_0(G))}$

Notons que cette résolution fait appel à la valeur de J donnée par le système précédent (4) et (5) en l'absence d'échantillon. Cette valeur n'est pas affectée par les faibles valeurs de α_M (donc de A). Elle sera ainsi déterminée avant chaque mesure. Elle permet de détecter une dérive éventuelle de l'amplitude de la modulation mais sa valeur est alors supposée fixe pendant la mesure, dont la durée est de l'ordre de 20 à 30 minutes. Durant ce cours laps de temps, cette hypothèse est tout à fait justifiée.

c. Prise en compte de la procédure de mesure de la détection synchrone

A ce stade se pose le problème de la mesure du signe des valeurs C, D, E et F. En effet, les mesures sont réalisées grâce à une détection synchrone. Avant chaque série de mesure, celle-ci doit réaliser un recalage temporel du signal mesuré sur le signal de référence, et affiche alors une phase mesurée nulle. Il est alors impossible de distinguer un signal positif d'un signal négatif, dès que l'on a réalisé le recalage. Par la suite cet instrument de mesure pourra détecter des changements de signe des signaux, tant que l'on ne fait pas de recalage. On pourra donc au cours des mesures détecter des changements de signe en enregistrant la phase du signal, mais on ne pourra pas accéder à une phase absolue. Nous devons tenir compte de ces considérations afin d'interpréter correctement les signaux mesurés.

Chaque harmonique mesurée est ainsi affectée d'une phase indiquée par la détection synchrone. Cette phase traduit le signe de l'harmonique considérée, par comparaison avec le signal de référence de la détection synchrone. Par soucis de simplicité, nous ne développerons pas davantage ce point, qui nécessite une explication sur le fonctionnement de la détection synchrone. Nous pouvons réécrire les signaux mesurés de la façon suivante :

$$C = \pm C_{\text{mes}} = C_{\text{mes}} \exp(j\phi_C) \text{ où } \phi_C = 0 \text{ ou } \pi \text{ (valeurs arrondies)}$$

$$D = \pm D_{\text{mes}} = D_{\text{mes}} \exp(j\phi_D) \text{ où } \phi_D = 0 \text{ ou } \pi$$

$$E = \pm E_{\text{mes}} = E_{\text{mes}} \exp(j\phi_E) \text{ où } \phi_E = 0 \text{ ou } \pi$$

$$F = \pm F_{\text{mes}} = F_{\text{mes}} \exp(j\phi_F) \text{ où } \phi_F = 0 \text{ ou } \pi$$

Où C_{mes} , D_{mes} , E_{mes} et F_{mes} sont des valeurs positives.

Les expressions (10) et (11) deviennent alors :

$$\cos(\delta) = \frac{C_{mes} \cdot D_{mes} \cdot \cos(\phi_C - \phi_D) \cdot R^2 + E_{mes} \cdot F_{mes} \cdot \cos(\phi_E - \phi_F)}{R \cdot [C_{mes} \cdot F_{mes} \cdot \cos(\phi_C - \phi_F) + D_{mes} \cdot E_{mes} \cdot \cos(\phi_D - \phi_E)]} \quad (13)$$

$$\sin(\delta) = J \frac{F_{mes}^2 - D_{mes}^2 R^2}{R \cdot [C_{mes} \cdot F_{mes} \cdot \cos(\phi_C - \phi_F) + D_{mes} \cdot E_{mes} \cdot \cos(\phi_D - \phi_E)]} \quad (14)$$

L'expression (12) reste inchangée.

3. Exemple de résultat

En figure II.3 nous présentons une mesure réalisée sur un échantillon de verre poli de type RG1000 Schott. Nous avons enregistré l'ensemble de la réponse du composant en fonction de l'incidence d'éclairement i , de 5° à 75° . Les deux harmoniques sont données en figure II.3, et présentent des niveaux similaires en raison de la présence de la lame déphasante. Les niveaux de bruit de chaque harmonique sont représentés par les courbes en pointillés. Soulignons que dans ce manuscrit, toutes les courbes donnant les harmoniques sont brutes : elles correspondent aux tensions lues sur la détection synchrone. *En conséquence, elles ne sont donc pas étalonnées.*

Le déphasage polarimétrique $\delta(i)$ est donné en figure II.4 et indique des résultats très satisfaisants. Ces résultats seront discutés plus avant.

Enfin, la valeur de $R^2(i) = R_S \cdot R_P$ est donnée en figure II.5.

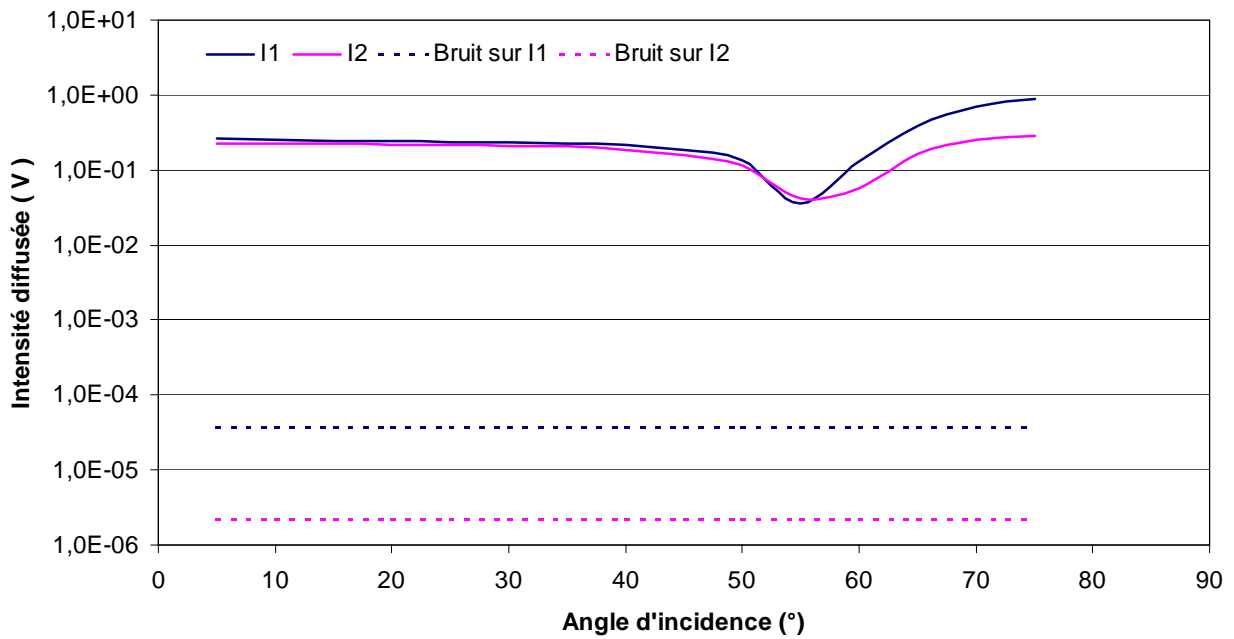


Figure II.3

Modules mesurés des harmoniques Ω (courbe I1) et 2Ω (courbe I2) pour un échantillon de type Schott RG1000, en présence de la lame déphasante. Unités : V. La valeur de $J=0,82$.

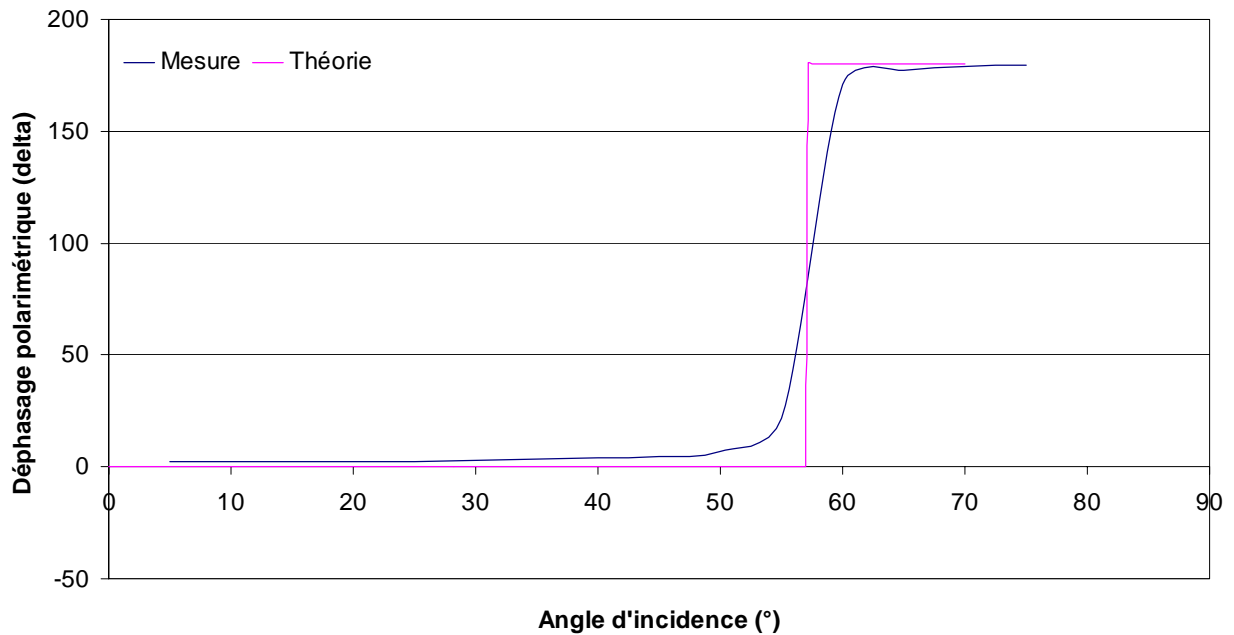


Figure II.4

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes et des équations (13) et (14). La courbe théorique est également représentée.

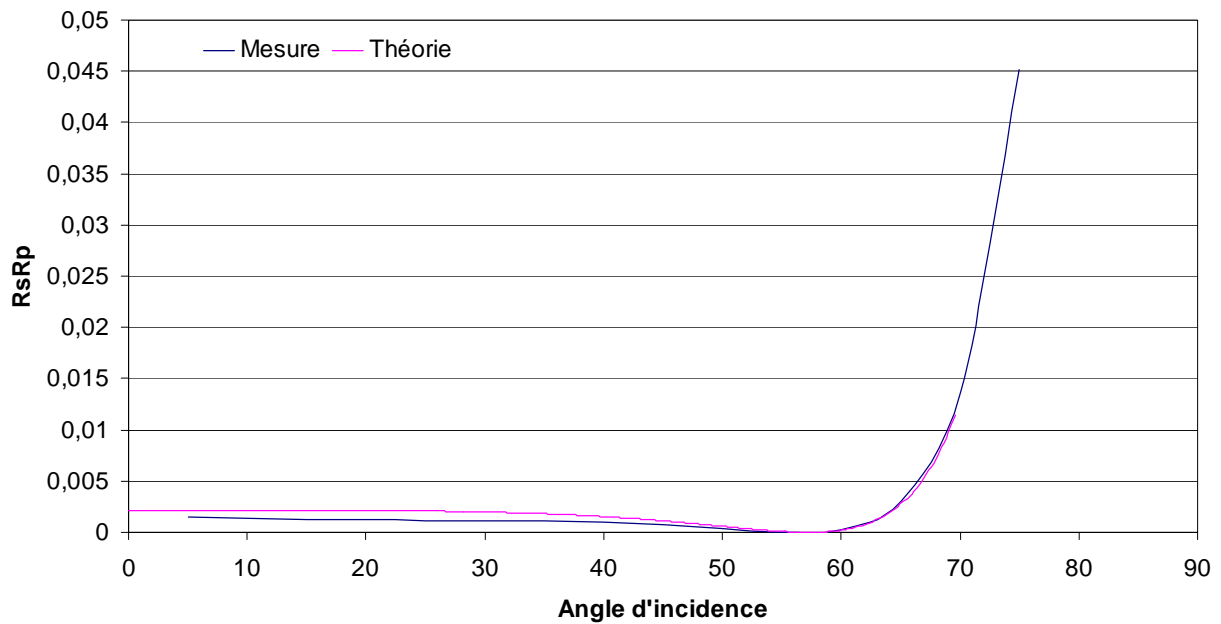


Figure II.5

Facteur de réflexion $R^2 = R_s R_p$ déduit des mesures présentées en figure II.5 et de la formule (51). La courbe théorique est représentée également.

II. AUTRES MESURES SPECULAIRES

1. Mesure sur un échantillon de type Schott

Ces substrats sont des verres dopés induisant une faible partie imaginaire qui les rend opaques dans le domaine visible, pour des épaisseurs au moins millimétriques. L'indice réel à la longueur d'onde de 633 nm est de 1.548, ce qui correspond à un facteur de réflexion de 4.6% sous incidence normale.

Les harmoniques mesurées sont présentées en figure II.6, avec les niveaux de bruit correspondants. On constate qu'il n'y a pas de difficulté quant au rapport signal sur bruit, mais que la courbe est légèrement sous échantillonnée au voisinage de Brewster dans ce premier cas. La mesure du déphasage polarimétrique qui en découle est donnée en figure II.7. Bien évidemment, on constate un écart par rapport à la courbe théorique censée être de type « escalier », puisqu'elle traduit le changement de signe, pour la polarisation TM, du coefficient de réflexion en amplitude au voisinage de l'angle de Brewster donné par $i = \text{Atan}(1.548) = 57.1^\circ$. Nous verrons que cet écart est lié à la présence d'une couche de transition aux interfaces. La précision de la mesure du déphasage polarimétrique est de l'ordre

du degré, ce qui est tout à fait satisfaisant, par exemple si l'on souhaite détecter le saut de phase. Nous reviendrons plus avant sur les calculs d'incertitude du montage.

Le facteur de réflexion en intensité, caractérisé par $R = \sqrt{R_s \cdot R_p}$, est mesuré en figure II.8. L'accord théorie/expérience n'est pas parfait, et doit être attribué à la conception de l'instrument, censé fonctionner en flux diffus. En effet, lorsque l'angle d'incidence varie, le détecteur monté sur le bras en rotation doit suivre le faisceau réfléchi avec une précision extrême, pour éviter tout décentrage. Malgré la présence de diffuseurs (opalins) devant le détecteur, la sensibilité à cet effet est grande et doit s'éliminer via un centrage irréprochable de tout le système (4 axes). Dans la configuration actuelle, ce problème de suivi se traduit, pour les équations, par un coefficient multiplicatif devant les termes E et F, dû à une réponse non uniforme sur le récepteur, dont il est impossible de s'affranchir. En figure II.9, par exemple, on montre l'écart entre 2 mesures effectuées pour le même échantillon, lorsque le récepteur est décalé angulairement de $0,4^\circ$. Cependant, on peut préciser ici que nos efforts portent pour ce travail sur l'intérêt d'une mesure de déphasage polarimétrique, de sorte que les données relatives au coefficient de réflexion $R = \sqrt{R_s \cdot R_p}$ ne seront pas utilisées. En conséquence, nous n'avons pas cherché à corriger plus avant cet effet de centrage.

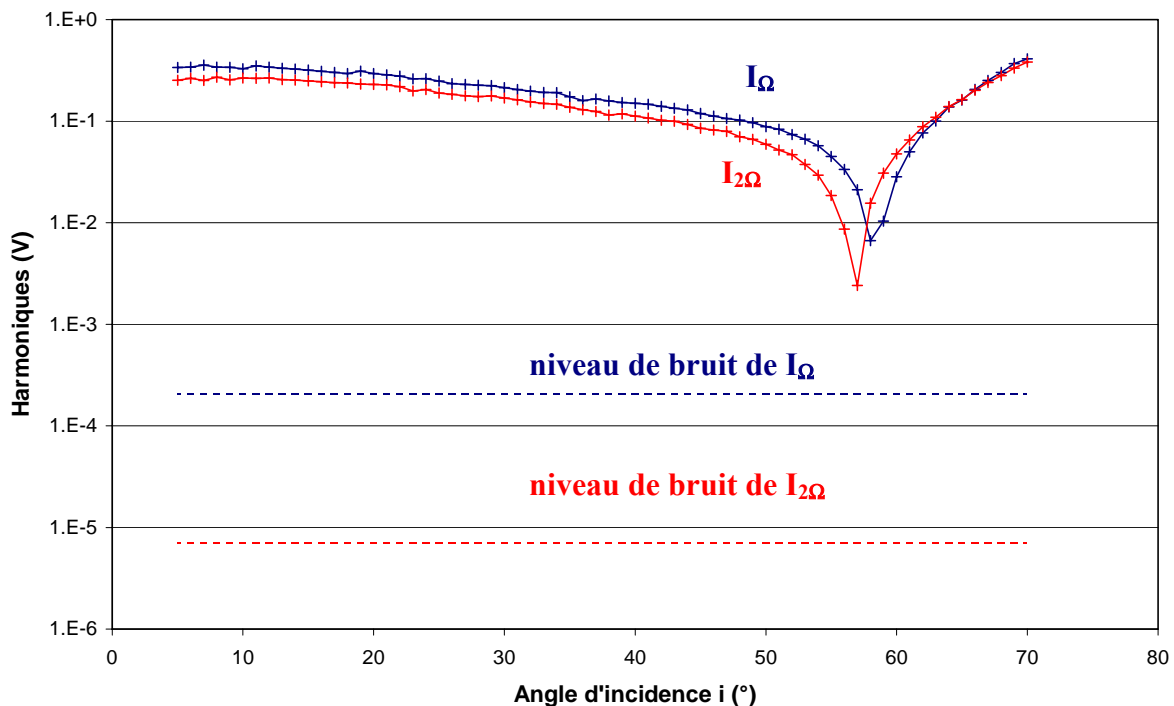


Figure II.6

Modules mesurés des harmoniques Ω (courbe bleue) et 2Ω (courbe rouge) pour un échantillon de type Schott RG1000, d'indice $n=1.548$, en présence de la lame déphasante. La valeur mesurée de J est $0,95$. L'unité est arbitraire (volts).

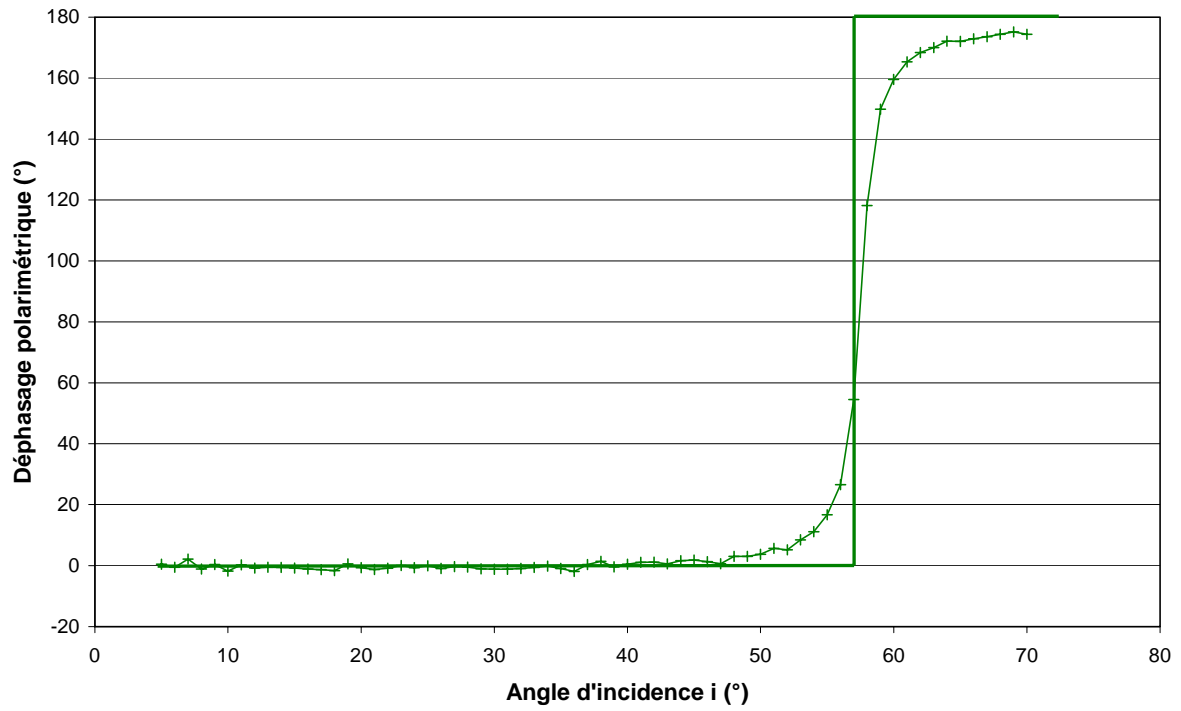


Figure II.7

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes et des formules (13) et (14). La courbe théorique est représentée en trait plein.

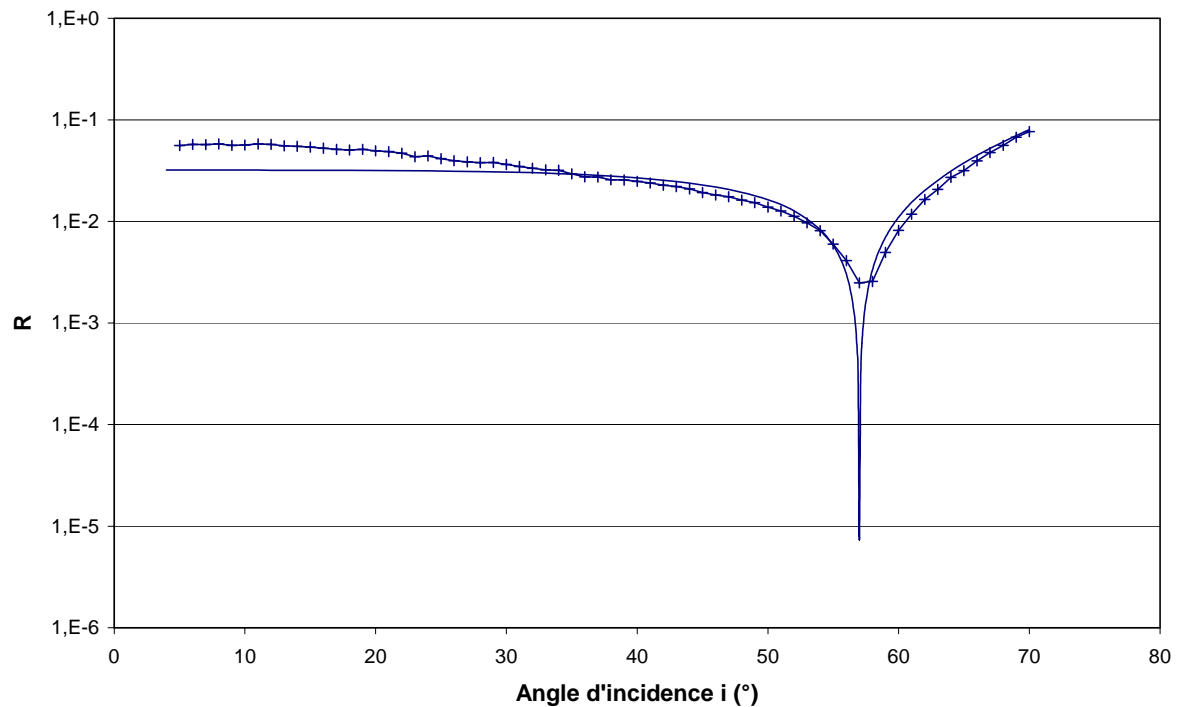


Figure II.8

Facteur de réflexion $R = \sqrt{R_s \cdot R_p}$ déduit des mesures présentées en figure II.6 et de la formule (12). La courbe théorique est également représentée en trait plein.

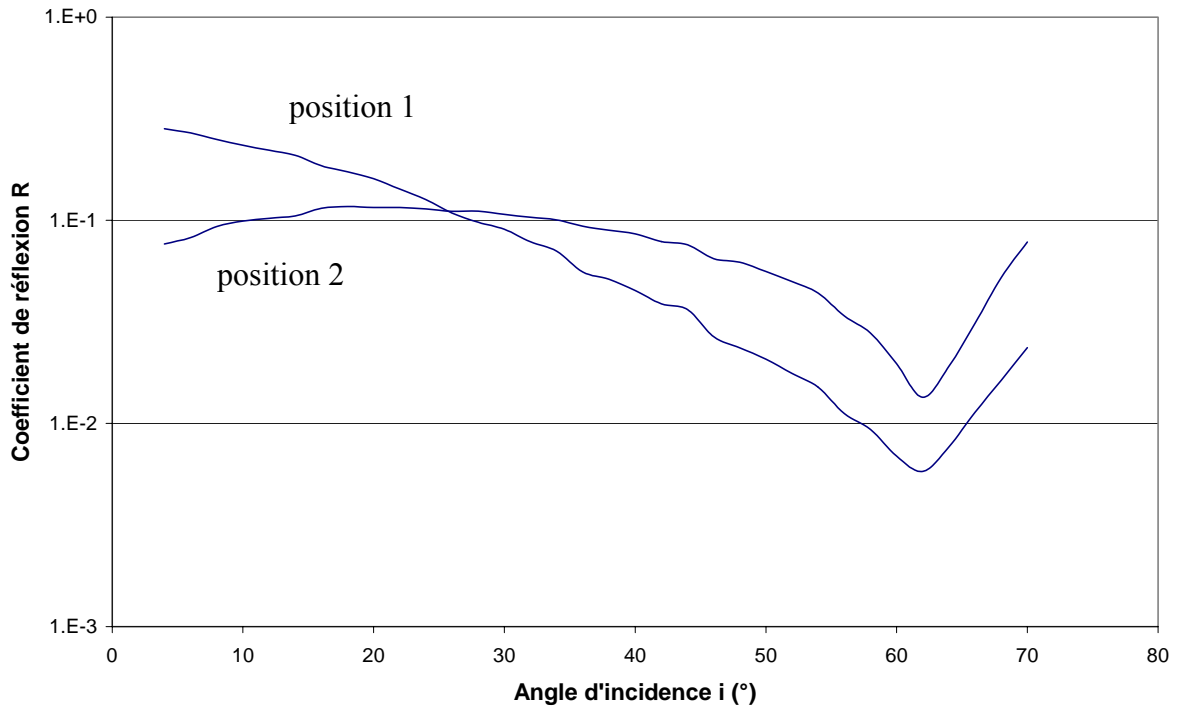


Figure II.9

Facteur de réflexion R pour un prisme de YAG, lorsque l'on modifie la position angulaire du récepteur de 0,4°. L'influence sur la détermination du coefficient de réflexion est critique.

2. Cas d'une couche mince métallique

Les mêmes mesures ont été réalisées sur un substrat de verre recouvert par une fine couche mince opaque d'Aluminium, réalisée par évaporation/condensation sous vide. L'indice complexe pris dans la littérature [39] est de $n = 1.39 + 7.67j$ à la longueur d'onde de 633 nm.

Les harmoniques sont présentées en figure II.10, ainsi que la courbe de déphasage en figure II.11. L'écart théorie/expérience est très satisfaisant, car l'on sait que l'indice en couches minces des métaux varie considérablement selon les procédés utilisés.

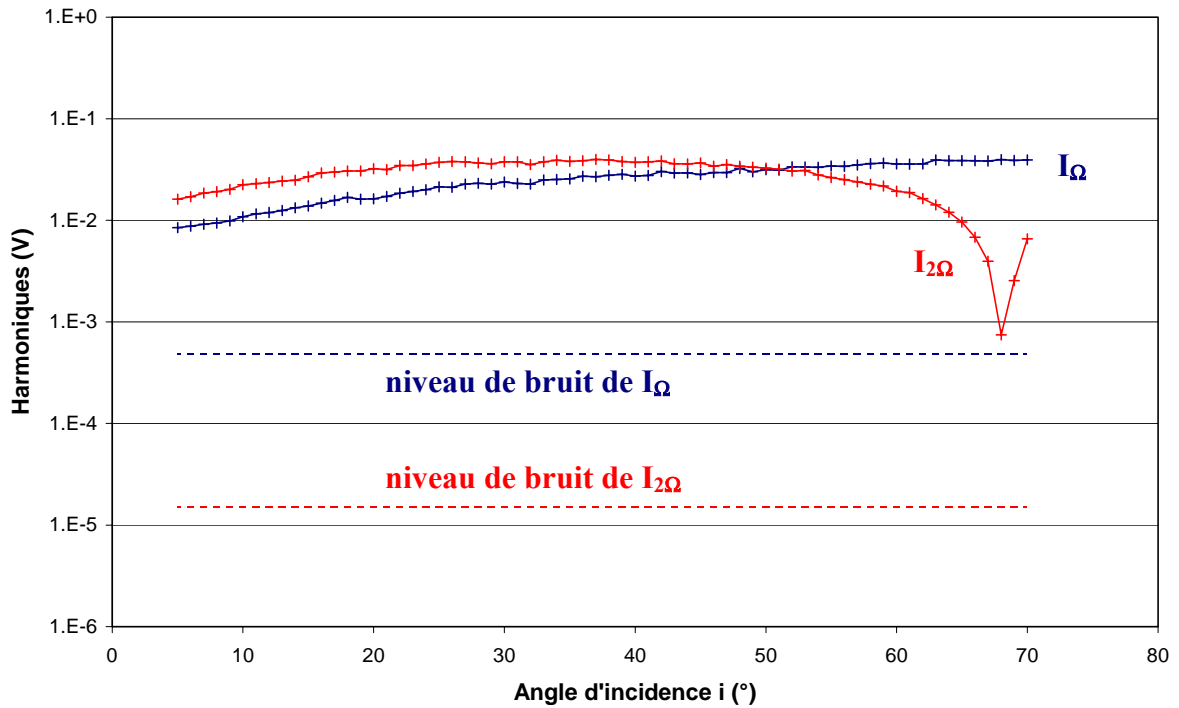


Figure II.10

Modules mesurés des harmoniques Ω et 2Ω pour un échantillon de type aluminium opaque, d'indice $n=1.39+7.67j$. L'unité est le volt. La valeur de J est 0,95.

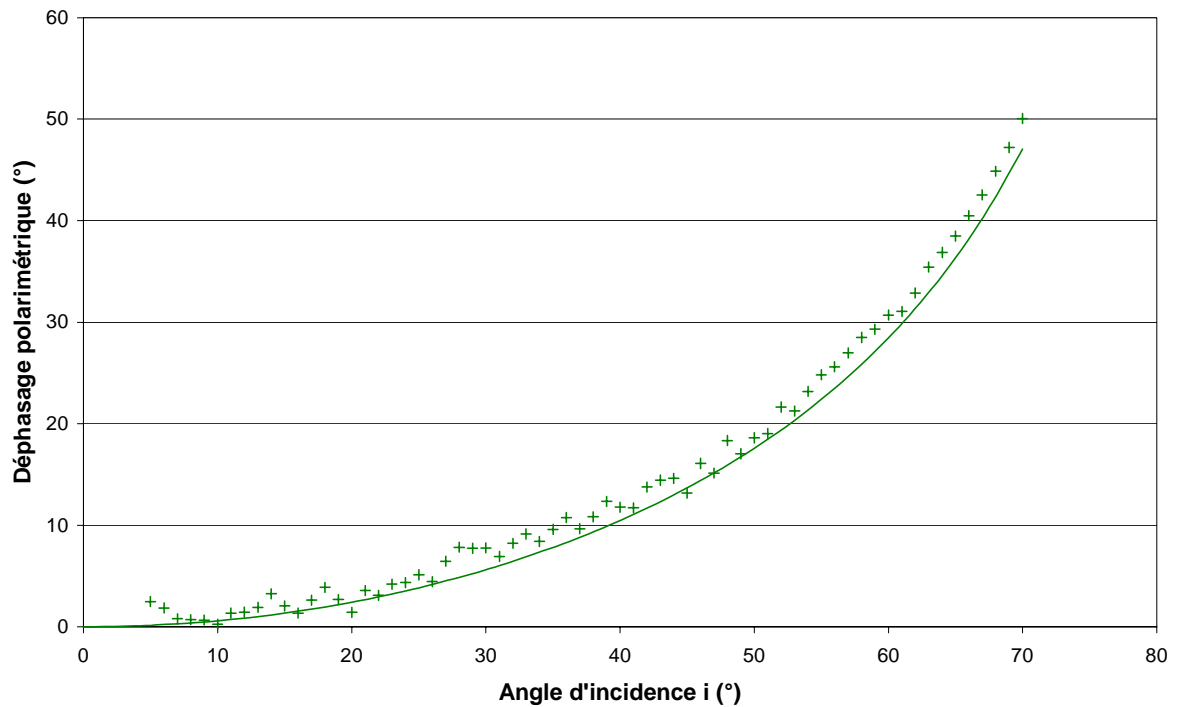


Figure II.11

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes et des formules (13) et (14). La courbe théorique est représentée en trait plein pour un matériau d'indice $n = 1.39+7.67j$.

3. Cas d'un miroir multi diélectrique

On s'intéresse maintenant au cas d'un miroir multi-diélectrique constitué de 15 couches minces alternativement de haut et bas indice. Les matériaux sont le TiO_2 et le SiO_2 , réalisés par la technologie d'évaporation assistée par faisceau d'ions (IAD). Les indices mesurés pour ces matériaux en couches uniques à la longueur d'onde 633 nm, sont respectivement de : 2,4 et 1,5. Les épaisseurs optiques de chacune des couches de l'empilement sont connues, parce qu'elles ont été contrôlées pendant la fabrication. En d'autres termes, toutes les couches du miroir sont quart d'onde à $\lambda = 633$ nm, ce qui nous autorise à effectuer le calcul du déphasage polarimétrique pour comparaison à l'expérience.

Les harmoniques mesurées sont données en figure II.12, et le déphasage polarimétrique en figure II.13. L'accord théorie / expérience est tout à fait satisfaisant. On peut expliquer les erreurs aux grands angles par les erreurs d'uniformité au cours de la fabrication dans l'enceinte d'évaporation ; en effet, le contrôle optique in situ des épaisseurs est réalisé sur un verre de contrôle, dont la position est privilégiée par rapport aux autres verres dits « satellites ».

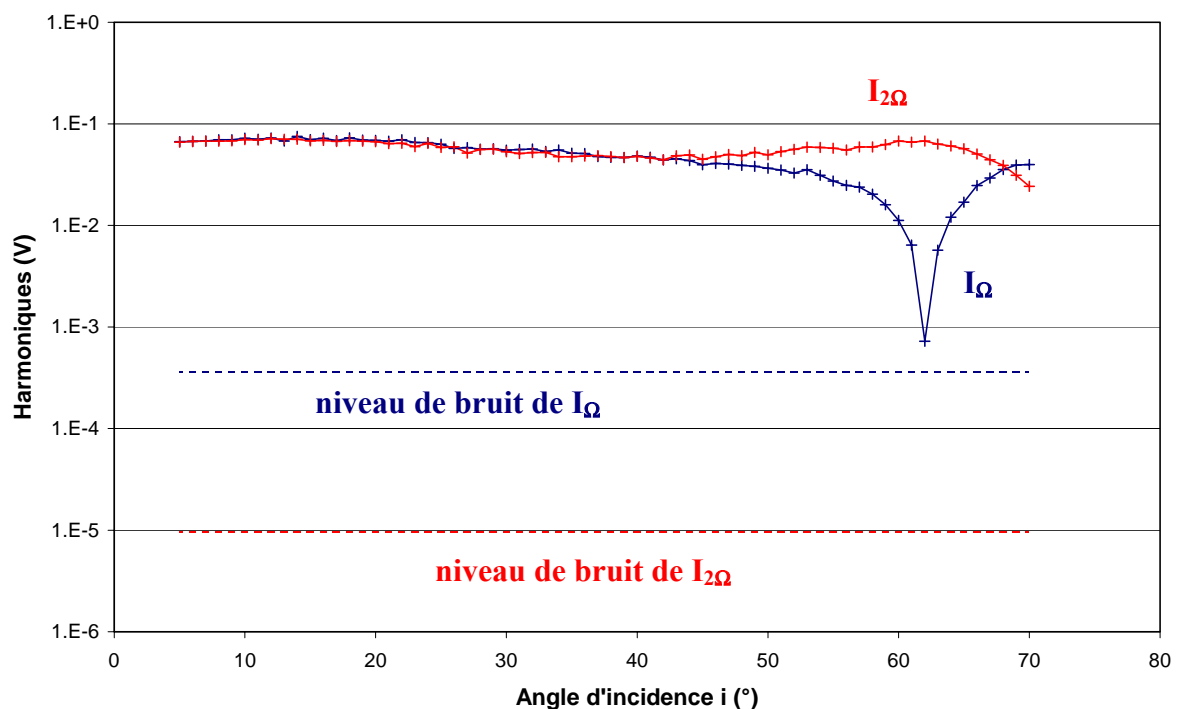


Figure II.12

Modules mesurés des harmoniques Ω (courbe bleue) et 2Ω (courbe rouge) pour un échantillon "C7", composé d'un empilement de 15 couches HBHBHBHBHBHBHBH; les matériaux utilisés sont le TiO_2 ($n=2.398$) et le SiO_2 ($n=1.54$). L'unité est de volt.

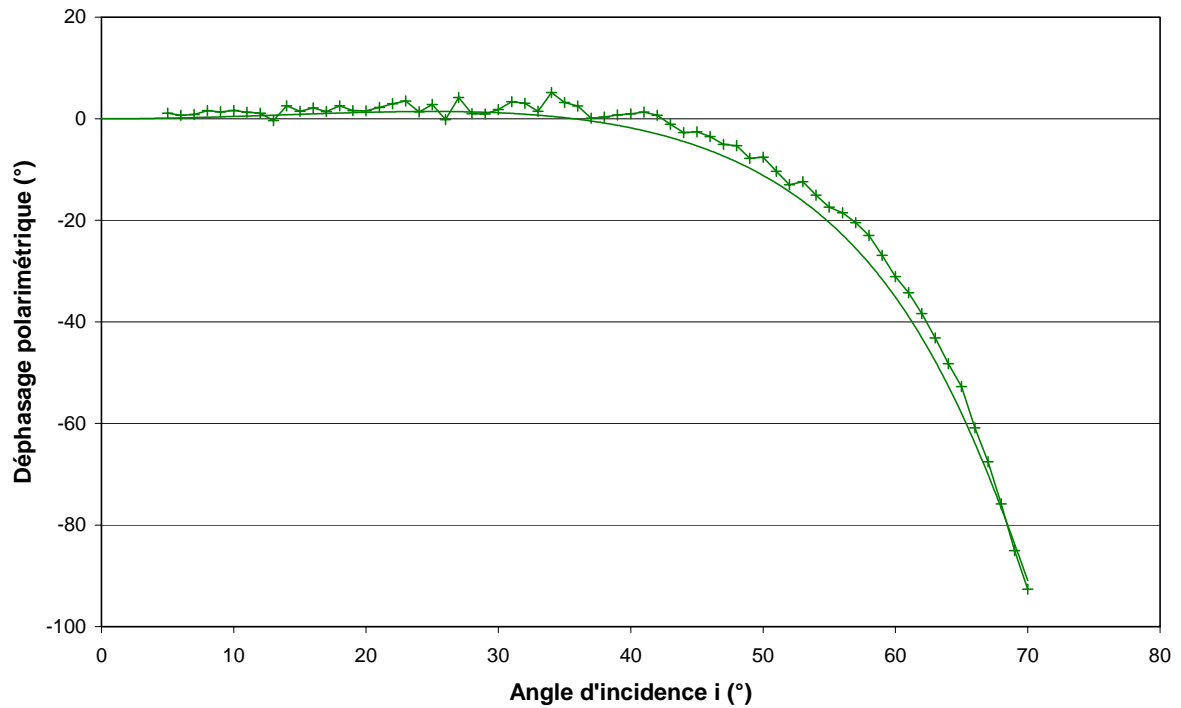


Figure II.13
Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

4. Conclusion

Ces mesures valident le banc d'ellipsométrie, dans la mesure où les courbes théoriques du déphasage polarimétrique coïncident avec les mesures. Nous pouvons observer que l'écart maximum entre la courbe théorique et la courbe expérimentale du déphasage polarimétrique est de l'ordre de quelques degrés seulement. Nous verrons que ceci est tout à fait cohérent avec les calculs d'erreur réalisés.

III. CALCULS D'INCERTITUDE

1. Calculs d'incertitude et précision lors des mesures

A partir des équations (4), (5) et (9), nous allons déterminer l'effet d'une erreur de mesure sur la détermination des grandeurs recherchées : J , α_M , δ_L et en particulier δ et R . A cet effet, on commence par attribuer des valeurs aux grandeurs A , B , C , D . Pour cela, les paramètres J , α_M et δ_L seront supposés connus puisque l'expérience montre qu'ils varient peu d'une mesure à l'autre.

J est défini par $J = \frac{J_1(\Delta_0(G))}{J_2(\Delta_0(G))}$ et dépend de G , tension ajustable délivrée par l'alimentation du

modulateur. Dans le cas des mesures présentées dans ce document, la valeur de J est d'environ 0,9. Nous prendrons donc cette valeur *idéale* comme valeur de référence. Pour satisfaire cette condition, nous avons pris $J_1(\Delta_0(G)) = 0,9$ et $J_2(\Delta_0(G)) = 1,0$.

Pour rappel, en ce qui concerne α_M , il s'agit d'une modulation résiduelle due aux imperfections du modulateur ; les différentes mesures ont montré que sa valeur est voisine de $\pm 1^\circ$. Nous avons choisi $\alpha_M = 1^\circ$.

Enfin, la lame biréfringente a été choisie pour être $\lambda/8$ à la longueur d'onde d'éclairement. Son déphasage δ_L est donc de 45° . Quant à sa transmission T_L , elle a été mesurée et est égale à 0,98.

e. Calcul d'erreur sur les grandeurs J et δ_L

D'après les équations (4) et (5), lorsque l'on souhaite étalonner le banc (en l'absence d'échantillon), on réalise deux mesures en transmission, avec et sans lame déphasante.

$$\begin{aligned}A &= J_1(\Delta_0(G)).\sin(\alpha_M) \\B &= -J_2(\Delta_0(G)).\cos(\alpha_M) \\C &= J_1(\Delta_0(G)).\sin(\alpha_M + \delta_L) \\D &= -J_2(\Delta_0(G)).\cos(\alpha_M + \delta_L)\end{aligned}$$

Compte tenu des valeurs de J , α_M et δ_L choisies, on obtient :

$$A = 0,0157 \quad B = -0,9998 \quad C = 0,6474 \quad D = -0,6947$$

Ces grandeurs correspondent à une mesure d'étalonnage sans erreur de mesure (cas idéal). Nous allons rajouter à ces mesures une erreur relative ε à l'aide de tirages aléatoires (1%, 5%, 10% 15% et 20%). Cette erreur peut avoir différentes origines, en particulier le bruit électronique des appareils et des récepteurs, les fluctuations du laser, les dérives du modulateur elasto-optique, etc. Ensuite, à l'aide des équations (6) et (8), nous allons recalculer les nouvelles valeurs de J et δ_L , en tenant compte des erreurs de mesures. Les tirages ont été réalisés de la façon suivante, par exemple dans le cas de A :

$A^* = A \cdot (1+\varepsilon)$, où A représente la valeur réelle (dont la valeur est donnée ci-dessus), entachée

de l'erreur de mesure ε . ε est une erreur relative : $\varepsilon = \frac{A^* - A}{A} = \frac{\Delta A}{A}$

De cette façon, il est possible d'estimer l'erreur commise sur J ou δ_L connaissant l'erreur relative sur les mesures. Par exemple, d'après la figure II.14, si l'on suppose qu'il existe 1% d'erreur sur les mesures A , B , C et D , le calcul de J (formule (6)) donne des valeurs comprises entre 0,885 et 0.915 (au lieu de 0,9), soit une erreur maximale de $\pm 1,5\%$. De même, pour une erreur de mesure de 1%, l'erreur sur δ_L est de $\pm 2\%$, soit une erreur de $\pm 1^\circ$ (figure II.15).

Nous avons recommencé pour des erreurs plus importantes. Les résultats sont rassemblés sur les figures II.14 et II.15.

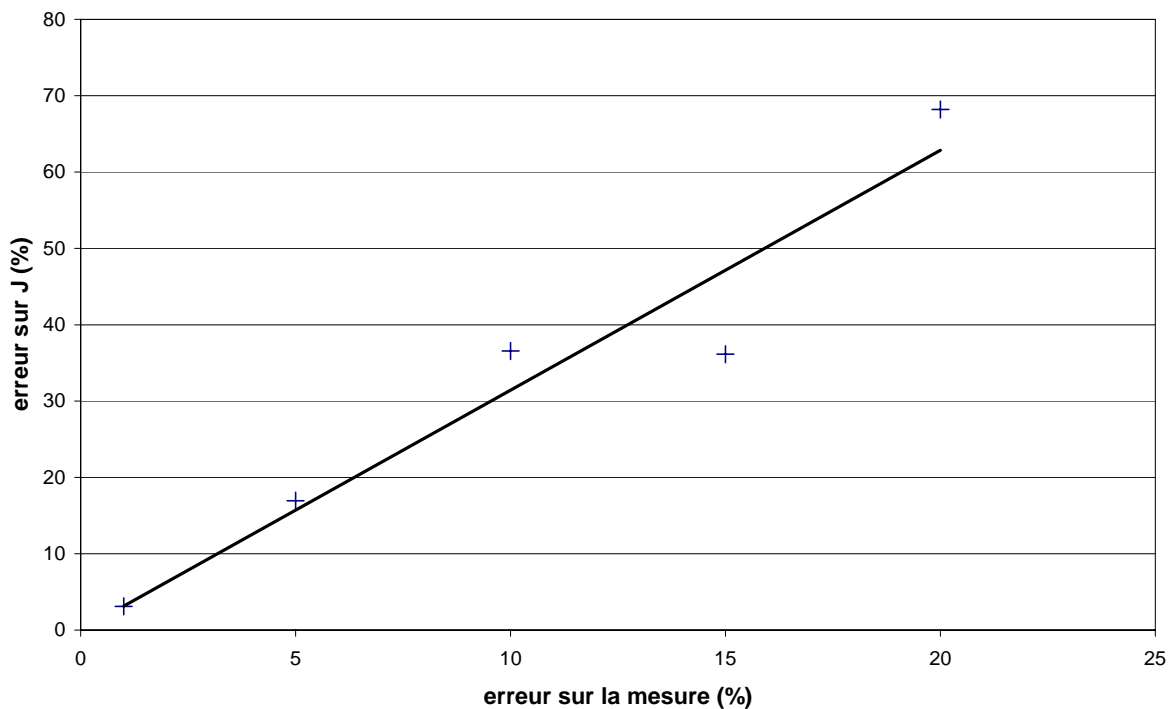


Figure II.14
Evolution de l'erreur commise sur le calcul de J
en fonction de l'erreur relative ε sur les mesures A , B , C et D .

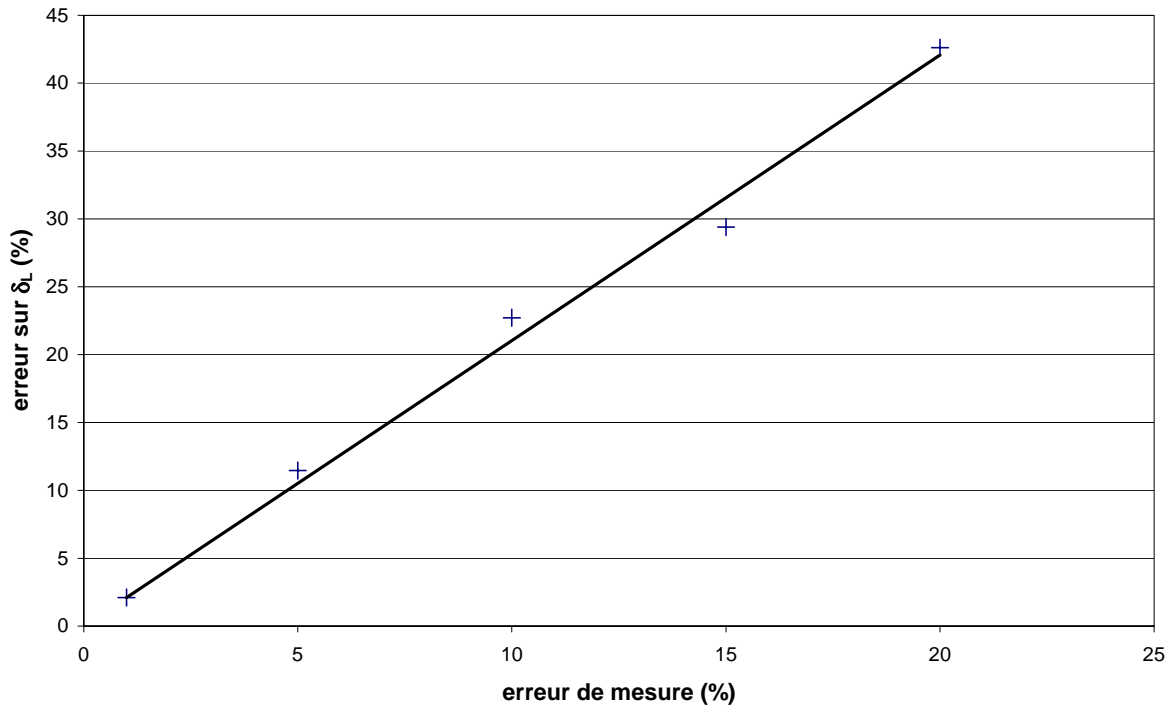


Figure II.15

Evolution de l'erreur commise sur le calcul de δ_L en fonction de l'erreur relative ε sur les mesures A, B, C et D.

Les courbes II.14 et II.15 montrent que pour une erreur relative ε sur les mesures, nous avons

$$\left| \frac{\Delta J}{J} \right| = 3.\varepsilon \text{ et } \left| \frac{\Delta \delta_L}{\delta_L} \right| = 2.\varepsilon \text{ (il s'agit évidemment de la pente des droites).}$$

En pratique, on estime que l'erreur de mesure n'excède pas 3%. Dans ces conditions, la mesure d'étalonnage donnera :

$$J = 0,9 \pm 0,05 \quad \delta_L = 45^\circ \pm 1,5^\circ$$

f. Calcul d'erreur sur les grandeurs δ et R

Pour évaluer l'incertitude sur la détermination du déphasage polarimétrique δ et sur le coefficient de réflexion R, nous partons du cas idéal d'un empilement constitué d'un substrat d'indice $n_S = 1,5$ et d'une couche d'indice $n = 1,3$ et d'épaisseur $e = 50$ nm. Nous pouvons facilement calculer les coefficients de réflexion R_S et R_P et le déphasage polarimétrique δ de cette couche (figure II.16). Puis, à partir des formules (9), on calcule les harmoniques I_Ω et $I_{2\Omega}$ dans ce cas *idéal* (sans erreur de mesure), c'est-à-dire les grandeurs E et F. Pour les grandeurs C et D, on reprend les mêmes valeurs *idéales* que précédemment. Les résultats sont donnés en figure II.16, II.17 et II.18.

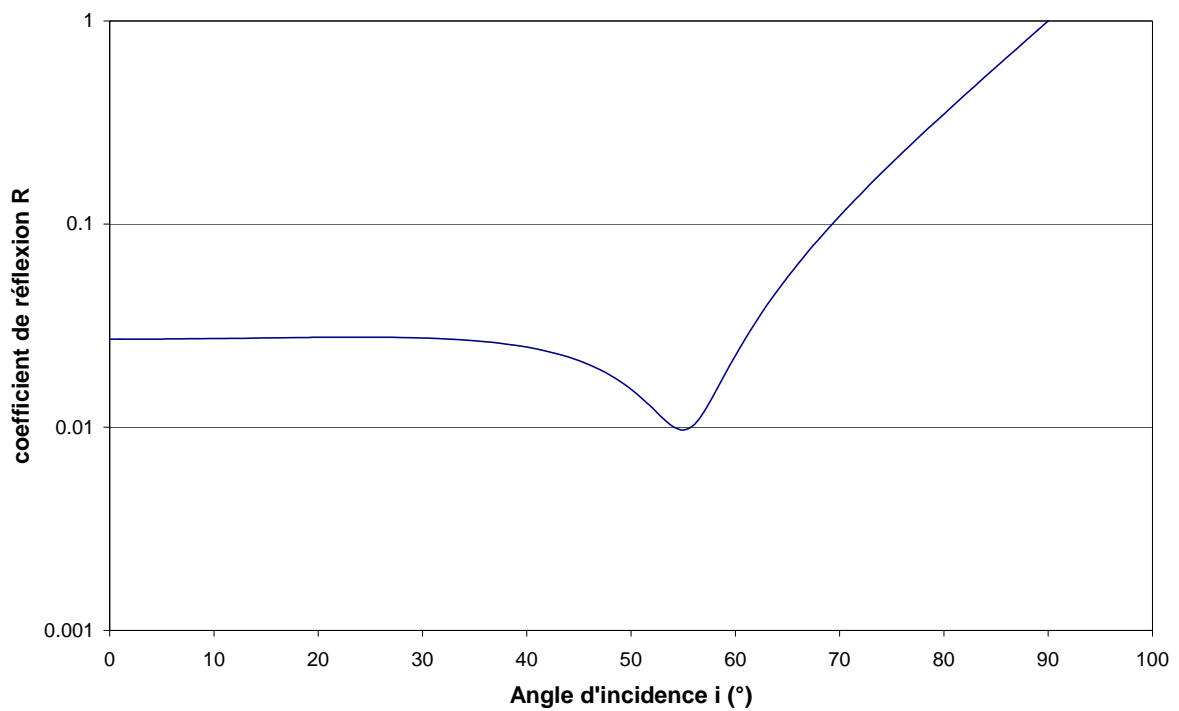


Figure II.16

Evolution du coefficient de réflexion $R = \sqrt{R_s \cdot R_p}$ dans le cas d'une couche mince.

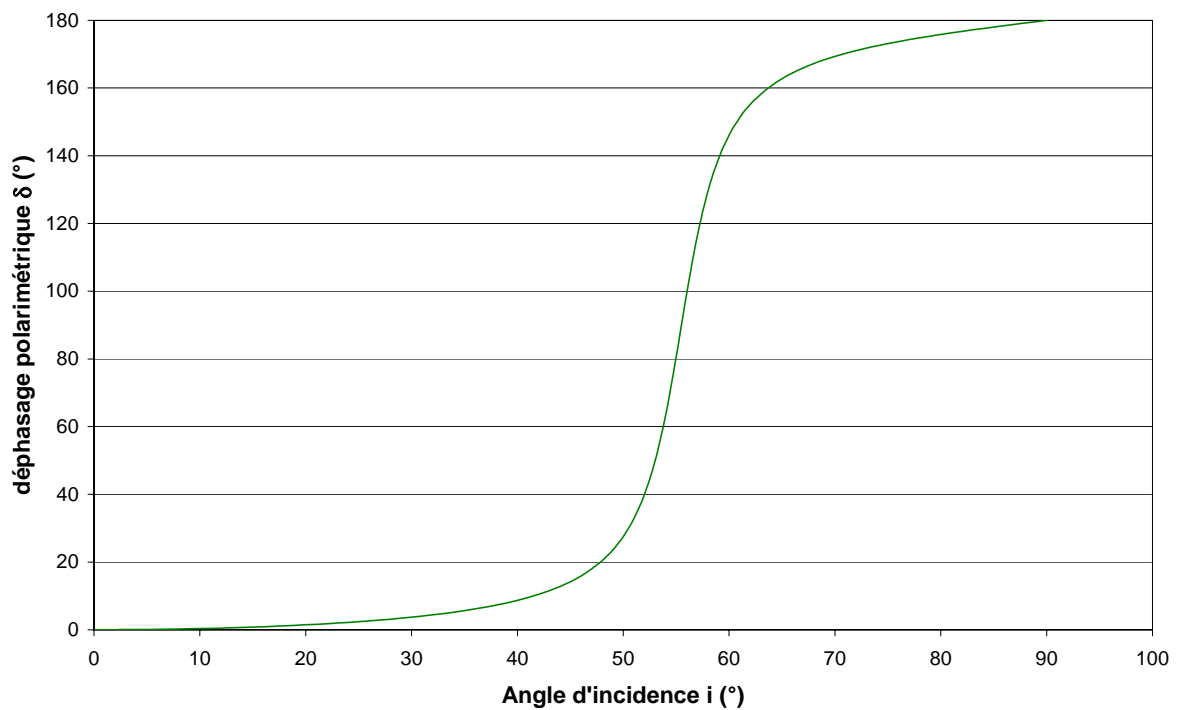


Figure II.17

Evolution déphasage polarimétrique δ dans le cas d'une couche mince.

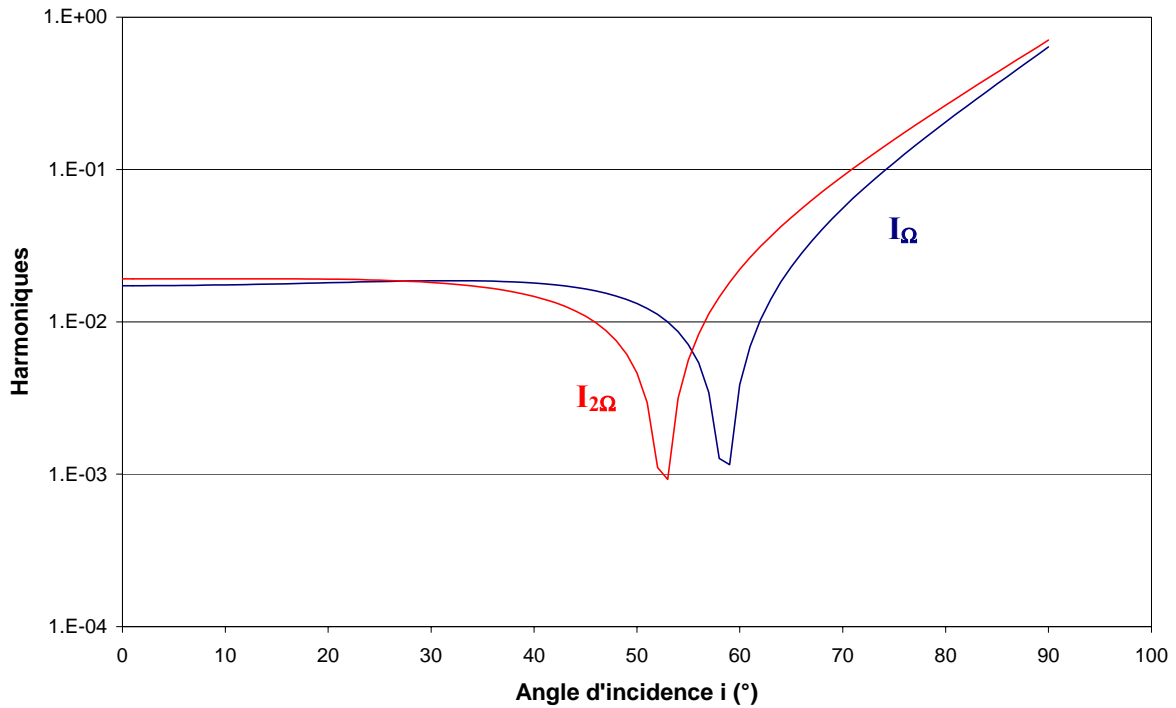


Figure II.18

Evolution des harmoniques I_{Ω} (E) et $I_{2\Omega}$ (F) à partir de R et de δ et de la formule (9).

Ces courbes correspondent au cas idéal, sans erreur de mesure.

On a choisi : $J = 0,9$; $\alpha_M = 1^\circ$ et $\delta_L = 45^\circ$.

Ensuite, comme précédemment, nous allons rajouter une erreur de mesure relative ε aux grandeurs E et F et l'on va recalculer, grâce aux formules (10), (11) et (12), les grandeurs δ et R. A titre d'illustration et pour une bonne lisibilité des courbes (figures II.19 et II.20), nous avons choisi une erreur relative ε égale à 10% (pour une erreur plus petite, les écarts sont trop faibles pour être représentés correctement). Pour ce qui est de J, α_M et δ_L , ils sont déduits comme précédemment des relations (6), (7) et (8), en considérant que l'erreur ε sur A, B, C et D est du même ordre que celle sur E et F.

Les courbes en rouge des figures II.19 et II.20 représentent les enveloppes supérieures et inférieures des valeurs prises par δ et R pour une erreur relative de 10% sur la mesure. Les courbes bleues représentent l'erreur commise. On peut donc chiffrer l'erreur sur δ , qui est d'environ 5° . Cette erreur augmente lorsque la pente de la fonction $\delta(i)$ augmente. En ce qui concerne R, l'erreur relative est d'environ 15%, sauf dans le cas où R prend des valeurs faibles : l'erreur relative est alors de 30%.

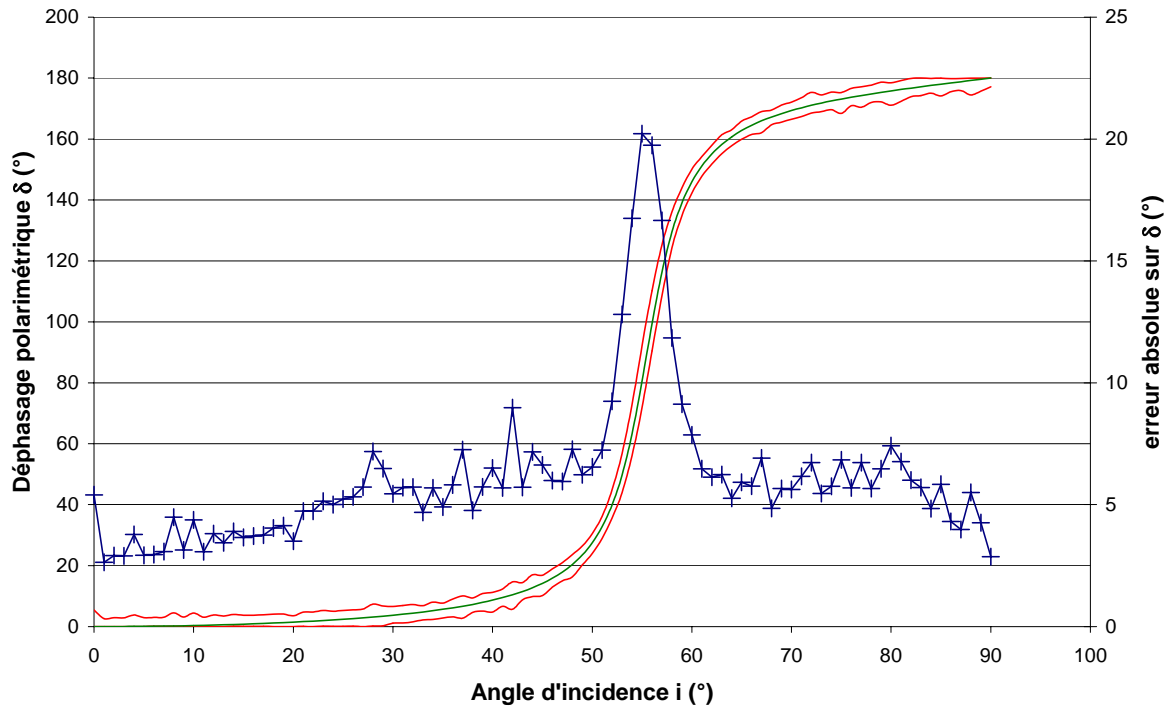


Figure II.19

Evolution de l'erreur absolue sur le calcul du déphasage polarimétrique δ pour une erreur relative ε de 10%.

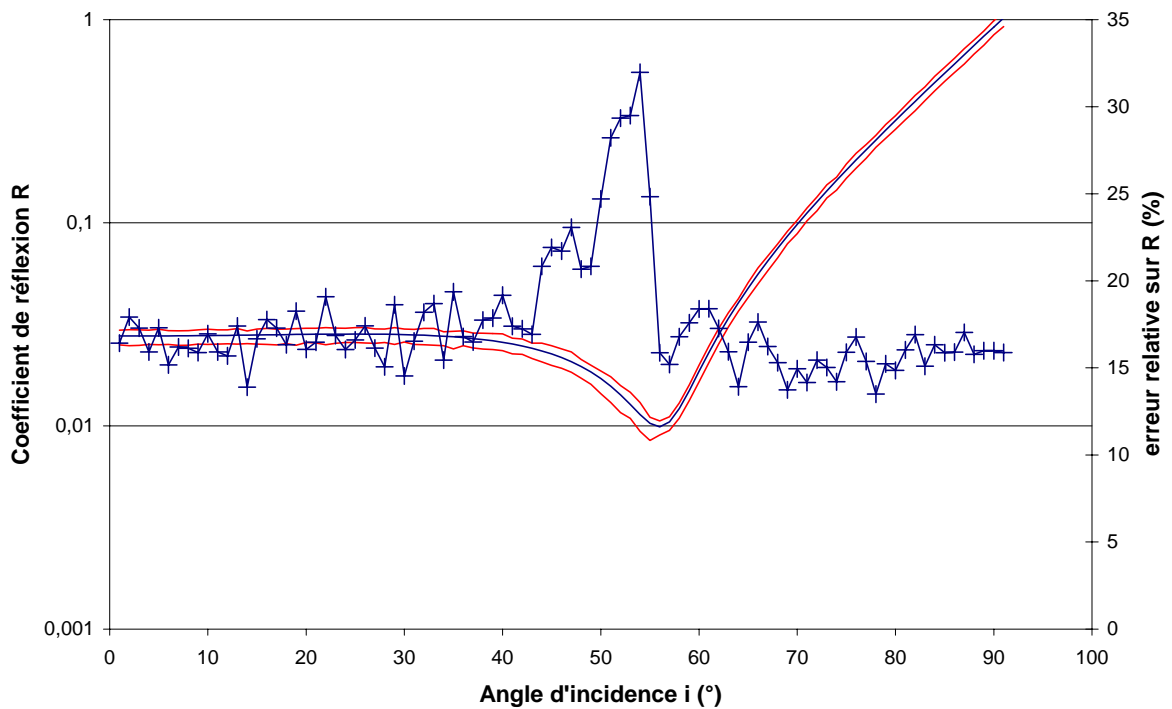


Figure II.20

Evolution de l'erreur relative sur le calcul du coefficient R pour une erreur relative ε de 10%.

En réalité, comme nous l'avons déjà dit, l'erreur de mesure est de l'ordre de 3%. Dans ces conditions, l'erreur sur δ est inférieure à 2° (5° lorsque la pente de la courbe $\delta(i)$ augmente). Pour le coefficient de réflexion R , l'erreur relative est de 5% (10% lorsque R est petit).

g. Calcul d'erreur sur les grandeurs δ et R en tenant compte des conditions expérimentales

Enfin, nous allons chiffrer l'erreur sur la mesure de δ et R en fonction de l'erreur commise sur J , tous les autres paramètres étant supposés constants (figure II.21 et II.22). En effet, l'étalonnage du banc passe par la détermination de ce terme ; l'étalonnage est parfois réalisé au début d'une séance de mesures, et non pas systématiquement avant chaque mesure. Certaines dérives ou modifications de la configuration du banc de mesure peuvent intervenir et entraîner une modification de la valeur de J . Or, c'est la valeur mesurée en début de séance qui permet d'étalonner toutes les mesures. Nous recherchons d'ailleurs une solution afin de pouvoir déterminer J pour chaque point de mesure.

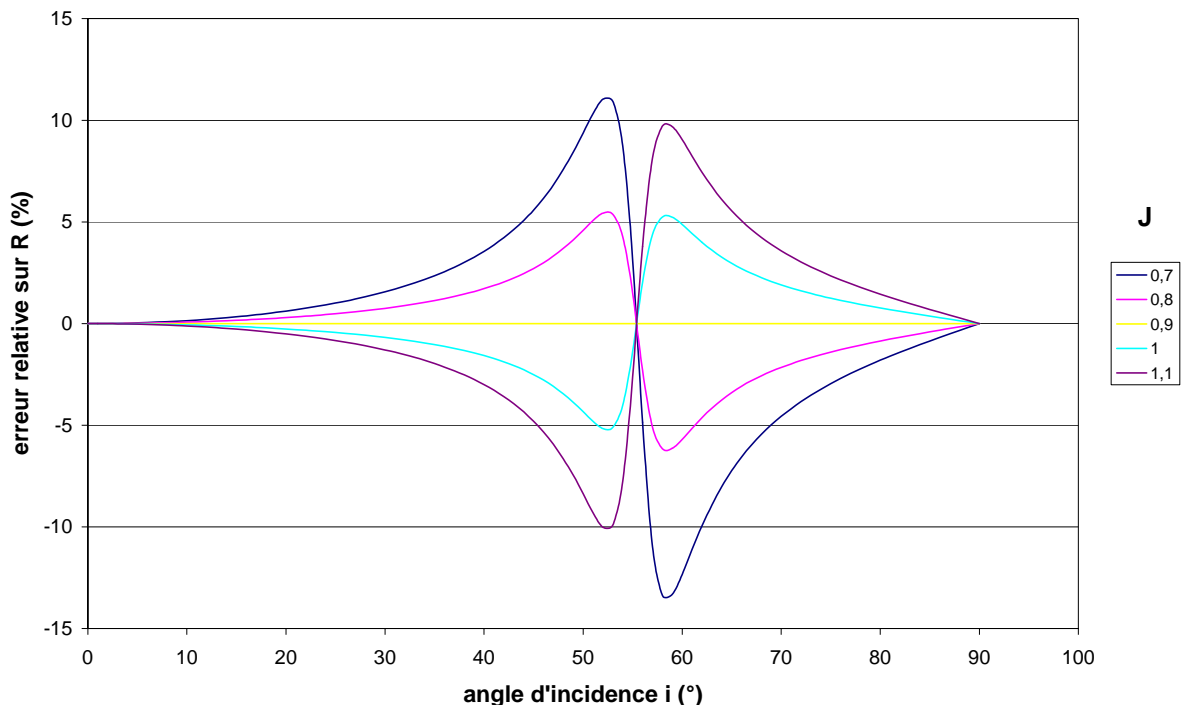


Figure II.21

Evolution de l'erreur relative sur R lorsque J varie. Le cas $J = 0,9$ représente la valeur de référence. L'erreur maximum est de $\pm 10\%$ dans le cas extrême où l'erreur sur J est de $\pm 0,2$.

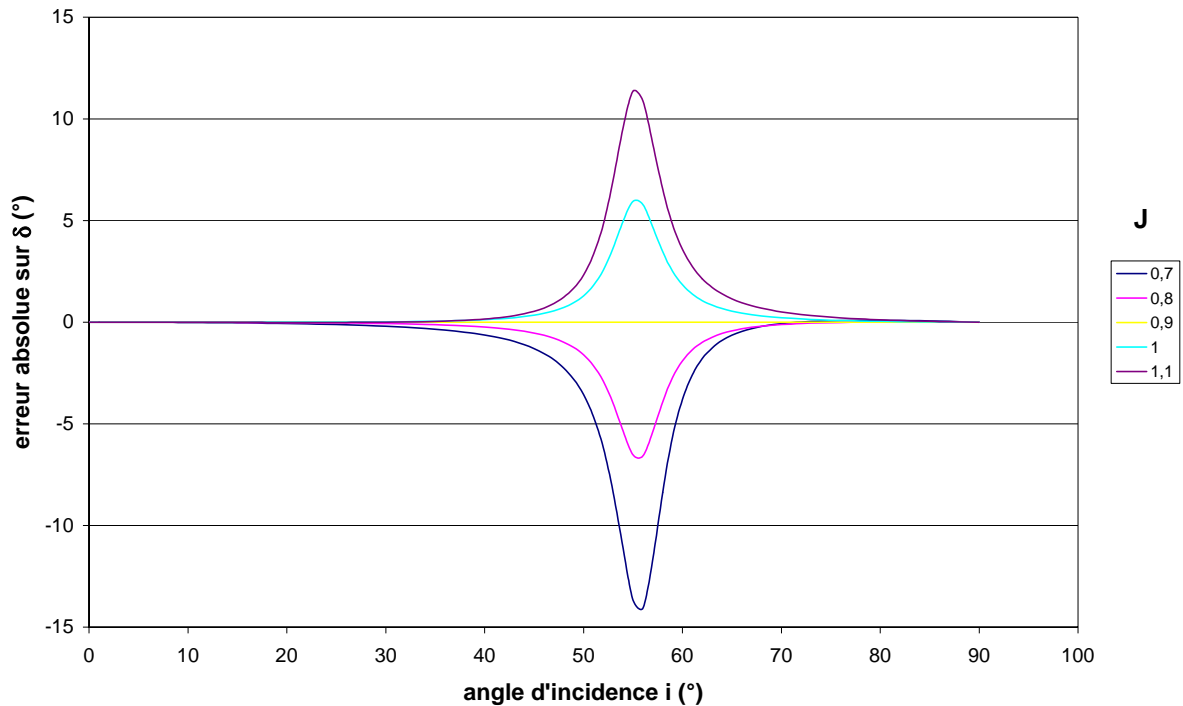


Figure II.22

Evolution de l'erreur absolue sur δ lorsque J varie. Le cas $J = 0,9$ représente la valeur de référence. L'erreur maximum est de $\pm 10^\circ$ dans le cas extrême où l'erreur sur J est de $\pm 0,2$.

Les courbes II.21 et II.22 montrent que lorsque l'on commet une erreur de $\pm 0,2$ sur J , l'erreur relative maximale sur R est de $\pm 10\%$ et de $\pm 10^\circ$ pour δ . Nous avons montré que pour une erreur de mesure de 3%, l'erreur sur J est de $\pm 0,05$, soit une erreur relative sur R de $\pm 3\%$ et de $\pm 3^\circ$ sur δ . Ces résultats sont du même ordre de grandeur que ceux trouvés précédemment.

De plus, comme illustré en figures II.23 et II.24, une erreur sur J peut se traduire par un décalage angulaire de la position du pseudo brewster par rapport à sa position réelle, aussi bien pour le coefficient de réflexion (figure II.23) que pour le déphasage polarimétrique (figure II.24). Ce déplacement peut atteindre $\pm 0,35^\circ$ lorsque l'erreur sur J est de $\pm 0,2$. Cependant, l'erreur sur J est en général de l'ordre de $\pm 0,05$ et l'erreur angulaire sur la position du pseudo brewster peut être estimée de l'ordre de $0,1^\circ$.

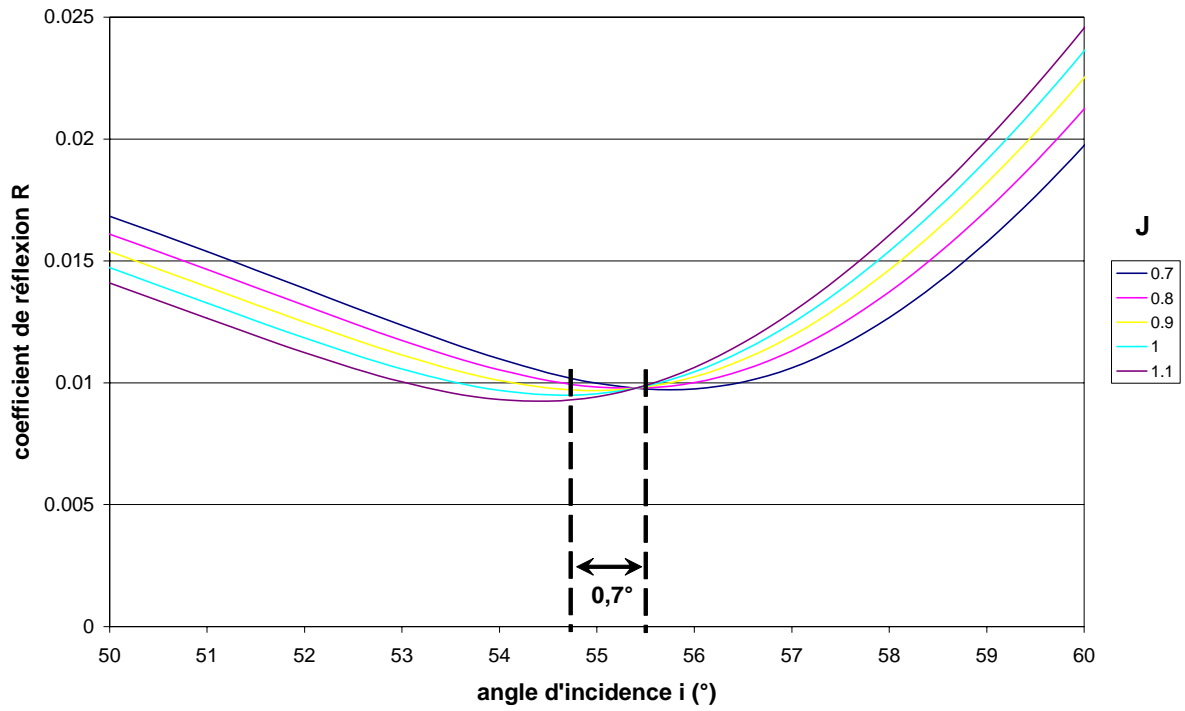


Figure II.23
Déplacement du minimum du coefficient de réflexion R lorsque J varie.
Pour $J = 0,9 \pm 0,05$, le déplacement est égal à $\pm 0,1^\circ$.

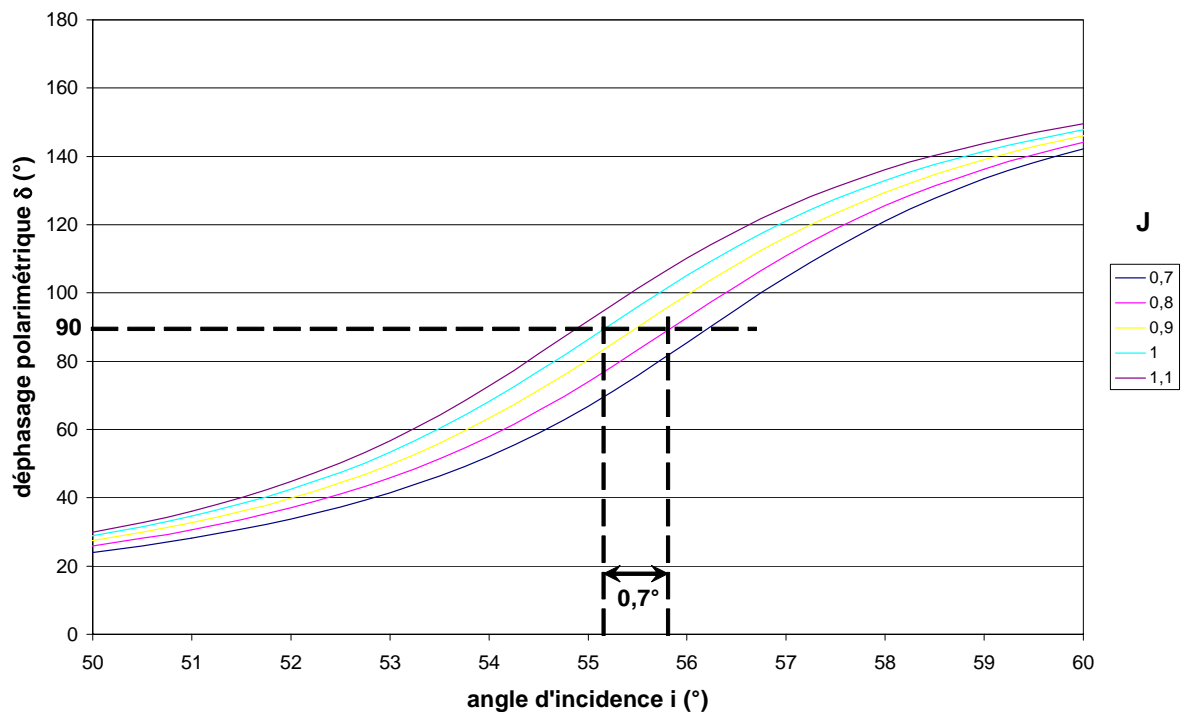


Figure II.24
Déplacement de la courbe du déphasage polarimétrique δ lorsque J varie.
Pour $J = 0,9 \pm 0,05$, le déplacement est égal à $\pm 0,1^\circ$.

De façon générale, pour conclure sur les calculs d'incertitude, on prendra donc soin de faire une mesure d'étalonnage au moment de la mesure afin de déterminer le plus précisément possible J , α_M et δ_L . Une erreur de mesure de 3% a pour conséquence une erreur maximale de 3° sur le déphasage polarimétrique et de 5% sur le coefficient de réflexion R .

2. Erreurs de positionnement

Dans la continuité du paragraphe précédent, nous allons maintenant présenter les erreurs de mesure dues au mauvais positionnement des lames. Nous avons vu que le choix de la position du polariseur, du modulateur et de l'analyseur est déterminant. Reprenons les formules qui donnent les expressions des harmoniques dans le cas général où nous avons rajouté les termes correspondant à la présence de la lame déphasante :

$$I_{\Omega} = T_L \cdot \left\{ 4(a.b.R_S \cos^2 \phi + c.d.R_P \sin^2 \phi) \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) \right. \\ \left. + 4 b.c \sqrt{R_S \cdot R_P} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta - \alpha_M - \delta_L) \right. \\ \left. - 4 a.d \sqrt{R_S \cdot R_P} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \right\} \quad (15)$$

$$I_{2\Omega} = T_L \cdot \left\{ 4(a.b.R_S \cos^2 \phi + c.d.R_P \sin^2 \phi) \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) \right. \\ \left. + 4 b.c \sqrt{R_S \cdot R_P} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta - \alpha_M - \delta_L) \right. \\ \left. + 4 a.d \sqrt{R_S \cdot R_P} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \right\} \quad (16)$$

Nous allons commencer par étudier l'effet d'un mauvais alignement du polariseur et de l'analyseur, en supposant que le modulateur est parfaitement aligné, c'est-à-dire $\beta = 0^\circ$. Les expressions (15) et (16) deviennent :

$$I_{\Omega} = -R \cdot T_L \cdot \sin 2\psi \cdot \sin 2\phi \cdot J_1 \cdot \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ I_{2\Omega} = R \cdot T_L \cdot \sin 2\psi \cdot \sin 2\phi \cdot J_2 \cdot \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \quad (17)$$

Cela ne change donc en rien la détermination du déphasage polarimétrique. Seule la mesure du coefficient de réflexion R est modifiée. Si l'on suppose que l'erreur commise sur ψ et sur ϕ est de 5°, c'est-à-dire $\psi = \phi = 40^\circ$, l'erreur commise sur R est égale à 3%. En réalité, le positionnement du polariseur et de l'analyseur à l'aide des platines de rotation est beaucoup

plus précis, inférieur au degré. Dans ces conditions, l'erreur commise sur R est de l'ordre de 0,1%, donc tout à fait négligeable.

Supposons maintenant que le polariseur et l'analyseur sont parfaitement alignés ($\psi = \phi = 45^\circ$) mais pas le modulateur ($\beta \neq 0^\circ$). Les expressions (15) et (16) ne peuvent pas s'exprimer de façon simple. Nous avons réalisé des simulations numériques afin de voir comment évoluent R et δ . Pour cela, nous avons choisi de prendre $\beta = 1^\circ$, ce qui est une valeur réaliste compte tenu de la précision de la platine de rotation du modulateur. Nous nous plaçons dans les mêmes conditions que précédemment : on considère un empilement constitué d'un substrat d'indice $n_s = 1,5$ et d'une couche d'indice $n = 1,3$ et d'épaisseur $e = 50$ nm. Nous représentons d'une part les courbes dans le cas idéal $\beta = 0^\circ$ et d'autre part si l'on considère que $\beta = 1^\circ$.

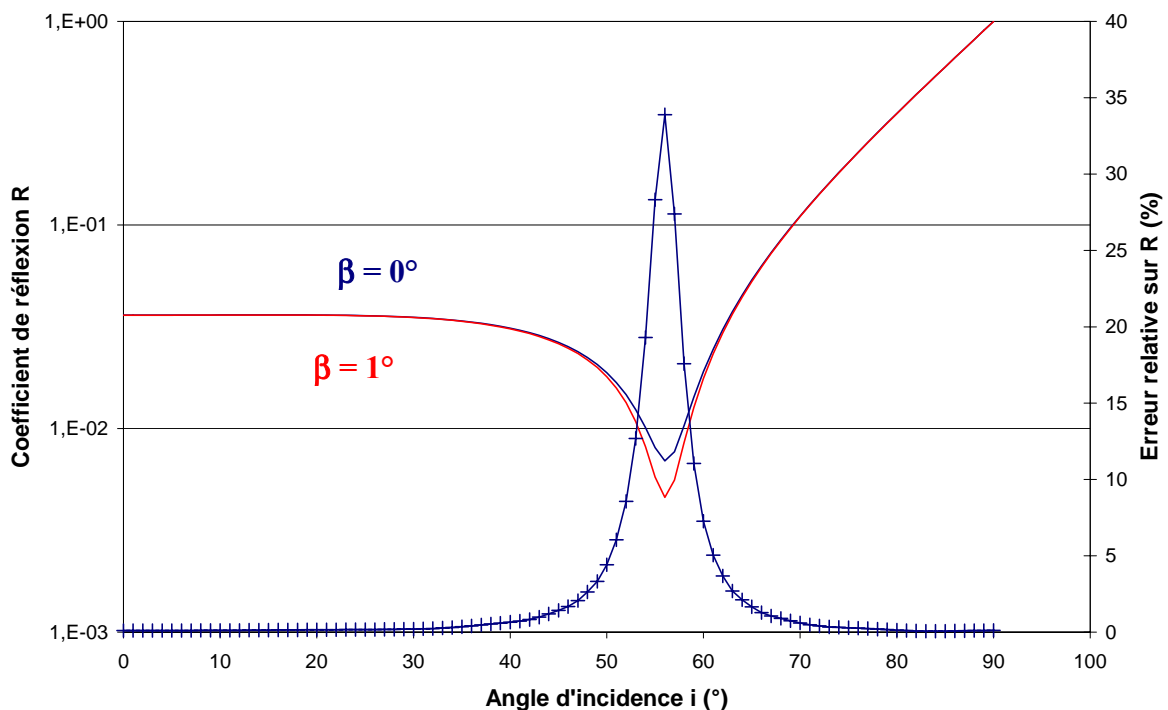


Figure II.25

Evolution du coefficient de réflexion dans le cas idéal (courbe bleue) et lorsque $\beta = 1^\circ$ (courbe rose). La courbe +++ représente l'erreur relative.

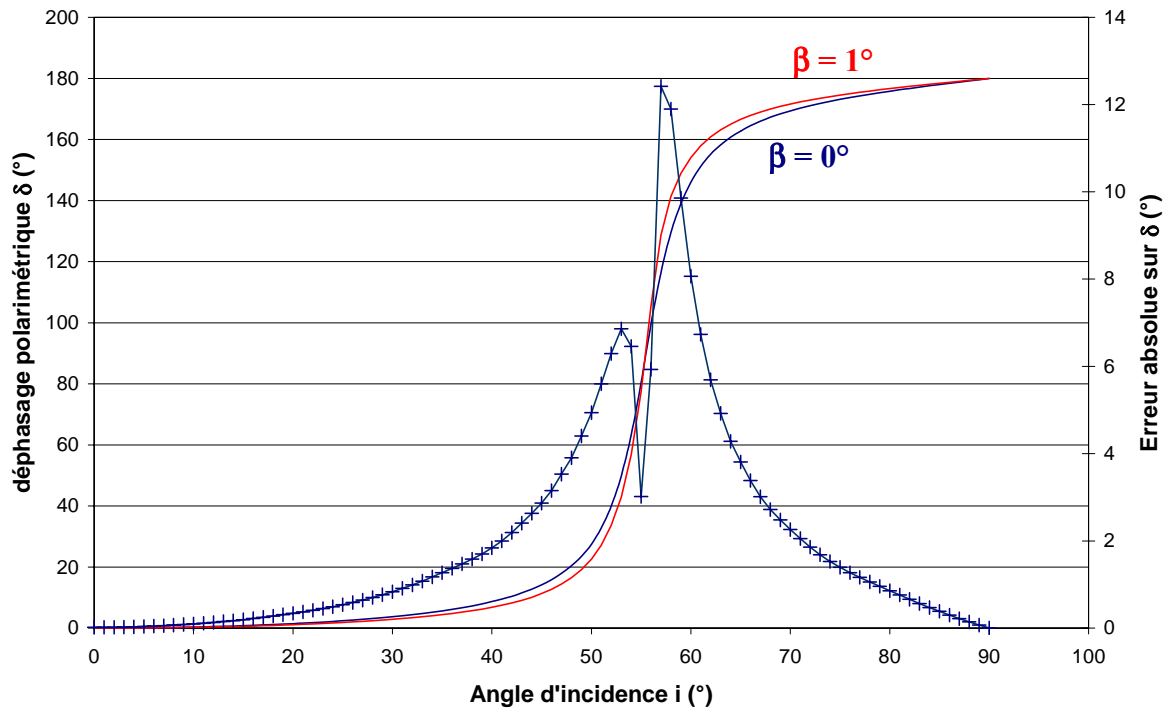


Figure II.26

Evolution du déphasage polarimétrique dans le cas idéal (courbe bleue) et lorsque $\beta = 1^\circ$ (courbe rose). La courbe +++ représente l'erreur absolue.

Dans ce cas, lorsque l'erreur de positionnement du modulateur est de 1° , l'erreur sur R peut atteindre 35% au voisinage des minima de R. En dehors de ces minima, l'erreur est négligeable. En ce qui concerne δ , l'erreur maximum est de 12° , ce qui est considérable. Si l'on souhaite que l'erreur sur le déphasage soit de l'ordre du degré, la précision sur β doit être de $0,1^\circ$. C'est pourquoi le plus grand soin doit être apporté à l'alignement du modulateur. Nous ne pouvons chiffrer précisément la valeur réelle de l'erreur sur β . Cependant, la platine de rotation supportant le modulateur permet en théorie d'avoir une précision bien meilleure que $0,1^\circ$. Dans ces conditions, les erreurs de positionnement entraînent une erreur sur la détermination de δ du même ordre de grandeur que les erreurs de mesure (2°).

IV. APPLICATION METROLOGIQUE : DETECTION DE COUCHES DE PASSAGE

1. Eléments théoriques

Dans cette partie, nous nous intéressons aux couches de passage. Si l'on considère un substrat nu, il existe toujours, à sa surface, une fine couche de quelques nanomètres correspondant soit à la présence de poussières ou de particules, soit à une oxydation au contact de l'air, soit à un résidu de polissage ou à la présence d'humidité. La configuration dans laquelle nous nous plaçons est représentée en figure II.27.

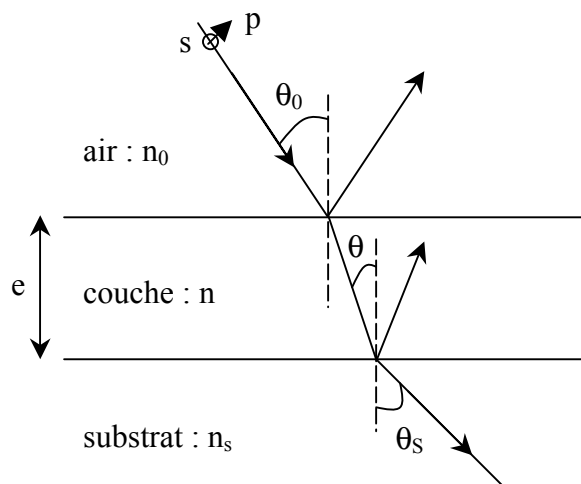


Figure II.27

*Dans cette partie, l'empilement est constitué d'une couche, d'épaisseur e et d'indice n .
Les milieux extrêmes sont supposés semi infinis.*

Dans un premier temps, nous allons donner les expressions théoriques des harmoniques dans le cas d'une couche mince unique. Nous verrons qu'il est alors possible d'extraire analytiquement, à l'aide d'un développement limité, les paramètres optiques d'une couche très fine à partir de la mesure du déphasage polarimétrique. Les mesures sur différents échantillons mettront en évidence la sensibilité de la mesure ainsi que la résolution qu'il est possible d'atteindre avec notre montage.

a. Angles de Brewster et pseudo brewster dans le cas d'une couche mince déposée sur un substrat

Pour une couche mince déposée sur un substrat semi infini (figure II.27), le coefficient de réflexion en amplitude est donné par [9][40][41] :

$$r = \frac{\tilde{n}_0 - Y}{\tilde{n}_0 + Y} \quad (18)$$

Où \tilde{n}_0 est l'indice effectif du superstrat (l'air) qui dépend de la polarisation :

$$\begin{aligned} \tilde{n}_0 &= n_0 \cdot \cos\theta_0 && \text{en polarisation } s \text{ (ou TE)} \\ \tilde{n}_0 &= \frac{n_0}{\cos\theta_0} && \text{en polarisation } p \text{ (ou TM)} \end{aligned} \quad (19)$$

Et Y désigne l'admittance complexe de la couche : $Y = \frac{C}{B}$ avec :

$$\begin{aligned} B &= \cos\Delta + j \frac{\tilde{n}_s}{\tilde{n}} \sin\Delta \\ C &= \tilde{n}_s \cdot \cos\Delta + j \cdot \tilde{n} \cdot \sin\Delta \end{aligned} \quad (20)$$

Avec Δ un terme sans dimension indépendant de l'état de polarisation : $\Delta = \frac{2\pi}{\lambda} n \cdot e \cdot \cos\theta$.

Rappelons également que les lois de Descartes fixent l'invariant :

$$n \cdot \sin\theta = cte \quad (21)$$

Si dans le cas d'un dioptre plan, la condition de Brewster ($r_p = 0$) est réalisée pour $\tan(\theta_0) = n_s$, il n'en est pas de même pour une couche mince. En effet, la condition $r_p = 0$ donnerait, selon (18) et (19) : $Y_p = \tilde{n}_{0p}$. Cela revient à écrire que :

$$\frac{n_{0p}}{\cos\theta_0} = \frac{\frac{n_s}{\cos\theta_s} \cdot \cos\Delta + i \frac{n}{\cos\theta} \cdot \sin\Delta}{\cos\Delta + i \frac{n_s}{n} \frac{\cos\theta}{\cos\theta_s} \cdot \sin\Delta} \quad (22)$$

$$\begin{aligned}
 n_0 \cos\Delta &= \frac{n_s}{\cos\theta_s} \cos\theta_0 \cdot \cos\Delta \\
 \text{D'où :} \quad \frac{n_0 \cdot n_s}{n} \frac{\cos\theta}{\cos\theta_s} \cdot \sin\Delta &= n \frac{\cos\theta_0}{\cos\theta} \cdot \sin\Delta
 \end{aligned} \tag{23}$$

Ces relations conduisent alors, dans le cas général, aux conditions :

$$\begin{aligned}
 \frac{n_0}{\cos\theta_0} &= \frac{n}{\cos\theta} \quad \text{avec} \quad n \cdot \sin\theta = n_0 \cdot \sin\theta_0 \\
 \frac{n_0}{\cos\theta_0} &= \frac{n_s}{\cos\theta_s} \quad \text{avec} \quad n_s \cdot \sin\theta_s = n_0 \cdot \sin\theta_0
 \end{aligned} \tag{24}$$

$$\begin{aligned}
 \text{D'où l'on déduit :} \quad \tan\theta_0 &= \frac{n}{n_0} \\
 \tan\theta_0 &= \frac{n_s}{n_0}
 \end{aligned} \tag{25}$$

Or ces deux conditions (25) ne sont pas compatibles si $n \neq n_s$, ce qui rappelle que le coefficient r_p ne s'annule pas lorsqu'une couche mince arbitraire est présente sur le substrat. Toutefois, le coefficient $R_p = |r_p|^2$ admet un minimum au voisinage de l'incidence correspondant à l'angle de Brewster du substrat nu. On appellera *pseudo* brewster l'angle pour lequel R_p est minimum. Ces considérations sont valables pour des couches d'épaisseur fine (couches de transition) pour lesquelles ce minimum est unique, ce qui n'est généralement plus le cas pour des épaisseurs plus importantes [42].

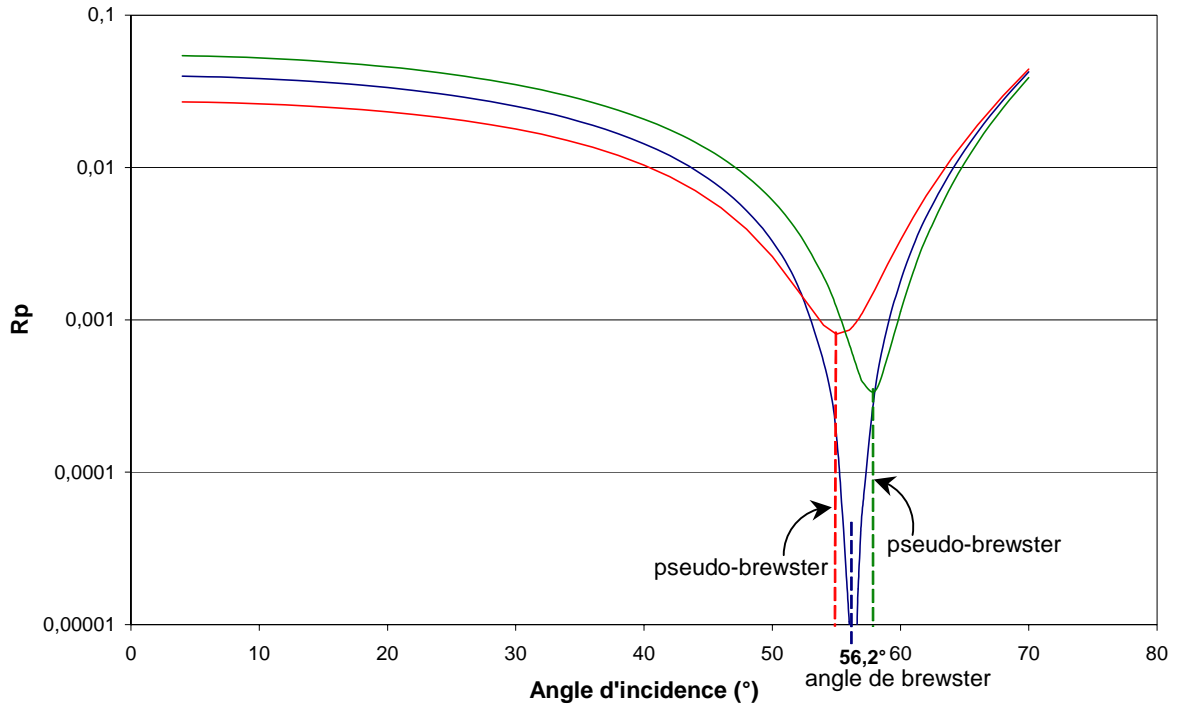


Figure II.28

Calcul du coefficient de réflexion R_P dans le cas d'un substrat nu d'indice $n_s = 1,5$ (courbe bleue), dans le cas du même substrat recouvert d'une couche d'indice $n = 1,3$ et d'épaisseur $e = 50$ nm (courbe rouge) et dans le cas d'une couche d'indice $n = 1.6$ et d'épaisseur $e = 50$ nm (courbe verte).

La figure II.28 illustre la différence entre le brewster et le pseudo brewster : dans le cas du substrat nu, R_P admet un vrai zéro, mais ne s'annule plus lorsque l'on dépose une couche mince.

b. Expressions du déphasage polarimétrique dans le cas d'une couche déposée sur un substrat

On calcule tout d'abord $r_s \cdot r_p^*$ avec :

$$r_s = \frac{n_0 \cdot \cos\theta_0 - Y_s}{n_0 \cdot \cos\theta_0 + Y_s} \quad \text{et} \quad Y_s = \frac{n_s \cdot \cos\theta_s \cdot \cos\Delta + i \cdot n \cdot \cos\theta \cdot \sin\Delta}{\cos\Delta + i \frac{n_s \cdot \cos\theta_s}{n \cdot \cos\theta} \sin\Delta} \quad (26)$$

$$r_p = \frac{\frac{n_0}{\cos\theta_0} - Y_p}{\frac{n_0}{\cos\theta_0} + Y_p} \quad \text{et} \quad Y_p = \frac{\frac{n_s}{\cos\theta} \cdot \cos\Delta + i \frac{n}{\cos\theta} \sin\Delta}{\cos\Delta + i \frac{n_s \cdot \cos\theta}{n \cdot \cos\theta_s} \sin\Delta} \quad (27)$$

Il vient $r_s \cdot r_p^* = \frac{N}{D}$ avec :

$$\begin{aligned}
N = & \left[n_0^2 + n_s^2 - n_0 \cdot n_s \left(\frac{\cos \theta_0}{\cos \theta_s} + \frac{\cos \theta_s}{\cos \theta_0} \right) \right] \cdot \cos^2 \Delta \\
& + \left[\frac{n_s^2 \cdot n_0^2}{n^2} + n^2 - n_s \cdot n_0 \left(\frac{\cos \theta_0 \cdot \cos \theta_s}{\cos^2 \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\cos \theta_0 \cdot \cos \theta_s} \right) \right] \cdot \sin^2 \Delta \\
& + i \cdot \sin \Delta \cdot \cos \Delta \left[\left(\frac{n_s \cdot n_0^2}{n} - n \cdot n_s \right) \left(\frac{\cos \theta_s}{\cos \theta} - \frac{\cos \theta}{\cos \theta_s} \right) + \left(\frac{n_s^2 \cdot n_0}{n} - n \cdot n_0 \right) \left(\frac{\cos \theta}{\cos \theta_0} - \frac{\cos \theta_0}{\cos \theta} \right) \right]
\end{aligned} \tag{28}$$

$$\begin{aligned}
D = & \left[n_0^2 + n_s^2 + n_0 \cdot n_s \left(\frac{\cos \theta_0}{\cos \theta_s} + \frac{\cos \theta_s}{\cos \theta_0} \right) \right] \cdot \cos^2 \Delta \\
& + \left[\frac{n_s^2 \cdot n_0^2}{n^2} + n^2 + n_s \cdot n_0 \left(\frac{\cos \theta_0 \cdot \cos \theta_s}{\cos^2 \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\cos \theta_0 \cdot \cos \theta_s} \right) \right] \cdot \sin^2 \Delta \\
& + i \cdot \sin \Delta \cdot \cos \Delta \left[\left(\frac{n_s \cdot n_0^2}{n} - n \cdot n_s \right) \left(\frac{\cos \theta_s}{\cos \theta} - \frac{\cos \theta}{\cos \theta_s} \right) + \left(\frac{n_s^2 \cdot n_0}{n} - n \cdot n_0 \right) \left(\frac{\cos \theta_0}{\cos \theta} - \frac{\cos \theta}{\cos \theta_0} \right) \right]
\end{aligned} \tag{29}$$

c. Développement limité

Dans le cas où la couche est très fine, on peut faire l'approximation : $\cos \Delta \approx 1$ et $\sin \Delta \approx \Delta$. Il est nécessaire de définir les limites de cette approximation en termes de propriétés de la couche. Nous pouvons décider que cette approximation reste acceptable si $|1 - \cos \Delta| < 5\%$. Sachant que la source est un laser He-Ne à 633 nm, cela impose que l'épaisseur optique $n \cdot e$ de la couche soit inférieure à 30 nm environ.

Les expressions peuvent alors s'écrire de manière simplifiée :

$$r_s \cdot r_p^* = \frac{N}{D} \text{ avec :}$$

$$\begin{aligned}
N \approx & \left[n_0^2 + n_s^2 - n_0 \cdot n_s \left(\frac{\cos \theta_0}{\cos \theta_s} + \frac{\cos \theta_s}{\cos \theta_0} \right) \right] \\
& + i \Delta \left[\left(\frac{n_s \cdot n_0^2}{n} - n \cdot n_s \right) \left(\frac{\cos \theta_s}{\cos \theta} - \frac{\cos \theta}{\cos \theta_s} \right) + \left(\frac{n_s^2 \cdot n_0}{n} - n \cdot n_0 \right) \left(\frac{\cos \theta}{\cos \theta_0} - \frac{\cos \theta_0}{\cos \theta} \right) \right]
\end{aligned} \tag{30}$$

$$D \approx \left[n_0^2 + n_s^2 + n_0 \cdot n_s \left(\frac{\cos\theta_0}{\cos\theta_s} + \frac{\cos\theta_s}{\cos\theta_0} \right) \right] + i \Delta \left[\left(\frac{n_s \cdot n_0^2}{n} - n \cdot n_s \right) \left(\frac{\cos\theta_s}{\cos\theta} - \frac{\cos\theta}{\cos\theta_s} \right) + \left(\frac{n_s^2 \cdot n_0}{n} - n \cdot n_0 \right) \left(\frac{\cos\theta_0}{\cos\theta} - \frac{\cos\theta}{\cos\theta_0} \right) \right] \quad (31)$$

On peut encore écrire de manière synthétique :

$$r_s \cdot r_p^* = \frac{e - f + i \Delta (g - h)}{e + f + i \Delta (g + h)} \quad \text{avec :} \quad \begin{cases} e(\theta_0) = n_0^2 + n_s^2 \\ f(\theta_0) = n_0 \cdot n_s \left(\frac{\cos\theta_0}{\cos\theta_s} + \frac{\cos\theta_s}{\cos\theta_0} \right) \\ g(\theta_0) = \left(\frac{n_s \cdot n_0^2}{n} - n \cdot n_s \right) \left(\frac{\cos\theta_s}{\cos\theta} - \frac{\cos\theta}{\cos\theta_s} \right) \\ h(\theta_0) = \left(\frac{n_s^2 \cdot n_0}{n} - n \cdot n_0 \right) \left(\frac{\cos\theta_0}{\cos\theta} - \frac{\cos\theta}{\cos\theta_0} \right) \end{cases} \quad (32)$$

On en déduit alors, au premier ordre en Δ :

$$r_s \cdot r_p^* = \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot (\cos\delta + i \sin\delta) = \frac{e^2 - f^2}{(e + f)^2} + 2i \Delta \frac{gf - he}{(e + f)^2} \quad (33)$$

d'où :

$$\begin{aligned} \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \cos\delta &= \frac{e^2 - f^2}{(e + f)^2} \\ \sqrt{R_s \cdot R_p} \cdot \sin\delta &= 2\Delta \frac{gf - he}{(e + f)^2} \end{aligned} \quad (34)$$

On peut donc étudier théoriquement le comportement des deux harmoniques I_Ω et $I_{2\Omega}$ en présence d'une couche sur un substrat, et l'opportunité de leur exploitation en vue de la mesure de l'épaisseur optique de cette couche.

d. Conséquences

Rappelons maintenant, dans le cas de la mesure du faisceau réfléchi, les expressions des deux harmoniques :

$$\begin{aligned}
I_{\Omega} &= -\sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \cdot \sin(\delta + \delta_L) \\
I_{2\Omega} &= \sqrt{R_S \cdot R_P} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \delta_L)
\end{aligned}
\tag{35}$$

Nous représentons en figure II.29 un exemple de calcul de ces harmoniques dans le cas d'une couche de différentes épaisseurs ($e = 1 \text{ nm}$, 10 nm et 100 nm), d'indice $n = 1,6$, déposée sur un substrat d'indice $n = 1,5$. En figure II.30, les mêmes résultats sont présentés, mais en valeur absolue pour une meilleure lisibilité. Dans un premier temps, nous considérons le montage en l'absence de lame déphasante. On prendra donc $T_L=1$ et $\delta_L=0$ dans l'expression (35). D'après les expressions (34), il vient :

$$\begin{aligned}
I_{\Omega} &= -2 J_1(\Delta_0(G)) \Delta \frac{gf - he}{(e + f)^2} \\
I_{2\Omega} &= J_2(\Delta_0(G)) \frac{e^2 - f^2}{(e + f)^2}
\end{aligned}
\tag{36}$$

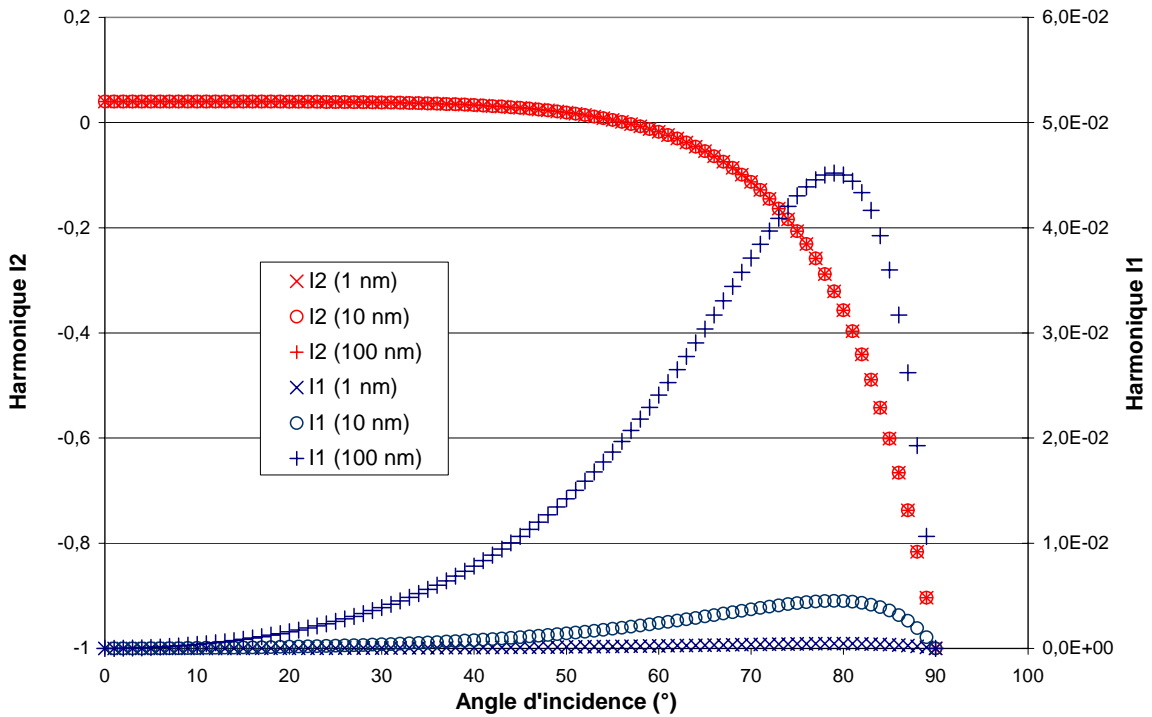


Figure II.29

Variations théoriques des harmoniques Ω (notée I1) et 2Ω (notée I2) dans le cas d'une couche d'indice $n=1,6$ déposée sur un substrat d'indice $n_s = 1,5$. L'axe de gauche est tracé pour l'harmonique 2Ω et l'axe de droite pour l'harmonique Ω .

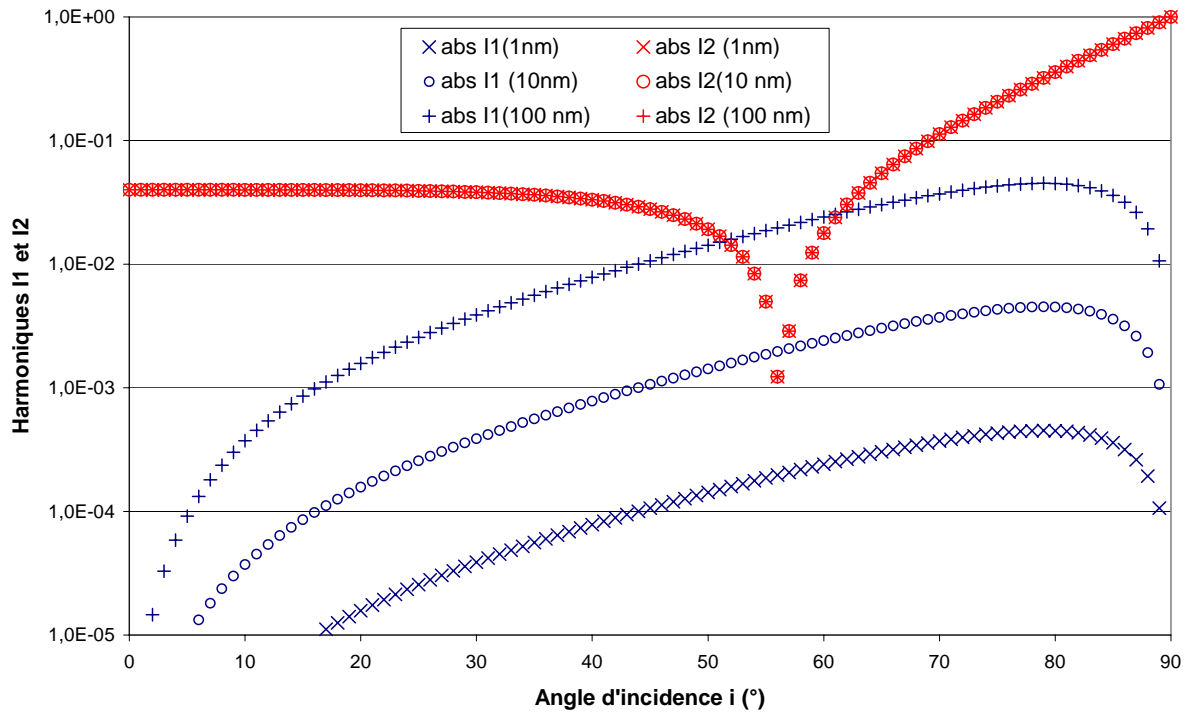


Figure II.30

Variations théoriques des valeurs absolues des harmoniques Ω et 2Ω représentées dans la figure précédente. Les courbes sont représentées en échelle logarithmique.

Nous pouvons constater en considérant les expressions (36) et les courbes des figures II.29 et II.30 que l'harmonique 2Ω présente un zéro, se traduisant par un minimum en valeur absolue, mais dont la position angulaire est indépendante de l'épaisseur optique de la couche déposée. L'harmonique 1Ω ne présente pas de changement de signe, mais son niveau varie avec n . On remarquera que l'épaisseur optique étant un facteur multiplicatif dans l'expression de l'harmonique Ω (36), on pourrait extraire, directement après étalonnage, l'épaisseur de la couche à condition de connaître les indices.

e. Introduction de la lame déphasante

Toutefois, les prédictions théoriques sont différentes lorsque l'on introduit sur le montage la lame déphasante. En effet, les expressions (36) se modifient de la manière suivante, en négligeant ici le déphasage résiduel α_M du modulateur :

$$\begin{aligned}
 I_{\Omega} &= -J_1(\Delta_0(G))T_L \left[2\Delta \frac{gf - he}{(e+f)^2} \cos(\delta_L) + \frac{e^2 - f^2}{(e+f)^2} \sin(\delta_L) \right] \\
 I_{2\Omega} &= J_2(\Delta_0(G))T_L \left[\frac{e^2 - f^2}{(e+f)^2} \cos(\delta_L) - 2\Delta \frac{gf - he}{(e+f)^2} \sin(\delta_L) \right]
 \end{aligned} \tag{37}$$

Le déphasage introduit par la lame étant d'environ 45° , et sa transmission étant proche de 1, nous arrivons donc aux expressions suivantes :

$$I_\Omega = -\frac{\sqrt{2}}{2} \frac{J_1(\Delta_0(G))}{(e+f)^2} [2\Delta(gf - he) + e^2 - f^2]$$

$$I_{2\Omega} = \frac{\sqrt{2}}{2} \frac{J_2(\Delta_0(G))}{(e+f)^2} [e^2 - f^2 - 2\Delta(gf - he)]$$
(38)

où $\Delta = \frac{2\pi ne \cos\theta}{\lambda}$ et e, f, g, h sont les fonctions de θ données par les expressions (32).

Dans ces conditions, les variations des valeurs absolues des deux harmoniques Ω et 2Ω sont représentées sur la figure II.31.

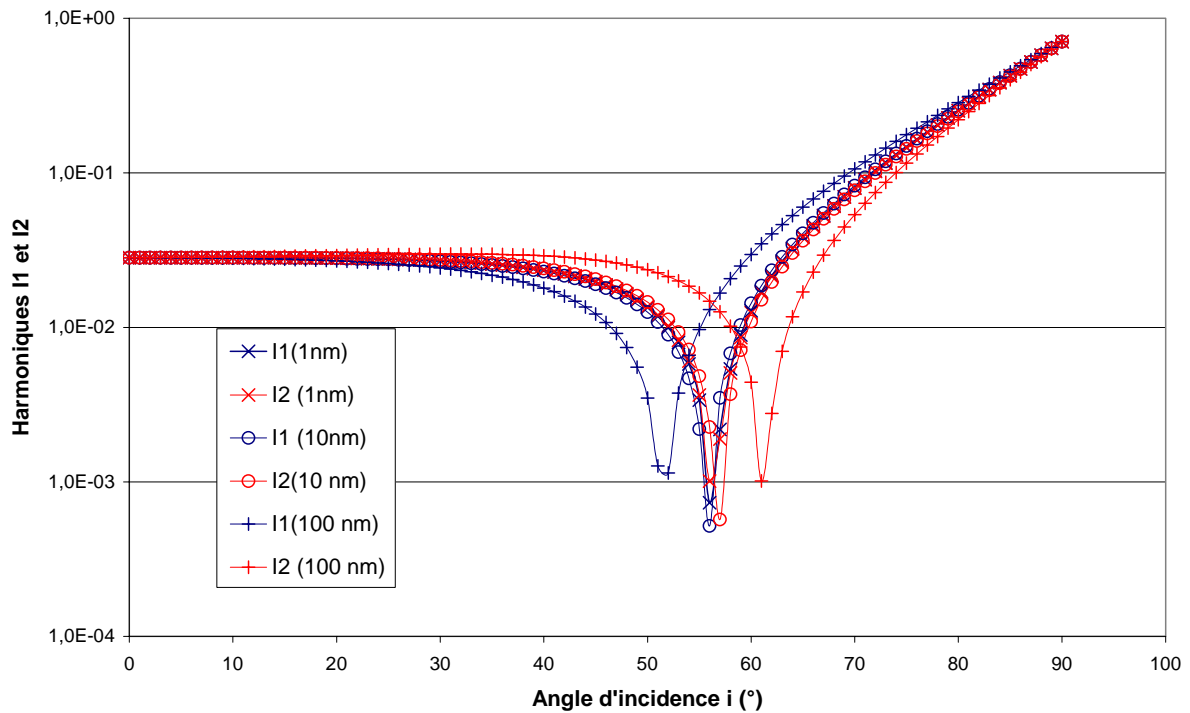


Figure II.31

Variations théoriques des valeurs absolues des harmoniques Ω et 2Ω , en présence de la lame déphasante, dans le cas d'une couche d'indice $n = 1,6$ déposée sur un substrat d'indice $n_s = 1,5$. Différentes épaisseurs de la couche sont considérées.

Nous remarquons que l'introduction d'une lame déphasante conduit à la présence de zéros sur chacune des deux harmoniques, se traduisant par un pic sur les courbes tracées en valeurs absolues.

D'après les expressions (38), nous pouvons étudier la manière dont varie la position des pics des deux harmoniques en fonction de Δ , donc de l'épaisseur optique de la couche présente sur le substrat :

$$\begin{aligned}
I_{\Omega} = 0 \text{ pour } \Delta = \frac{1}{2} \frac{f^2 - e^2}{gf - he} \text{ d'où } ne = \frac{\lambda}{4\pi \cos\theta} \frac{f^2 - e^2}{gf - he} = C_1(\theta_0) \\
I_{2\Omega} = 0 \text{ pour } \Delta = \frac{1}{2} \frac{e^2 - f^2}{gf - he} \text{ d'où } ne = \frac{\lambda}{4\pi \cos\theta} \frac{e^2 - f^2}{gf - he} = C_2(\theta_0)
\end{aligned}
\tag{39}$$

Nous représentons sur la figure II.32 les courbes C_1 et C_2 , qui conduisent donc à la détermination de l'épaisseur optique. Cette détermination ne requiert pas d'étalonnage, ce qui constitue un atout majeur et justifie l'introduction de la lame déphasante. Par ailleurs, la présence de deux pics disjoints permet de détecter sans ambiguïté la présence d'une couche de passage, sans avoir connaissance de l'indice du substrat.

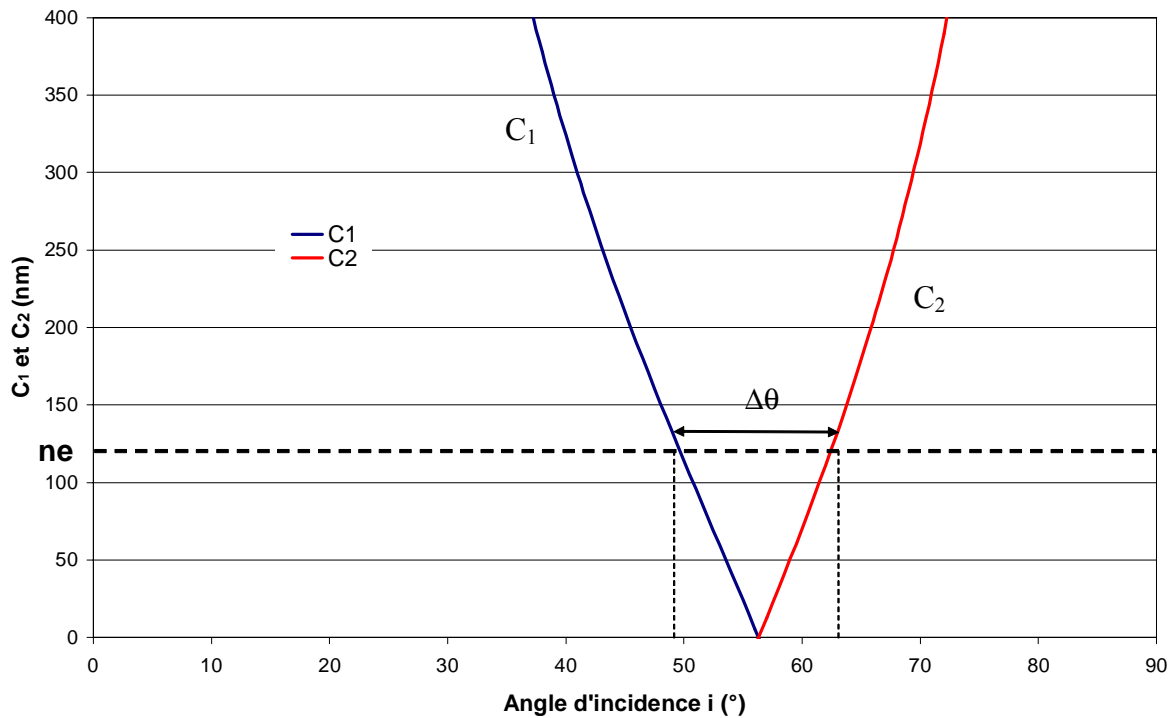


Figure II.32

Evolution de la position angulaire de chacun des zéros des harmoniques (abscisses) en fonction de l'épaisseur optique $n.e$ de la couche (ordonnées).

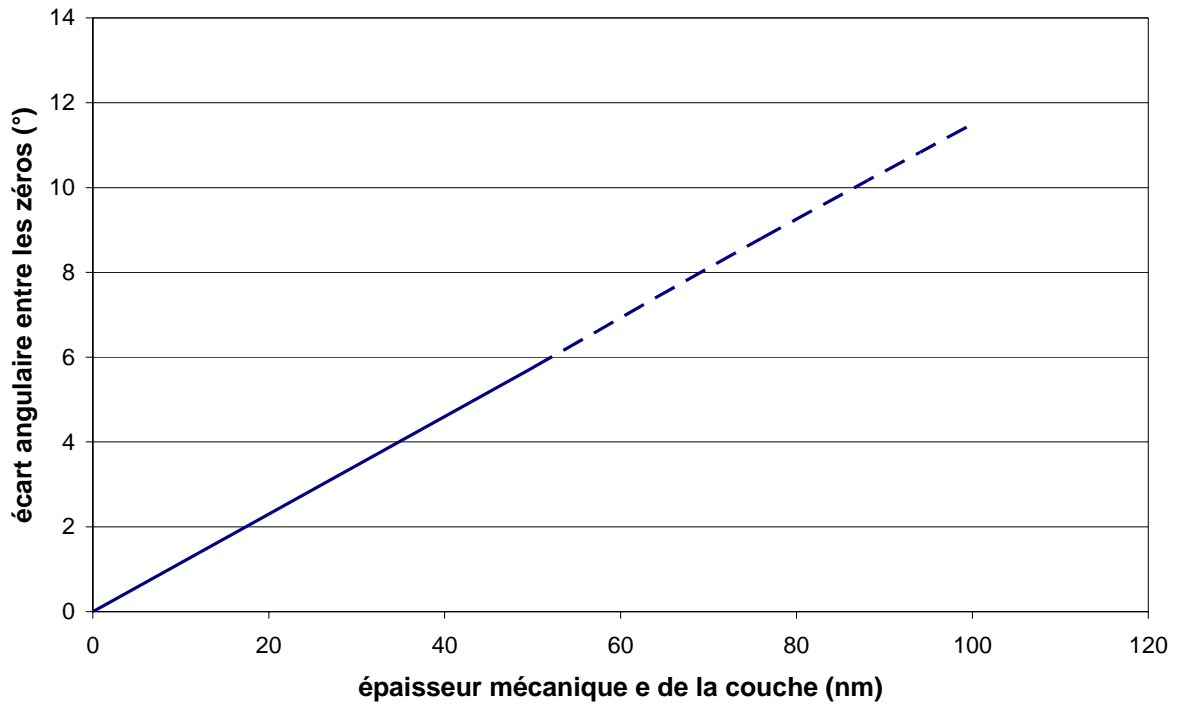


Figure II.33

Evolution de l'écart angulaire entre les 2 zéros des harmoniques en fonction de l'épaisseur mécanique e de la couche (en nm). Le substrat a pour indice $n_s=1,53$ et la couche $n=1,3$.

Nous mettons ici clairement en évidence la variation de la distance $\Delta\theta$ entre les zéros des deux harmoniques (ou les pics des valeurs absolues) en fonction de l'épaisseur optique $n.e$ de la couche présente sur le substrat (figure II.33). Les angles d'incidence, pour lesquels les deux harmoniques s'annulent, s'éloignent de part et d'autre du brewster lorsque l'épaisseur de la couche augmente. Il est donc possible, à partir de la détection des zéros des harmoniques de déterminer l'épaisseur optique de la couche. Cette remarque est importante d'un point de vue métrologique car il n'est pas nécessaire d'étalonner le banc. La seule connaissance des incidences pour lesquelles les harmoniques s'annulent suffit.

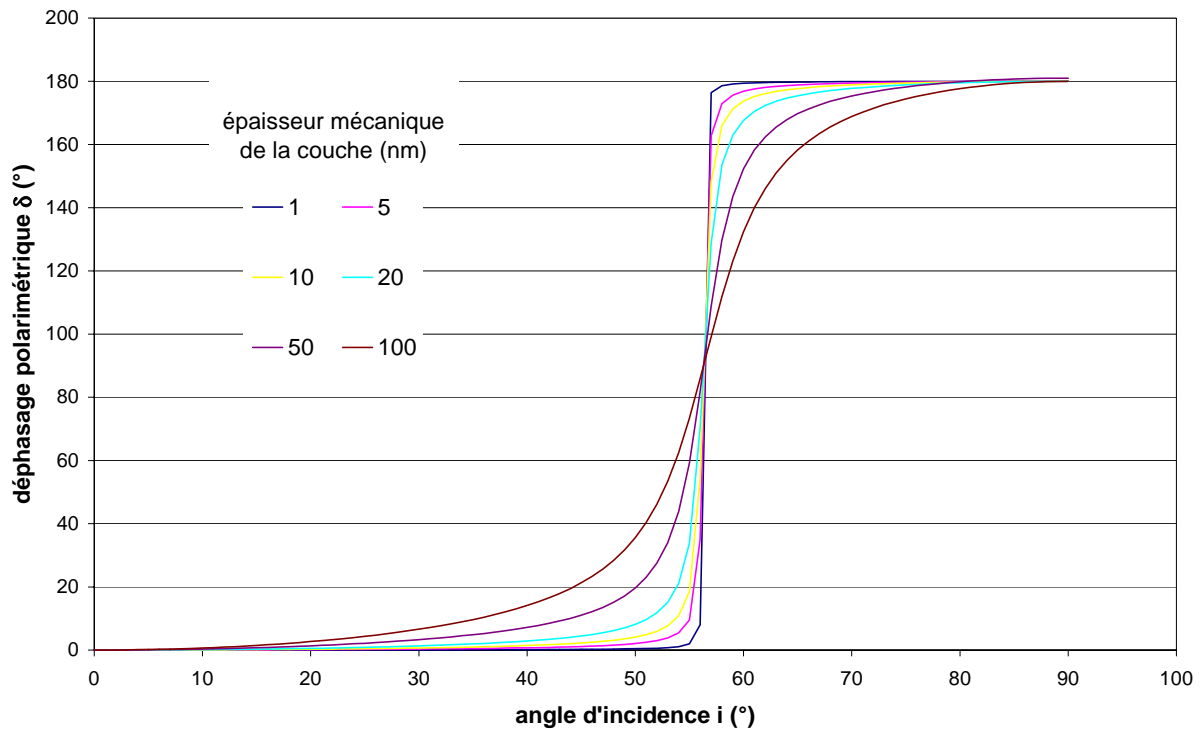


Figure II.34

Variations du déphasage polarimétrique en fonction de l'angle d'incidence pour un substrat de verre ($n=1,53$) en présence d'une couche de passage ($n=1,3$) d'épaisseur variable. Le paramètre variable sur les courbes de la figure est l'épaisseur mécanique e , exprimée en nm.

2. Calculs numériques pour des couches épaisses

Les expressions et les courbes précédentes ont été obtenues à partir d'une approximation au premier ordre pour mettre en évidence analytiquement les divers comportements. Pour des épaisseurs optiques de la couche plus importantes, les formules du paragraphe précédent doivent être programmées numériquement sans approximations. Nous pouvons alors calculer les variations de la distance entre les zéros des deux harmoniques en fonction de l'épaisseur optique de la couche présente sur le substrat, ainsi que la position angulaire du pseudo brewster (repérée par le minimum de R_p).

L'évolution de l'écart angulaire entre les zéros des deux harmoniques, en fonction de l'épaisseur de la couche de passage, a été donnée sur la figure II.34 dans le cas d'épaisseurs faibles : le calcul est au premier ordre, à partir des formules (39). Dans le cas général, nous avons calculé de manière rigoureuse cet écart, pour un substrat d'indice 1,53 et une couche d'indice 1,3. L'épaisseur de la couche varie de 0 à 1 μm (figure II.35).

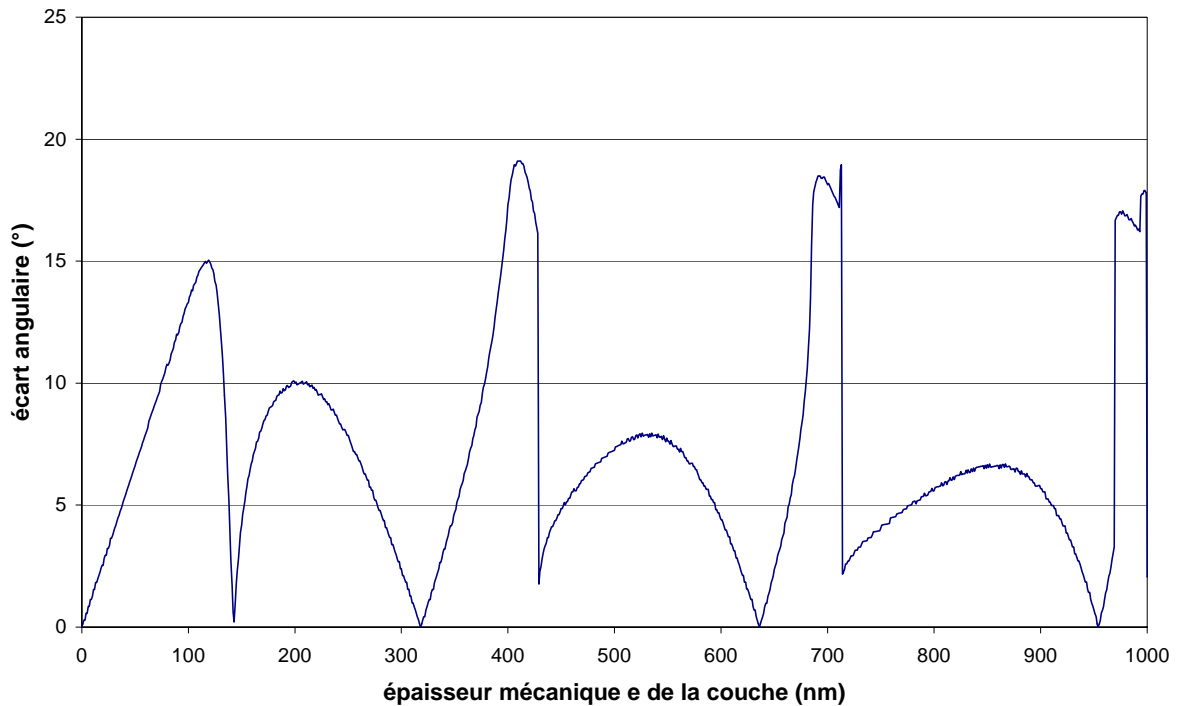


Figure II.35

Evolution de l'écart angulaire entre les 2 zéros des harmoniques en fonction de l'épaisseur mécanique de la couche (en nm). Le substrat a pour indice $n_s = 1,53$ et la couche $n = 1,3$.

Nous pouvons faire plusieurs remarques. D'une part, pour des épaisseurs faibles, l'écart angulaire entre les zéros est linéaire avec l'épaisseur de la couche (pour des épaisseurs inférieures à 110 nm). Nous retrouvons donc le résultat énoncé dans le cadre du premier ordre. Cependant, comme nous l'avons dit, la principale différence vient de la position du pseudo brewster. Dès que l'épaisseur de la couche dépasse 30 nm, on observe un décalage significatif, ce qui n'est pas prévisible dans le développement au premier ordre. D'autre part, pour des épaisseurs de couche plus importantes, l'écart angulaire entre les deux zéros n'est plus linéaire. Cet écart s'annule pour certaines épaisseurs, de façon périodique (318 nm, 636 nm, 954 nm, etc.). Pour un écart angulaire donné, il existe donc plusieurs solutions donnant l'épaisseur de la couche. Il est donc important d'insister sur le fait que cette approche ne peut être envisagée que pour l'étude de l'état de surface d'un matériau, c'est-à-dire la détection de la présence éventuelle d'une couche très mince en surface (suite à l'oxydation du matériau, à la présence d'une couche d'eau, à sa contamination, à son vieillissement, etc.) et n'est pas une mesure *classique* d'ellipsométrie pour laquelle on chercherait les indices et épaisseurs des couches.

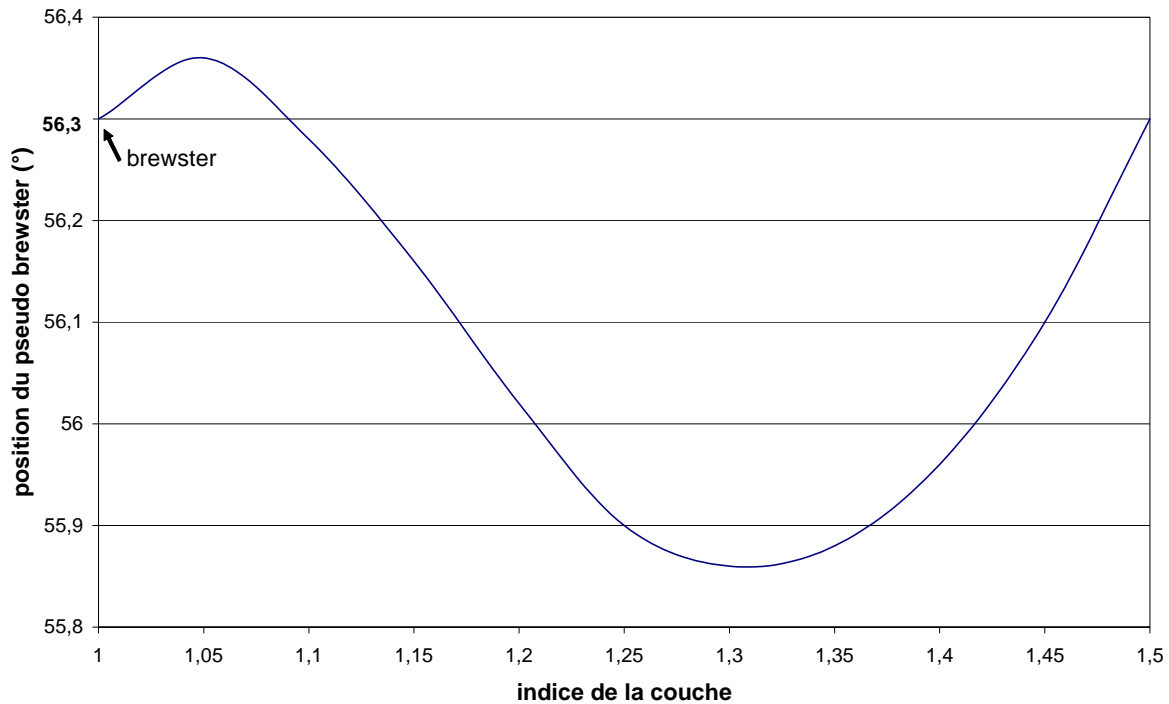


Figure II.36

Evolution de la position du pseudo brewster en fonction de l'épaisseur mécanique de la couche (en nm). Le substrat a pour indice $n_s = 1,5$ et la couche $n = 1,3$.

Nous avons également observé le comportement théorique du pseudo brewster lorsque l'épaisseur de la couche est fixe et que l'indice varie (figure II.36). Pour un substrat d'indice $n_s = 1,5$ et une couche d'épaisseur $e = 30$ nm, lorsque l'indice n varie entre 1 et 1,5, la position du pseudo brewster oscille entre $55,86^\circ$ et $56,36^\circ$.

Pour des épaisseurs de couches plus importantes (de l'ordre du μm), ou pour des couches d'indice supérieur au substrat, le déplacement du pseudo brewster peut être beaucoup plus important ; le coefficient de réflexion R_p peut présenter plusieurs minima, ou au contraire aucun. Ce sujet ayant été largement traité par ailleurs (voir par exemple [42]), nous n'y reviendrons pas.

3. Détermination de l'indice et de l'épaisseur pour des couches épaisses

Dans un premier temps, nous avons montré, au premier ordre, que l'écart angulaire entre les zéros des harmoniques est proportionnel à l'épaisseur optique $n.e$ de la couche. Cependant, le domaine de validité du premier ordre est limité ; il prévoit que la position angulaire du pseudo-brewster ne dépend pas de l'épaisseur optique de la couche. Or, dès que

l'épaisseur e dépasse quelques dizaines de nm, le premier ordre ne peut plus être utilisé. Il n'existe plus de relation simple entre les zéros des harmoniques, la position du pseudo-brewster et l'épaisseur optique de la couche. Il faut alors programmer les équations théoriques sans approximation et calculer le déphasage polarimétrique. Ensuite, on va chercher à approximer la courbe du déphasage polarimétrique mesuré avec la courbe théorique. Pour cela, les inconnues du problème sont l'épaisseur e de la couche et son indice optique n . On suppose que l'indice du substrat n_s est connu. Pour les variables $(n ; e)$, on impose un intervalle de validité. Dans l'exemple ci-dessous, on cherche les propriétés de la couche de passage pour un échantillon de type Schott. L'indice du substrat est $n_s = 1,528$. Pour n et e , on se limite aux intervalles suivants :

$$\begin{aligned} n_0 < n < n_s \\ 0 \text{ nm} < e < 100 \text{ nm} \end{aligned}$$

Les limitations sur n sont évidentes. En ce qui concerne e , l'échantillon est un verre poli ; la couche recherchée est donc mince, bien inférieure à 100 nm.

Pour chaque couple $(n ; e)$ pris dans les intervalles ci-dessus, on va calculer l'écart entre la mesure du déphasage polarimétrique et la courbe théorique du déphasage correspondant au couple $(n ; e)$. Nous avons choisi l'écart quadratique défini par :

$$\text{écart} = \sum_{\theta_i = \theta_{\min}}^{\theta_{\max}} (\delta_{\text{théorique}}(\theta_i) - \delta_{\text{mesure}}(\theta_i))^2$$

Le couple $(n ; e)$ recherché correspond à l'écart minimum entre les courbes théorique et expérimentale.

La figure II.37 représente le résultat des simulations. Le principal résultat qui se dégage est que le minimum est unique : il existe un seul couple $(n ; e)$ qui permet de simuler correctement la mesure.

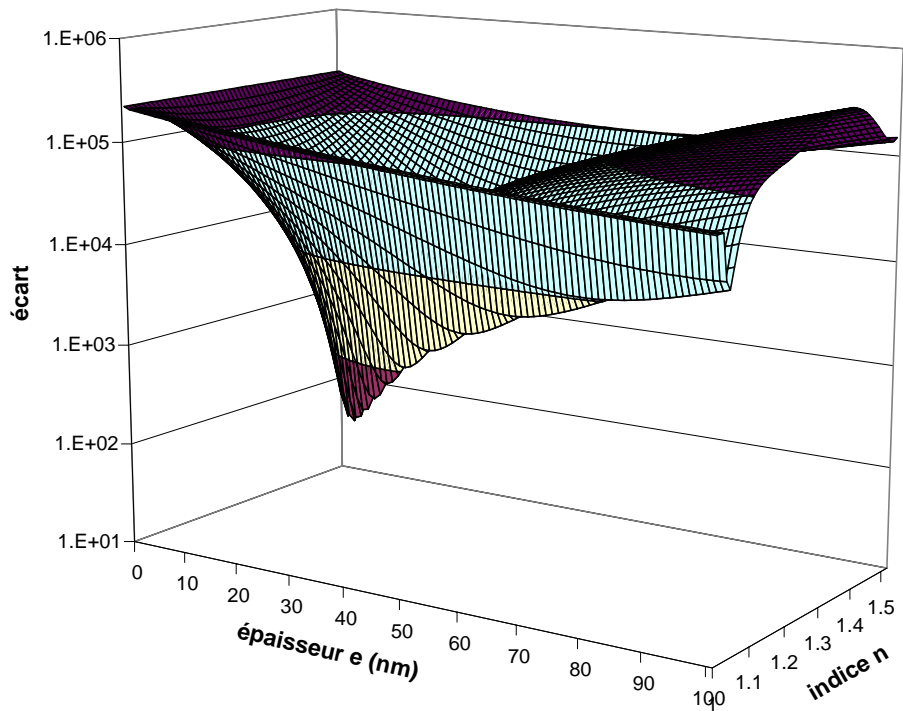


Figure II.37

Evolution de l'écart entre la courbe théorique et expérimentale, en fonction de n et e .

4. Application : mesures sur des échantillons d'état de surface différents

Afin d'illustrer les développements théoriques des paragraphes précédents, nous avons choisi de mesurer deux échantillons de type Schott RG1000. Ces échantillons sont identiques, leur surface est polie mais l'état de surface du second est légèrement dégradé par rapport au premier (vieillessement). Les résultats sont présentés sur les figures II.38 à II.41.

La première mesure (figure II.38) nous donne un écart angulaire de 1.9° environ, contre $3,5^\circ$ pour le second (figure II.40). La précision est de l'ordre de $0,1^\circ$.

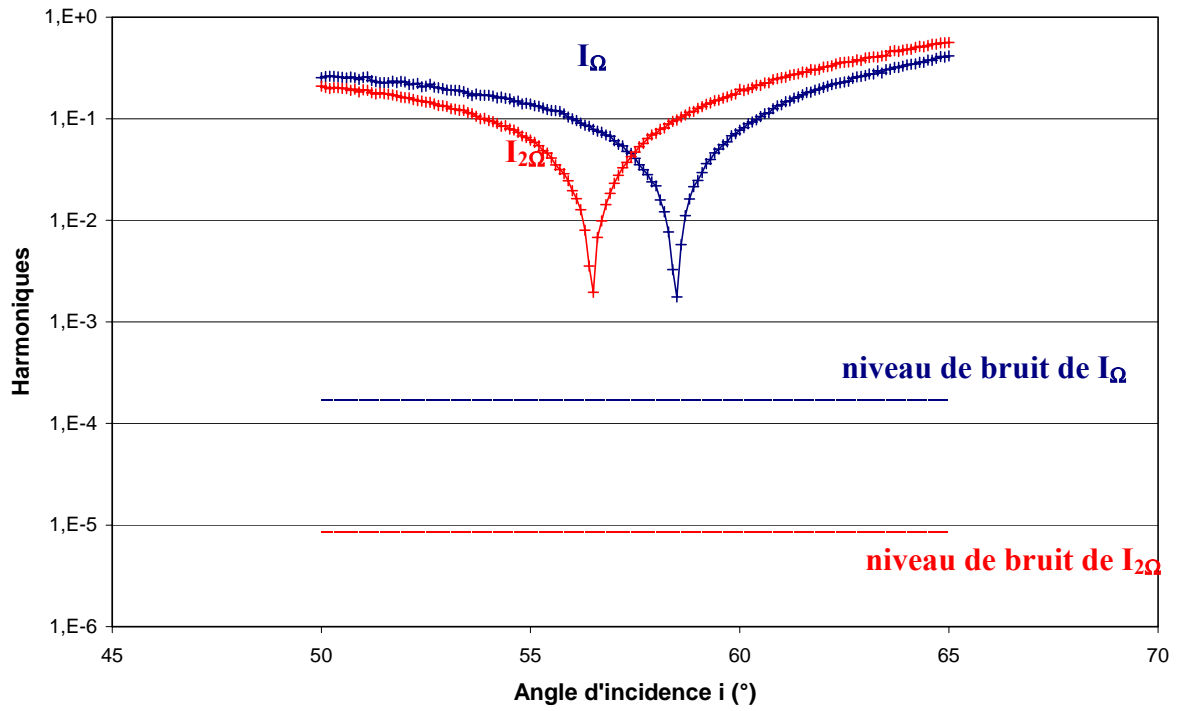


Figure II.38
Mesures des harmoniques sur le premier échantillon.

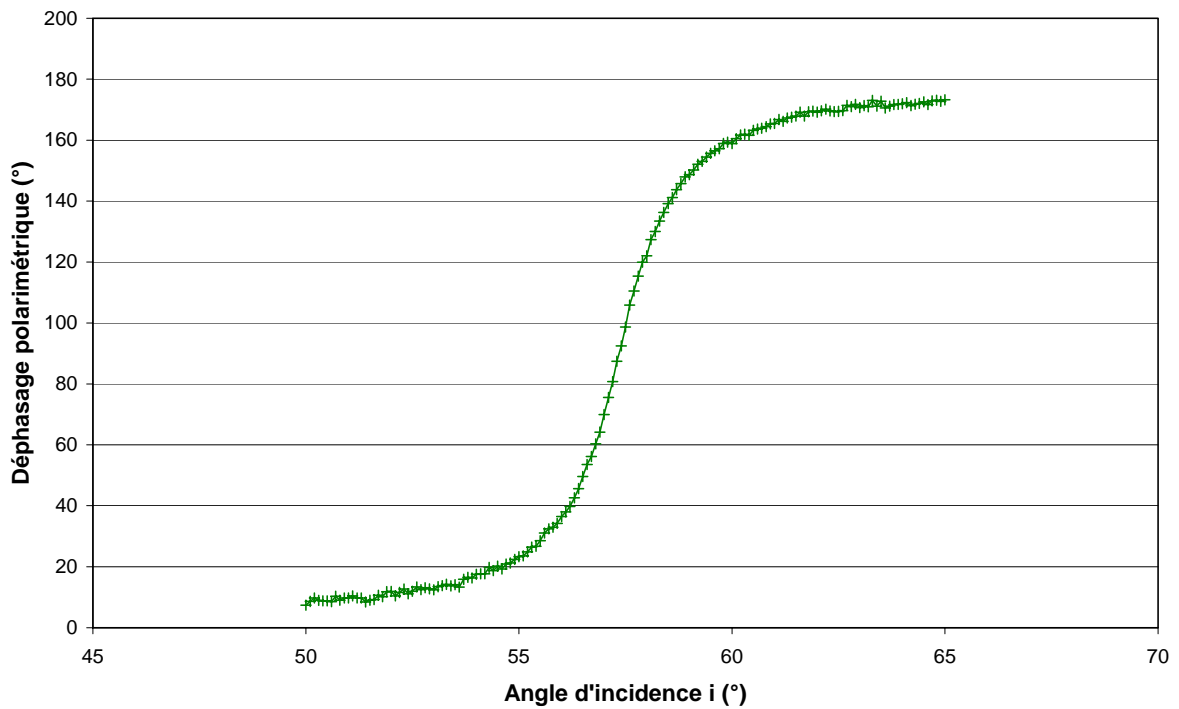


Figure II.39
Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

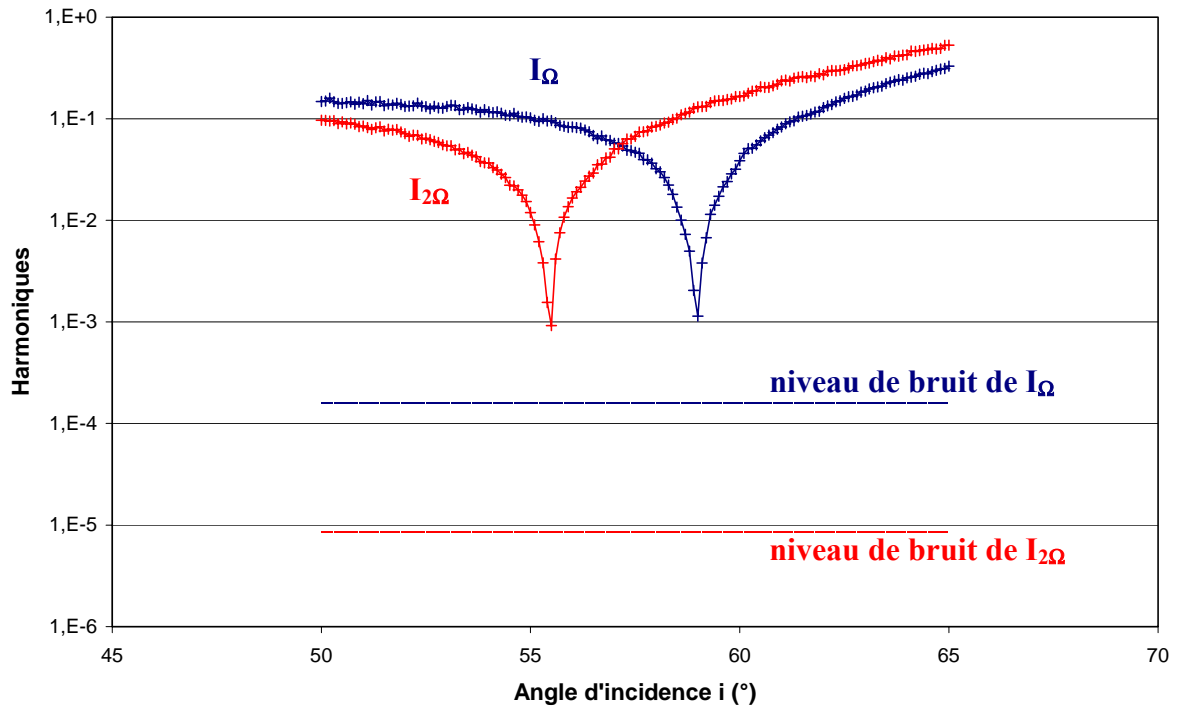


Figure II.40

Mesures des harmoniques sur le second échantillon. La surface est légèrement dégradée.

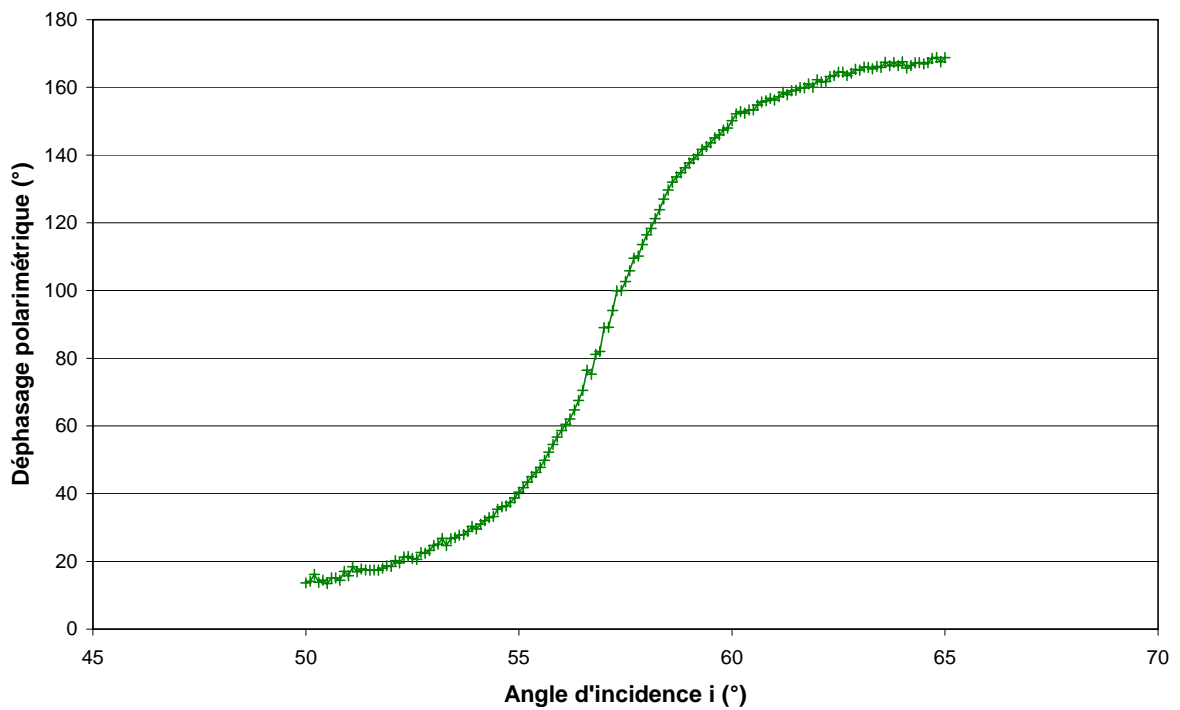


Figure II.41

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

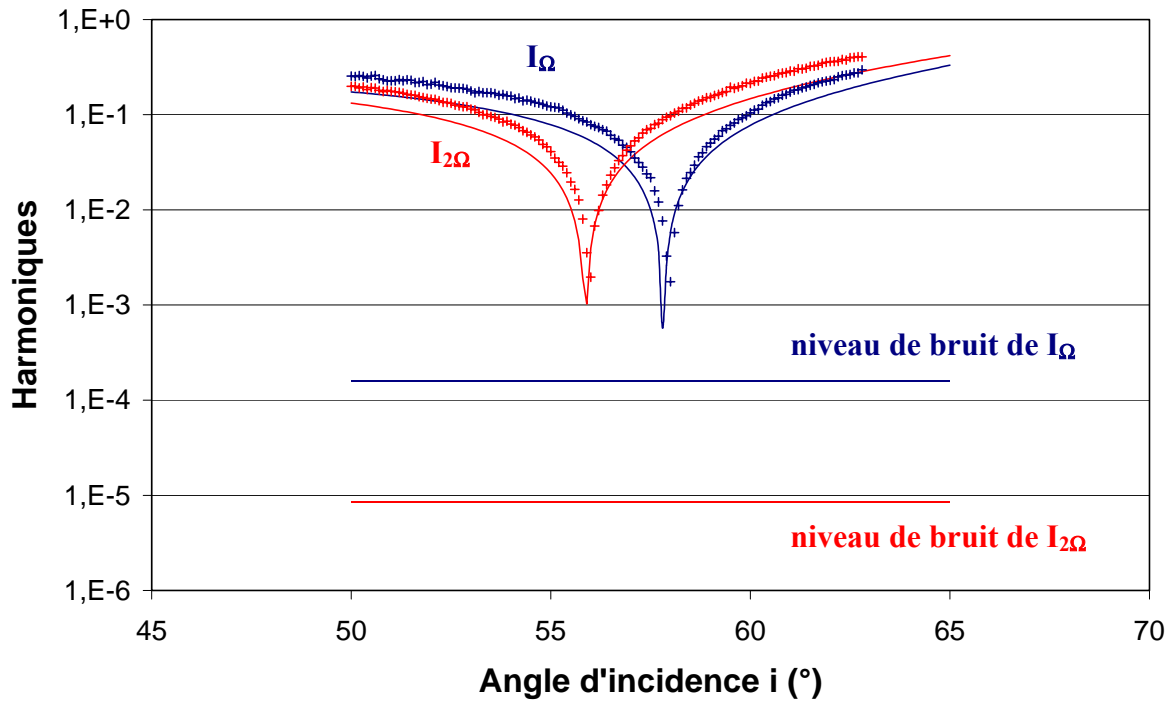


Figure II.42
Comparaison entre la mesure et la théorie pour le premier échantillon.

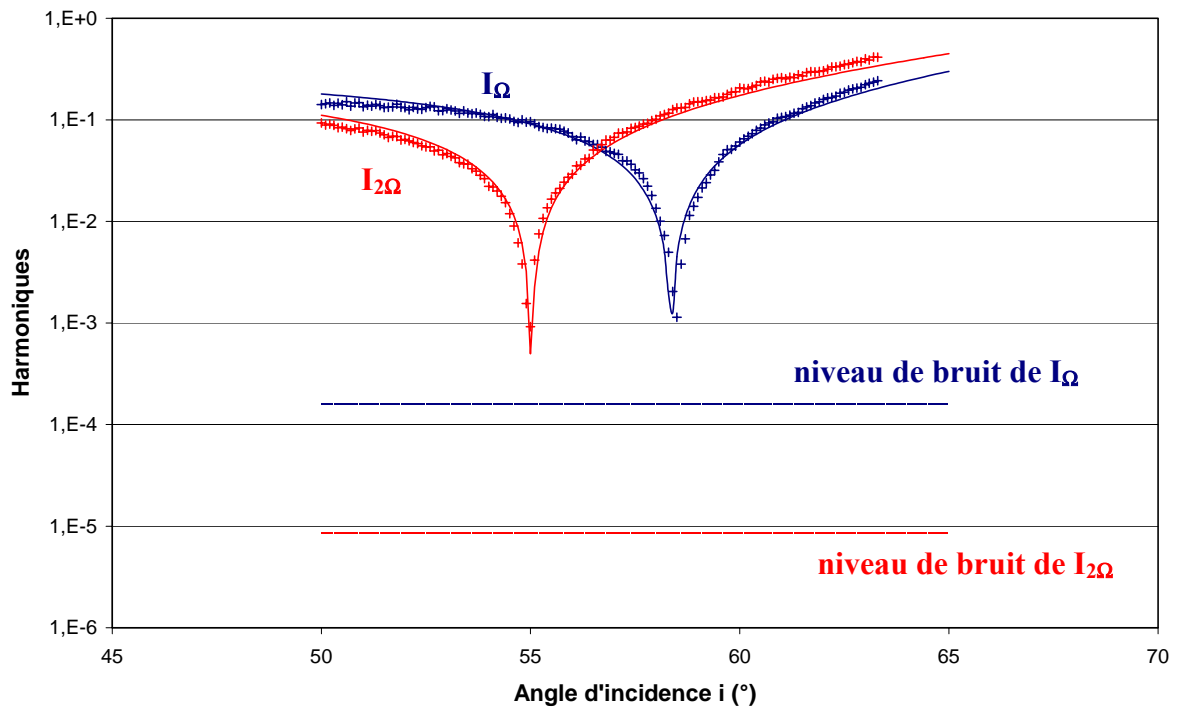


Figure II.43
Comparaison entre la mesure et la théorie pour le second échantillon.

Les figure II.42 et II.43 nous montrent en trait plein les simulations théoriques comparées aux mesures. L'indice du substrat est connu et égal à $n_s = 1.548$.

Le tableau II.44 résume le résultat des simulations, en recherchant la meilleure approximation entre la mesure et la théorie, telle que nous l'avons définie dans le paragraphe 3.

n° de l'échantillon	Indice de la couche	Epaisseur de la couche (nm)	Epaisseur optique de la couche (nm)
1	1,1	20	22
2	1,25	24	32

Figure II.44

Détermination de l'indice et de l'épaisseur de la couche de passage pour chacun des échantillons, en recherchant la meilleure approximation.

Les indices des couches peuvent sembler *fantaisistes* du fait de leurs faibles valeurs (inférieures à 1,3). Cependant, il s'agit ici de couches très minces et l'on peut supposer que la couche de passage n'est pas homogène : il faut alors utiliser des lois de mélange afin de déterminer un indice moyen n entre l'indice du substrat n_s et l'indice de l'air n_0 . L'expression la plus simple pour décrire ce type de couche est la loi de Maxwell Garnett [43][44] qui s'écrit :

$$n^2 = q \cdot n_s^2 + (1 - q) \cdot n_0^2 \quad (40)$$

Où q représente la compacité de la couche et peut être assimilée à la fraction volumique, dans la couche, du substrat par rapport à l'air. Dans ce cas, la couche de passage peut par exemple être assimilée à la rugosité de surface du substrat. L'épaisseur de cette couche est alors égale à la rugosité (figure II.45).

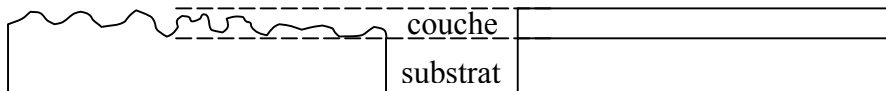


Figure II.45

Equivalence entre une couche rugueuse et une couche homogène.

A titre d'illustration, dans le cas d'un substrat d'indice $n_s = 1,5$ (l'indice de l'air n_0 est égal à 1), on obtient un indice moyen de la couche $n = 1,25$ pour une compacité q égale à 0,45.

Toutefois, dans le cas de ces verres, on ne peut négliger la partie imaginaire de l'indice de réfraction du substrat, qui peut modifier notre interprétation. En effet, comme illustré en figure II.46, les mêmes résultats peuvent s'expliquer avec un indice du substrat

$n_s = 1,528 + j \cdot 0,1$. On peut donc ici confondre l'absorption du substrat avec une couche de passage. Ce problème ne se pose plus pour les échantillons transparents du paragraphe suivant.

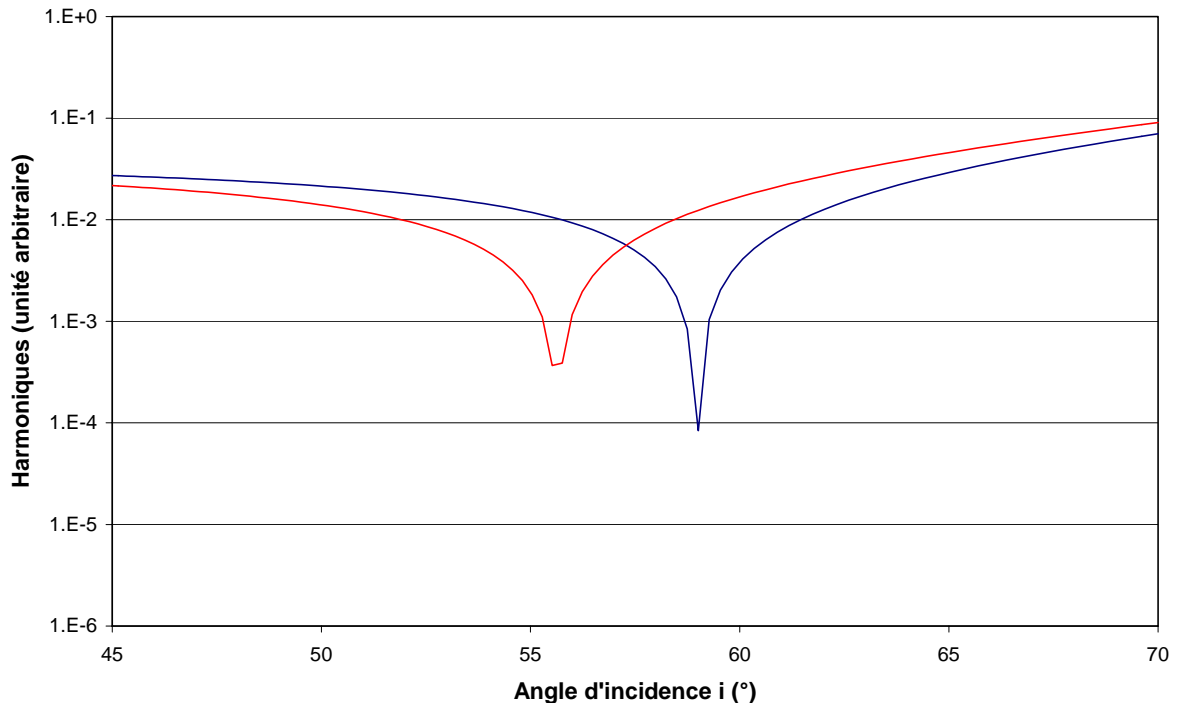


Figure II.46
Représentation des harmoniques dans le cas d'un substrat semi infini d'indice $n_s = 1,528 + j \cdot 0,1$.

5. Mesures de couches de passage liées au polissage : application à l'endommagement laser

Nous disposons de quatre prismes constitués de YAG (non dopés au Néodyme), polis spécifiquement sur l'hypoténuse. Deux d'entre eux ont été polis à la poudre diamantée (prismes 6 et 7) ; les 2 autres prismes ont subi une étape supplémentaire pour affiner le poli (prismes 2 et 3). Ces prismes sont destinés à être insérés dans une cavité laser.

Des observations par microscopie en fond noir ont été effectuées sur ces prismes pour caractériser l'état de propreté. Les résultats sont les suivants :

- Prisme 2 : Surface présentant très peu de défauts visibles
- Prisme 3 : Surface présentant de nombreux défauts visibles, des traces de nettoyage
- Prisme 6 : Nombreuses rayures et défauts visibles sur la surface
- Prisme 7 : Nombreuses rayures et défauts visibles sur la surface

Il semble que les procédés de nettoyage des prismes 2 et 3 aient été différents. Il ressort de ces observations que le prisme 2 est celui présentant la meilleure qualité de surface (par cette technique d'observation).

Nous avons d'une part mesuré les courbes de déphasage polarimétrique de ces quatre échantillons à l'aide de l'ellipsomètre, afin de détecter la présence d'une couche de passage due aux résidus de polissage (ainsi qu'à la rugosité résiduelle). D'autre part, les échantillons ont été testés en tenue au flux sur un banc du laboratoire (pour plus d'informations se reporter à [35] et [45]). Cette technique consiste à envoyer des impulsions laser de différentes densités d'énergie tout en réalisant une statistique en différents points de l'échantillon.

La procédure utilisée est la procédure 1-on-1, définie par la norme ISO 11254 [46], dans laquelle chaque site testé n'est irradié qu'une seule fois (une impulsion YAG de 7 ns). Pour une énergie donnée on irradie un nombre de sites $N = 30$. Après chaque tir on évalue grâce au microscope s'il y a eu endommagement. La probabilité d'endommagement estimée à cette énergie est alors n/N , où n est le nombre de sites ayant été endommagés. En répétant ceci pour des énergies différentes, on obtient la probabilité d'endommagement en fonction de la densité d'énergie (appelée courbe de seuil). Il y a endommagement lorsqu'une modification est visible au microscope Nomarski. Les tests ont été effectués avec le faisceau laser focalisé sur la face avant de l'hypoténuse des prismes.

Les courbes de probabilité d'endommagement obtenues dans ces conditions sont données en figure II.47. Pour chaque mesure, nous pouvons définir le seuil bas de tenue au flux de l'échantillon, en $J.cm^2$, correspondant à la densité minimum du faisceau incident pour laquelle il n'y a jamais endommagement. Plus le seuil bas est élevé, plus l'état de surface de l'échantillon est satisfaisant.

On montre aisément que ces courbes de seuil peuvent s'écrire, sous l'hypothèse que l'endommagement est lié à la présence de sites précurseurs [47], comme :

$$p(F) = 1 - \left(\frac{F}{T_S} \right)^{-\frac{S \cdot d_s}{2}} \quad (41)$$

Où F est la densité d'énergie ou fluence du faisceau (en $J.cm^{-2}$) ; d_s est la densité de sites précurseurs ; T_S est le seuil d'endommagement des défauts et S la surface du spot à $1/e^2$. Connaissant la taille du spot ($S = 35 \mu m^2$), on peut donc extraire la densité des sites précurseurs à partir des mesures réalisées (figure II.47). Les résultats sont résumés dans le tableau II.49.

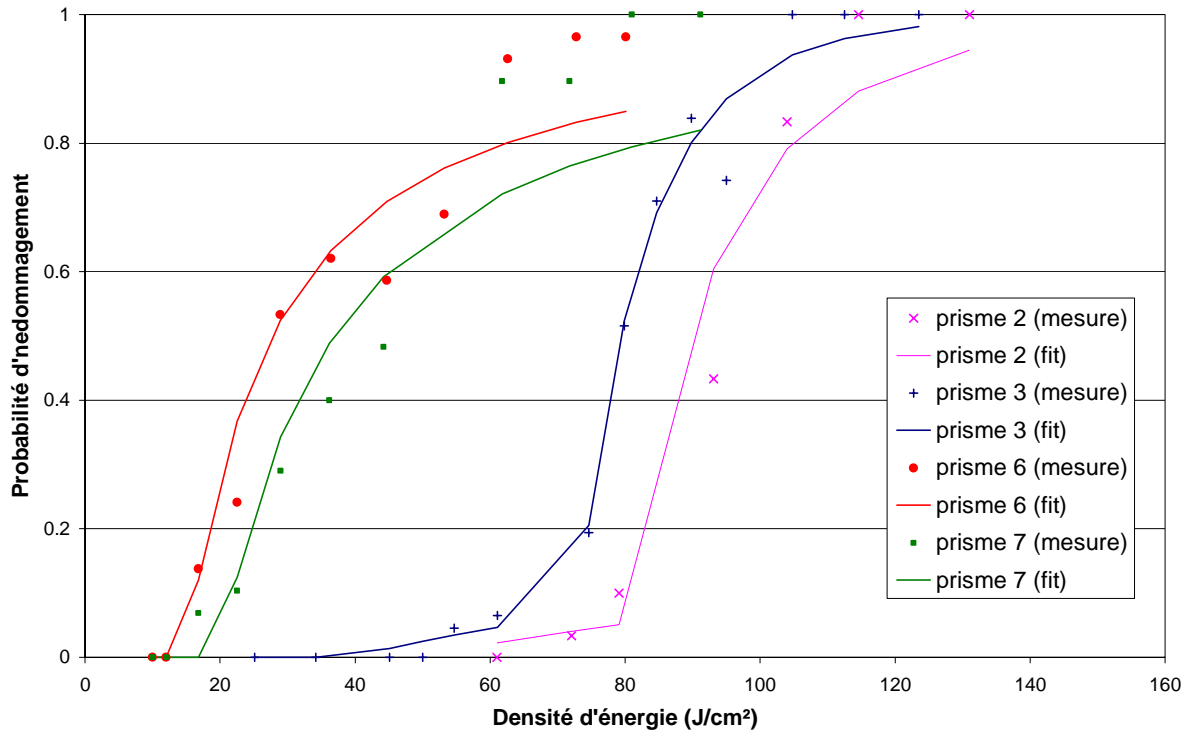


Figure II.47
Tenue au flux des différents échantillons.

Il ressort que les prismes 6 et 7 présentent globalement la même tenue au flux, et que les prismes 2 et 3 ont des tenues au flux grandement améliorées par la dernière étape de polissage. La différence de tenue au flux entre les prismes 2 et 3 peut s'expliquer par le moins bon nettoyage du prisme 3.

Nous présentons maintenant les mesures de déphasage polarimétrique autour de l'angle d'incidence correspondant au Brewster, afin de détecter la présence éventuelle d'une couche de passage sur ces mêmes échantillons, pour tenter une éventuelle corrélation avec les résultats de tenue au flux (figures II.48 et II.49).

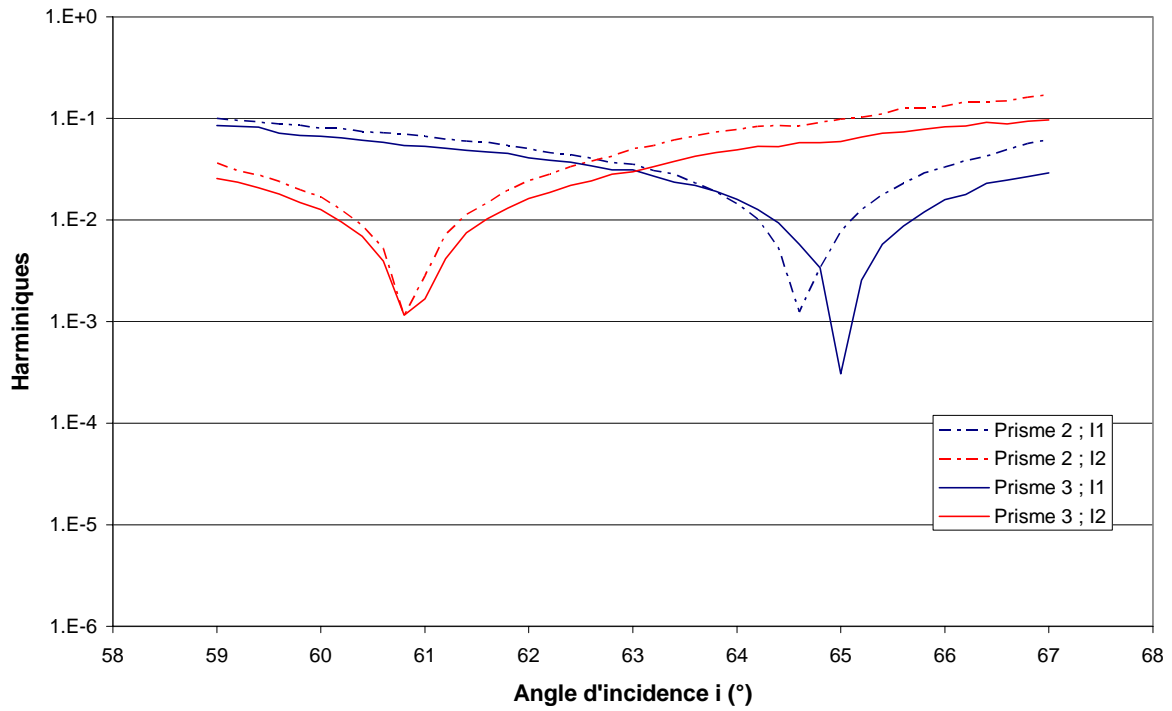


Figure II.48

Mesures des harmoniques autour de l'incidence du pseudo brewster pour les prismes 2 et 3.

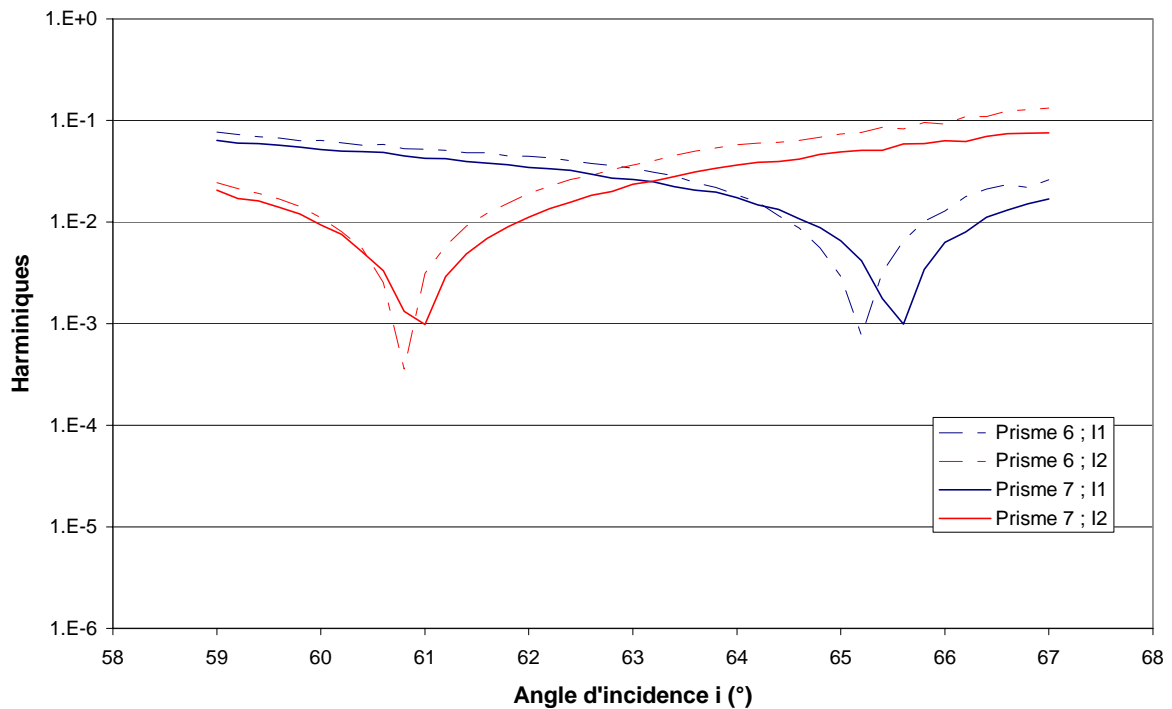


Figure II. 49

Mesures des harmoniques autour de l'incidence du pseudo brewster pour les prismes 6 et 7.

Les mesures de déphasage mettent en évidence une différence entre les quatre échantillons. Dans le paragraphe consacré aux développements théoriques, nous avons montré, au premier ordre, que l'écart angulaire entre les zéros des harmoniques augmente lorsque l'épaisseur optique de la couche augmente. Le tableau suivant synthétise les résultats obtenus par mesure de tenue au flux et par ellipsométrie (figure II.50)

n° du prisme	seuil bas de claquage (J/cm ²)	Densité de sites précurseurs (μm ⁻²)	écart angulaire entre les zéros (°)	Epaisseur optique de la couche (nm)
2	60	0,002	3,8	41
3	52	0,002	4,1	45
6	12	0,02	4,4	51
7	12	0,02	4,7	55

Figure II.50

Comparaison des résultats obtenus par endommagement laser et par ellipsométrie.

Nous pouvons observer qu'entre le prisme 2 et le prisme 7, l'écart angulaire entre les deux zéros augmente légèrement, de 3,8° à 4,7°. Ces deux résultats montrent que l'état de surface se dégrade légèrement entre les prismes 2 et 7.

Afin de valider les mesures, nous avons réalisé des simulations numériques, afin de chercher à déterminer l'épaisseur optique de la couche. L'indice du YAG est $n_s=1,83$. La meilleure approximation numérique donne une épaisseur optique $n.e$ de 41 nm pour le prisme 2 et de 55 nm pour le prisme 7.

Nous pouvons observer un déplacement significatif du pseudo brewster de cet empilement puisque l'angle de brewster du substrat nu de YAG est égal à 61,2°, alors que l'angle correspondant au pseudo brewster se situe aux environs de 63° pour les prismes. Les échantillons ont été polis à l'aide d'un abrasif à base de poudre diamantée (l'indice de réfraction du diamant est voisin de $n_{\text{diamant}} = 2,42$). Il n'est donc pas étonnant de trouver un indice de la couche intermédiaire entre celui du substrat et de l'abrasif. Pour les prismes, l'indice de la couche est de l'ordre de $n_s = 2$. Ici, la couche rugueuse est très certainement un mélange de substrat de YAG, d'air, de matériaux ayant servi au polissage et d'impuretés. Nous n'avons pas une connaissance précise du procédé de polissage ; aussi il n'est pas raisonnable de vouloir donner une loi de mélange de la couche. D'autres séries de mesures viendront compléter cette première série afin de conforter les résultats.

CHAPITRE III

ELLIPSOMETRIE SUR CHAMP DIFFUSE

CAS DU DOMAINE PERTURBATIF

Jusqu'ici nous avons présenté les équations de l'ellipsométrie relatives aux flux spéculaires, et avons validé le dispositif de mesure mis au point. Ces outils ont été en particulier appliqués à la détection de couches de passage sur des substrats nus, qui revêtent un intérêt majeur pour les phénomènes de faibles absorptions et diffusions. Précisons que l'instrument fonctionne parfaitement pour la détermination des variations du terme de phase, qui constitue ici la valeur ajoutée par rapport au potentiel préexistant au laboratoire (spectro-photométrie, M-lines, etc.). L'instrument pourra par la suite être perfectionné pour améliorer l'aspect classique de la métrologie, de façon à compléter nos outils de détermination d'indice forts utiles à la fabrication de filtres optiques. Notons encore que la mesure d'indices complexes des métaux trouvera, grâce à l'ellipsométrie, des solutions bien plus pratiques que celles déjà mises en œuvre au laboratoire et nécessitant le croisement de plusieurs mesures délicates [15].

Ce chapitre III est maintenant dévolu à l'étude de l'ellipsométrie sur champ diffus, donc en dehors des directions spéculaires. On se limite dans cette première étape aux composants faiblement perturbés, c'est-à-dire de qualité optique et donc responsables de faibles niveaux de diffusion. Dans ces conditions nous pouvons faire appel, pour l'aspect théorique, aux modèles électromagnétiques du premier ordre dont nous disposons pour les surfaces et volumes diffusants et insérés dans des multicouches. Ces modèles ne prédisant pas de changement de polarisation dans le plan d'incidence, les équations de l'ellipsométrie sont quasiment inchangées par rapport au cas spéculaire.

On verra tout d'abord comment l'extraction du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée dans chaque direction de l'espace, permet la séparation immédiate des effets de surface et de volume, ou la détection de faibles décorrélations verticales dans les composants multicouches. On s'intéressera ensuite à la mise au point du dispositif de mesure, dans des conditions bien plus délicates que précédemment, puisque les niveaux à mesurer n'excèdent pas quelques 10^{-4} ou 10^{-5} du flux incident. Enfin, ces outils sont appliqués à l'analyse de quelques échantillons, en particulier on mettra en évidence des phénomènes d'interférence entre surface et volume.

I. THEORIE DU PREMIER ORDRE

Les modèles électromagnétiques de calcul de la diffusion lumineuse sont développés depuis de nombreuses années à l'Institut Fresnel [23][24][26][28][33][48]. Dans le cas d'échantillons faiblement diffusants, on peut calculer, avec des théories perturbatives [49][50], la diffusion angulaire par des rugosités de surface, des hétérogénéités de volume, ou dans le cas d'empilements présentant différentes interfaces ou volumes diffusants [16][22][30]. Nous présentons ci dessous de façon succincte les résultats essentiels de cette modélisation, et montrerons par la suite l'importance de la forme de ces résultats pour l'interprétation des mesures ellipsométriques. Des détails sur cette modélisation théorique sont donnés en annexe I.

1. Eléments théoriques

Les modèles présentés ci-dessous s'appliquent à des composants de qualité optique, c'est-à-dire présentant des pertes par diffusion bien inférieures aux flux réfléchis et/ou transmis.

a. Diffusion de surface

Comme illustré en figure III.1, on considère une surface moyenne de profil $h_i(\mathbf{r})$ à l'intérieur d'un multicouche, avec $\mathbf{r} = (x,y)$. Le champ diffusé par cette interface dans la direction (θ,ϕ) en champ lointain (figure III.2) s'écrit comme :

$$\begin{aligned} A_S^i(\boldsymbol{\sigma}) &= \zeta_S^i(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \hat{h}_i(\boldsymbol{\sigma}) \\ A_P^i(\boldsymbol{\sigma}) &= \zeta_P^i(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \hat{h}_i(\boldsymbol{\sigma}) \end{aligned} \quad (1)$$

Où $A_{S \text{ ou } P}^i$ est l'amplitude du champ pour chaque polarisation et $\boldsymbol{\sigma}$ la pulsation spatiale :

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta \begin{vmatrix} \cos \phi \\ \sin \phi \end{vmatrix} \quad (2)$$

Avec λ la longueur d'onde du rayonnement incident.

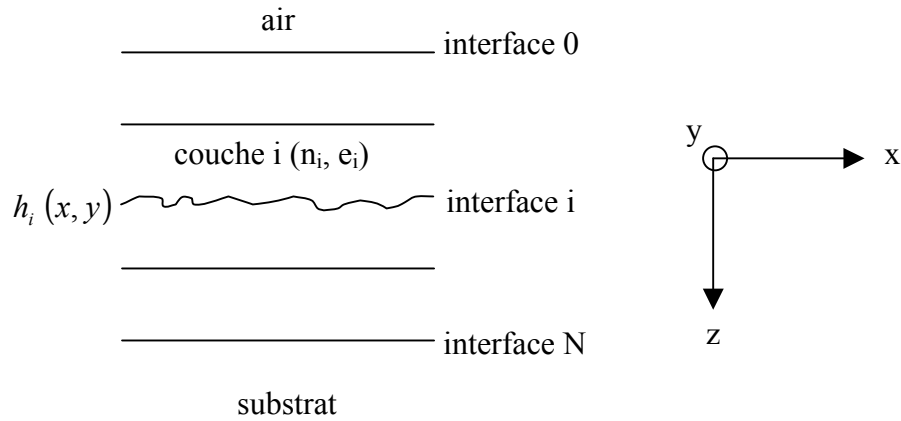


Figure III.1

Définition des paramètres opto-géométriques d'un multicouche pour le modèle surfacique. n_i et e_i désignent respectivement l'indice et l'épaisseur de la couche i .

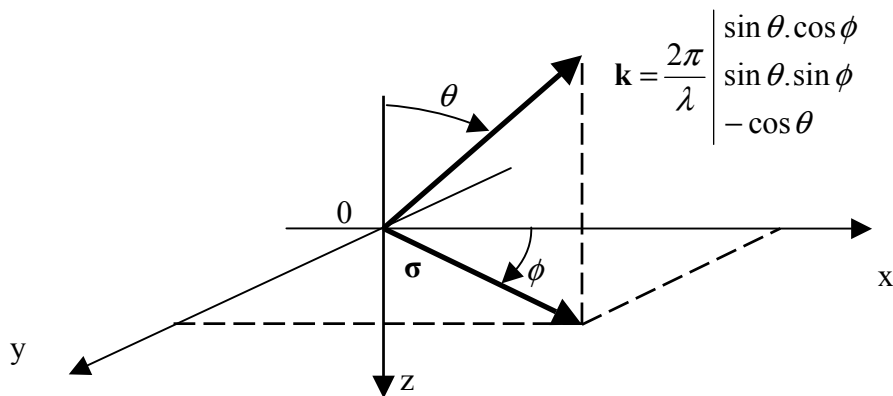


Figure III.2

Définition des angles (θ, ϕ) qui caractérisent une direction de diffusion.

Les coefficients $\zeta_{S \text{ ou } P}^i$ sont des fonctions optiques données par la théorie. Ils ne dépendent pas de la structure de l'interface rugueuse mais uniquement de la formule de l'empilement et des conditions d'éclairement et d'observation. A l'inverse, \hat{h}_i est la transformée de Fourier de l'interface i et rassemble donc toute l'information sur la structure :

$$\hat{h}(\boldsymbol{\sigma}) = \frac{1}{4\pi^2} \int_{\mathbf{r}} h(\mathbf{r}) \cdot e^{-j \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{r}} \cdot d\mathbf{r} \quad (3)$$

Dans le cas où toutes les interfaces de l'empilement sont rugueuses, le principe de superposition nous autorise à écrire l'amplitude du champ diffusé comme :

$$\begin{aligned} A_S &= \sum_{i=0}^N \zeta_i^S \cdot \hat{h}_i \\ A_P &= \sum_{i=0}^N \zeta_i^P \cdot \hat{h}_i \end{aligned} \quad (4)$$

De sorte que l'intensité diffusée prend la forme :

$$I(\theta, \phi) = \sum_{i,j} C_{ij} \cdot \alpha_{ij} \cdot \gamma_j \quad (5)$$

Avec :

$$\gamma_j = \frac{4\pi^2}{S} \left| \hat{h}_j(\sigma) \right|^2 \quad (6)$$

γ_j est le spectre de rugosité de la surface j (ou la transformée de Fourier de sa fonction d'auto-corrélation), avec S la surface éclairée. Les coefficients C_{ij} sont des facteurs optiques indépendants des rugosités. Enfin, α_{ij} désigne un coefficient de cohérence mutuelle entre les ondes diffusées par les surfaces i et j ; il est lié à la transformée de Fourier γ_{ij} de la fonction d'intercorrélacion entre ces surfaces :

$$\gamma_{ij} = \alpha_{ij} \cdot \gamma_j \quad (7)$$

Ainsi le flux diffusé peut s'écrire comme :

$$I = I_0 + I_1 \quad (8)$$

Où $I_0 = \sum_{j=0}^N C_{jj} \cdot \gamma_{jj}$ correspond à la diffusion dans le cas de surfaces décorréliées ($\alpha_{ij} = 0$ pour $i \neq j$) et $I_1 = \sum_{i \neq j} C_{ij} \cdot \alpha_{ij} \cdot \gamma_{jj}$ est un terme complémentaire qui permet de tenir compte des interférences entre les ondes diffusées par les différentes surfaces. Le cas $\alpha_{ij} = 1$ caractérise des surfaces identiques, ou totalement corrélées.

De façon générale, le coefficient d'intercorrélacion α_{ij} joue le rôle de cohérence mutuelle entre les diverses sources de diffusion aux interfaces. En particulier une valeur proche de l'unité ($\alpha_{ij} \approx 1$) peut conduire à une réduction de la diffusion après dépôt, grâce à un jeu d'interférences destructrices [18].

b. Diffusion de volume

Bien que la modélisation de la diffusion volumique soit très différente de la modélisation surfacique, elle conduit à des résultats théoriques similaires. En figure III.3, on s'intéresse au champ diffusé par un volume inséré dans un multicouche. Ce volume présente des variations aléatoires transverses de l'indice de réfraction, décrits par la fonction :

$$p_i(\mathbf{r}) = \frac{\Delta \epsilon_i}{\epsilon_i} \quad (9)$$

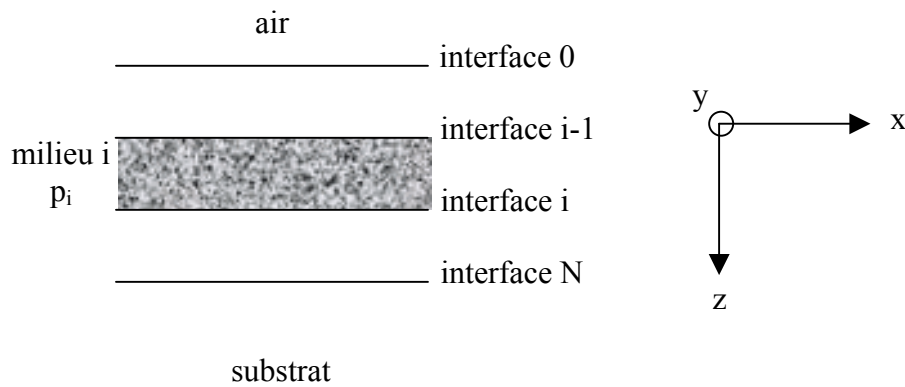


Figure III.3

Définition des paramètres opto-géométriques d'un multicouche pour le modèle volumique. p_i désigne l'hétérogénéité de la permittivité du milieu i .

Comme précédemment, le champ diffusé par ce volume se met sous la forme :

$$\begin{aligned} A_S^i &= \sum_{i=0}^N \zeta_i^S \cdot \hat{p}_i \\ A_P^i &= \sum_{i=0}^N \zeta_i^P \cdot \hat{p}_i \end{aligned} \quad (10)$$

Où les coefficients $\zeta_{S \text{ ou } P}^i$ sont donnés par la théorie volumique et ne dépendent pas de la structure des volumes. Dans le cas de plusieurs volumes, on aboutit pour l'intensité diffusée à :

$$I(\theta, \phi) = \sum_{i,j} C_{ij} \cdot \alpha_{ij} \cdot \gamma_j \quad (11)$$

Où $\gamma_j = \frac{4\pi^2}{S} |\hat{p}_j(\boldsymbol{\sigma})|^2$ désigne cette fois le spectre de permittivité du volume j , qui contient toute l'information sur la structure de ce volume.

Comme pour le cas surfacique, α_{ij} décrit la cohérence mutuelle entre les différentes sources de diffusion volumiques.

2. Séparation des effets de surface et de volume

A partir des équations précédentes, nous allons maintenant étudier le comportement théorique du déphasage polarimétrique en fonction de l'origine de la diffusion (surface ou volume), des conditions d'éclairement (angle d'incidence sur l'échantillon) et de la nature de l'échantillon (substrat seul, multicouche, etc.).

a. Cas d'un substrat semi infini

Dans ce cas, seule l'interface ou le volume du substrat intervient. Les coefficients de diffusion s'écrivent alors, pour une diffusion de surface :

$$\begin{aligned} v_s &= \frac{A_s}{A_0} = C_0^S \cdot \hat{h}_0 \\ v_p &= \frac{A_p}{A_0} = C_0^P \cdot \hat{h}_0 \end{aligned} \quad (12)$$

Avec h_0 le profil du substrat et A_0 l'amplitude de l'onde incidente. On peut ensuite calculer le déphasage polarimétrique :

$$\delta = \text{Arg}(v_s \cdot \bar{v}_p) = \text{Arg}(C_0^S \cdot \bar{C}_0^P \cdot \gamma_0) = \text{Arg}(C_0^S \cdot \bar{C}_0^P) \quad (13)$$

Ainsi, le terme de structure \hat{h}_0 , qui est indépendant de la polarisation, n'est plus contenu dans l'expression du déphasage polarimétrique. Il en est de même pour une diffusion d'origine volumique et nous pouvons conclure que seul l'argument du facteur optique $C_0^S \cdot \bar{C}_0^P$ intervient dans la valeur du déphasage. Ce facteur étant issu de la modélisation (surface ou volume), il permet ainsi d'identifier sans ambiguïté l'origine de la diffusion, et ceci quels que soient les paramètres de structure.

La figure III.4 illustre le comportement du déphasage polarimétrique en fonction de l'origine de la diffusion et des conditions d'éclairement. Nous avons choisi un substrat d'indice $n_s = 1,48$, éclairé sous deux incidences $i = 0^\circ$ et $i = 56^\circ$, à la longueur d'onde $\lambda = 633$ nm.

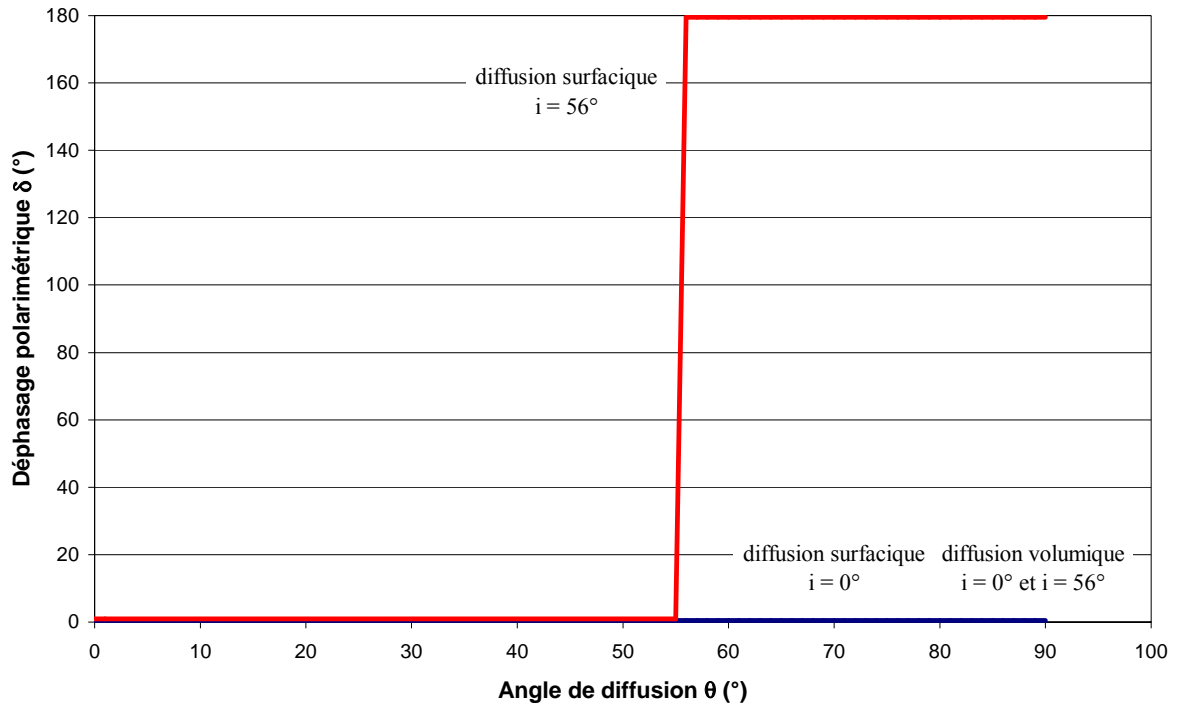


Figure III.4

Evolution du déphasage polarimétrique en fonction de l'origine de la diffusion et de l'angle d'incidence ($i = 0^\circ$ et 56°), dans le cas d'un substrat d'indice $n_s = 1,48$, à la longueur d'onde $\lambda = 633 \text{ nm}$.

Dans le cas d'un substrat semi infini, éclairé sous incidence normale, le comportement angulaire du déphasage polarimétrique est donc le même quelque soit l'origine de la diffusion, dans tout le domaine angulaire. Par contre, lorsque l'on éclaire l'échantillon sous incidence oblique, il apparaît un saut de phase dans le cas d'une diffusion d'origine surfacique, alors que le déphasage polarimétrique reste nul dans le cas d'une diffusion d'origine volumique. Dans cette configuration, il est donc facile de discriminer l'origine de la diffusion.

Dans l'exemple de la figure III.4, l'échantillon est éclairé au voisinage de son incidence de Brewster $i_B = 56^\circ$. Dans le cas général [26], l'angle de diffusion θ_B pour lequel intervient le saut de phase est donné par :

$$\theta_B = \frac{n_s^2 \cdot (n_s^2 - \sin^2 i)}{n_s^2 + (n_s^4 - 1) \cdot \sin^2 i} \quad (14)$$

Où i représente l'incidence d'éclairement. La figure III.5 nous donne l'évolution de θ_B en fonction de i .

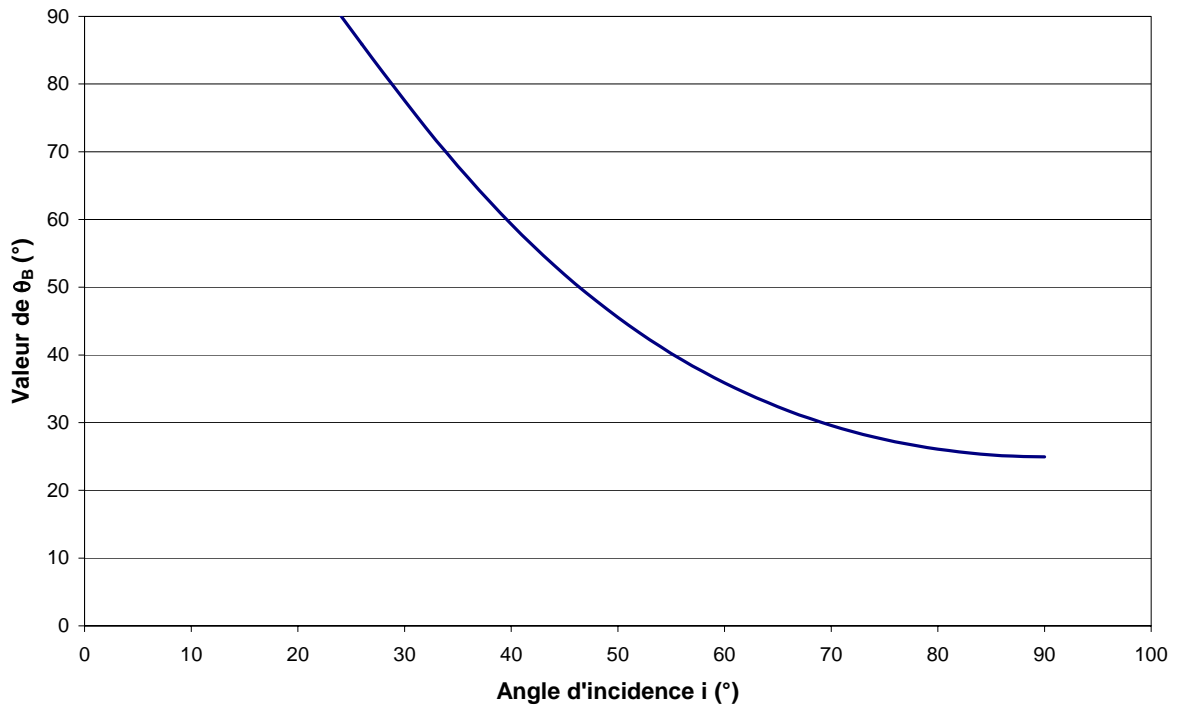


Figure III.5

Evolution de la position θ_B du saut de phase en fonction de l'angle d'incidence i . Le substrat est le même que précédemment.

b. Cas d'une couche mince unique

Nous présentons ici le cas d'une couche unique de haut indice. Comme dans le cas d'un substrat semi infini, le comportement de la phase diffère selon l'origine de la diffusion (figures III.6 et III.7). Sous incidence nulle, le comportement du déphasage polarimétrique n'est pas très différent suivant l'origine de la diffusion. Par contre, sous incidence oblique, il existe des écarts très significatifs et par conséquent faciles à mettre en évidence lors des mesures : dans le cas surfacique, on observe une forte variation de phase (130° dans notre exemple) dans le domaine angulaire, que l'on ne retrouve pas dans le cas volumique (30°).

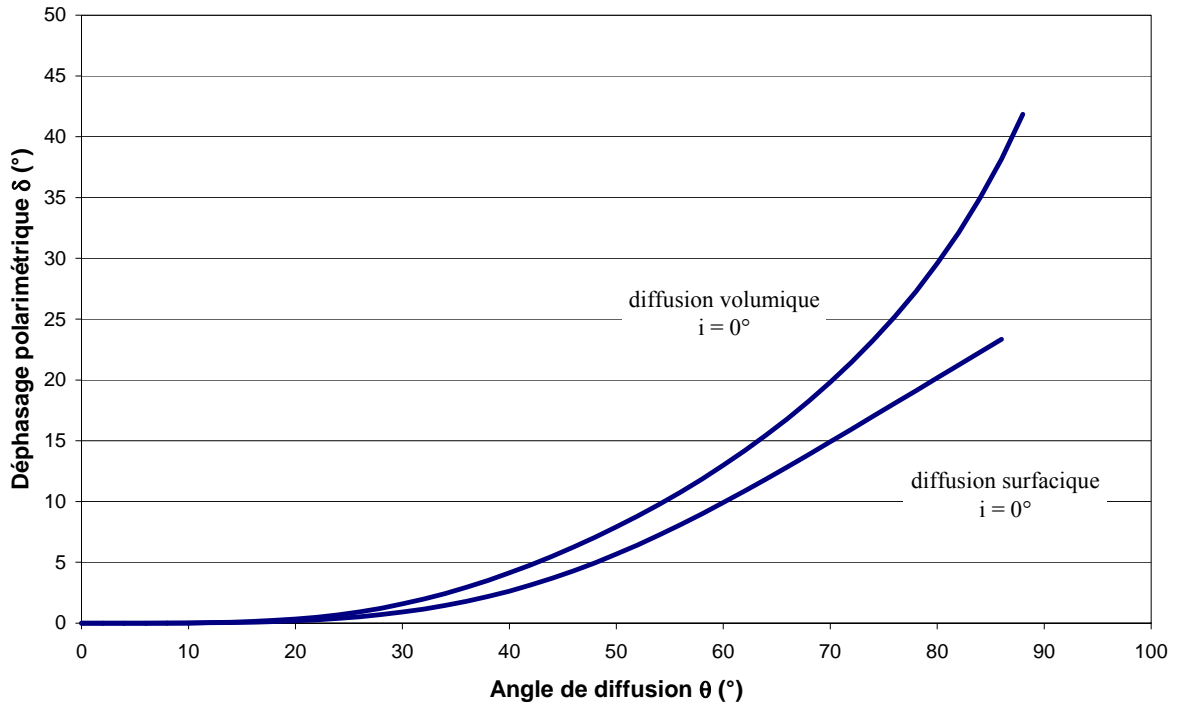


Figure III.6
 Evolution du déphasage polarimétrique sous incidence normale, dans le cas d'une couche demi onde haut indice.

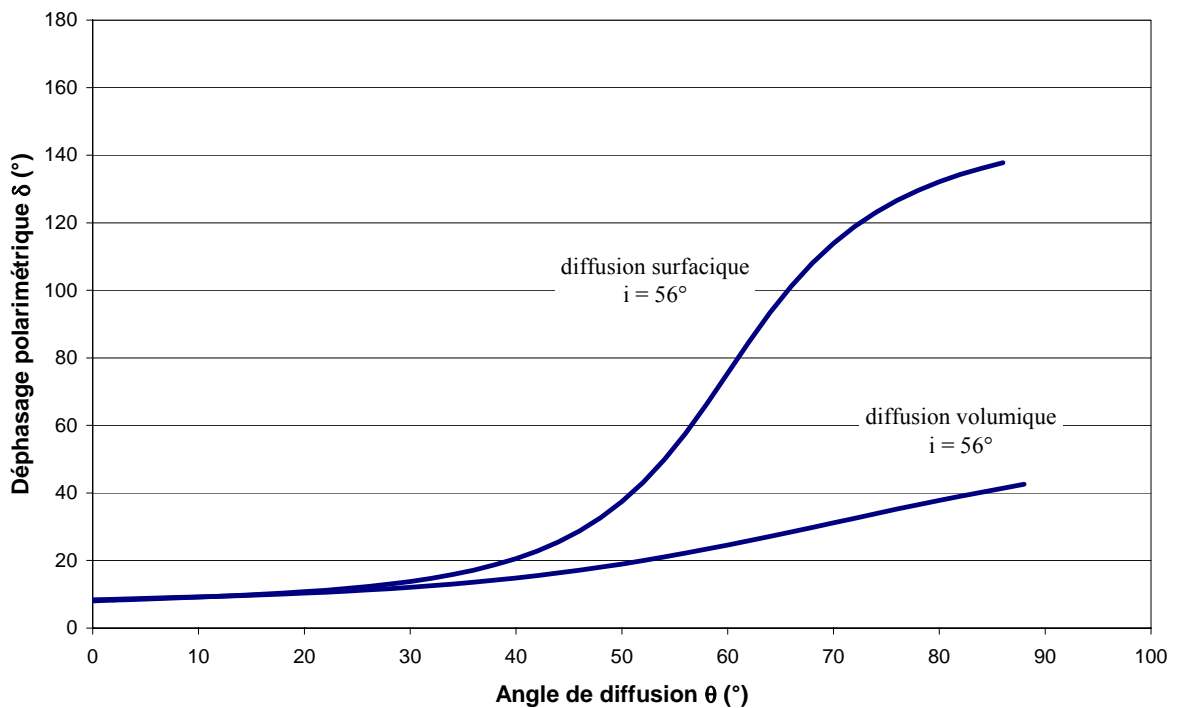


Figure III.7
 Evolution du déphasage polarimétrique sous incidence oblique ($i = 56^\circ$), dans le cas d'une couche demi d'onde haut indice.

c. Cas d'empilements quelconques corrélés

Les résultats présentés ci-dessus peuvent être généralisés pour des empilements plus complexes. En fonction du composant à étudier, si l'on choisit correctement les conditions d'éclairement, il est presque toujours possible de discriminer l'origine de la diffusion. De nombreuses simulations numériques sont présentées dans la thèse de Mme Deumié.

Toujours dans le cadre de composants faiblement perturbés, si l'on suppose que les interfaces ou les milieux sont parfaitement corrélés ($\alpha_{ij} = 1$), l'amplitude de l'onde diffusée peut s'écrire, dans le cas surfacique :

$$\begin{aligned} v_S &= \sum_{i=0}^N C_i^S \cdot \hat{h}_i = \hat{h}_S \cdot \sum_{i=0}^N C_i^S \\ v_P &= \sum_{i=0}^N C_i^P \cdot \hat{h}_i = \hat{h}_S \cdot \sum_{i=0}^N C_i^P \end{aligned} \quad (15)$$

Où h_S représente le profil du substrat. Dans ces conditions, le déphasage polarimétrique s'exprime comme :

$$\delta = \text{Arg}(v_S \cdot \bar{v}_P) = \text{Arg}\left(\gamma_S \cdot \sum_{i=0}^N C_i^S \cdot \sum_{j=0}^N \bar{C}_j^P\right) = \text{Arg}\left(\sum_{i,j} C_i^S \cdot \bar{C}_j^P\right) \quad (16)$$

En conséquence, les résultats précédents s'appliquent encore pour un multicouche à condition que les surfaces ou les volumes soient parfaitement corrélés. De façon plus précise, le déphasage polarimétrique d'un multicouche ne dépend que de l'origine de la diffusion, ce qui permet une discrimination immédiate quels que soient les paramètres de structure.

d. Cas d'empilements quelconques décorrelés

Dans le cas général où les empilements ne sont pas corrélés, les résultats précédents ne sont plus vrais et la moindre décorrélation crée des oscillations autour de la valeur moyenne du déphasage. Cela s'explique par la présence des coefficients complexes d'intercorrélation dans l'expression du déphasage polarimétrique :

$$\delta = \text{Arg}(v_S \cdot \bar{v}_P) = \text{Arg}\left(\sum_{i,j} C_i^S \cdot \bar{C}_j^P \cdot \alpha_{ij} \cdot \gamma_j\right) \quad (17)$$

Nous avons calculé le déphasage polarimétrique pour un empilement constitué d'un substrat d'indice $n_S = 1.536$ et d'une couche quart d'onde d'indice $n = 1.48$, éclairé en incidence oblique ($i = 56^\circ$), pour lequel le profil du substrat $h_0(\mathbf{r})$ et celui de la couche $h_1(\mathbf{r})$

sont décorrélés. Les profils ont été simulés par convolution d'un bruit blanc par une gaussienne et le coefficient de corrélation Γ entre les surfaces est ici défini par :

$$\Gamma = \frac{\int_r h_0(\mathbf{r}) \cdot h_1(\mathbf{r}) \cdot d\mathbf{r}}{\sqrt{\int_r h_0^2(\mathbf{r}) \cdot d\mathbf{r} \cdot \int_r h_1^2(\mathbf{r}) \cdot d\mathbf{r}}} \quad (18)$$

Ces résultats sont illustrés en figure III.8. En (a), les deux surfaces sont parfaitement corrélées ($h_0 = h_1$) et l'on remarque que la courbe du déphasage polarimétrique est lisse. En (b), bien que surfaces sont très faiblement décorrélées ($\Gamma = 0,9995$), les oscillations du déphasage polarimétrique sont significatives, ce qui montre une sensibilité extrême du déphasage vis-à-vis de la décorrélation des surfaces. En (c), le coefficient de corrélation Γ est de 0,95 et les oscillations ont une amplitude supérieure à 100° . Les profils choisis ont une rugosité de 100 nm et les oscillations sont donc significatives pour une décorrélation de l'ordre du nanomètre.

On peut remarquer que dans le cadre de la diffusion surfacique au premier ordre, les oscillations sont nulles pour les angles de diffusions proches de la direction spéculaire. En effet, les angles de diffusion proches du spéculaire sont associés aux basses fréquences des profils (donc à leurs plan moyen), qui restent inchangées lorsque la décorrélation augmente.

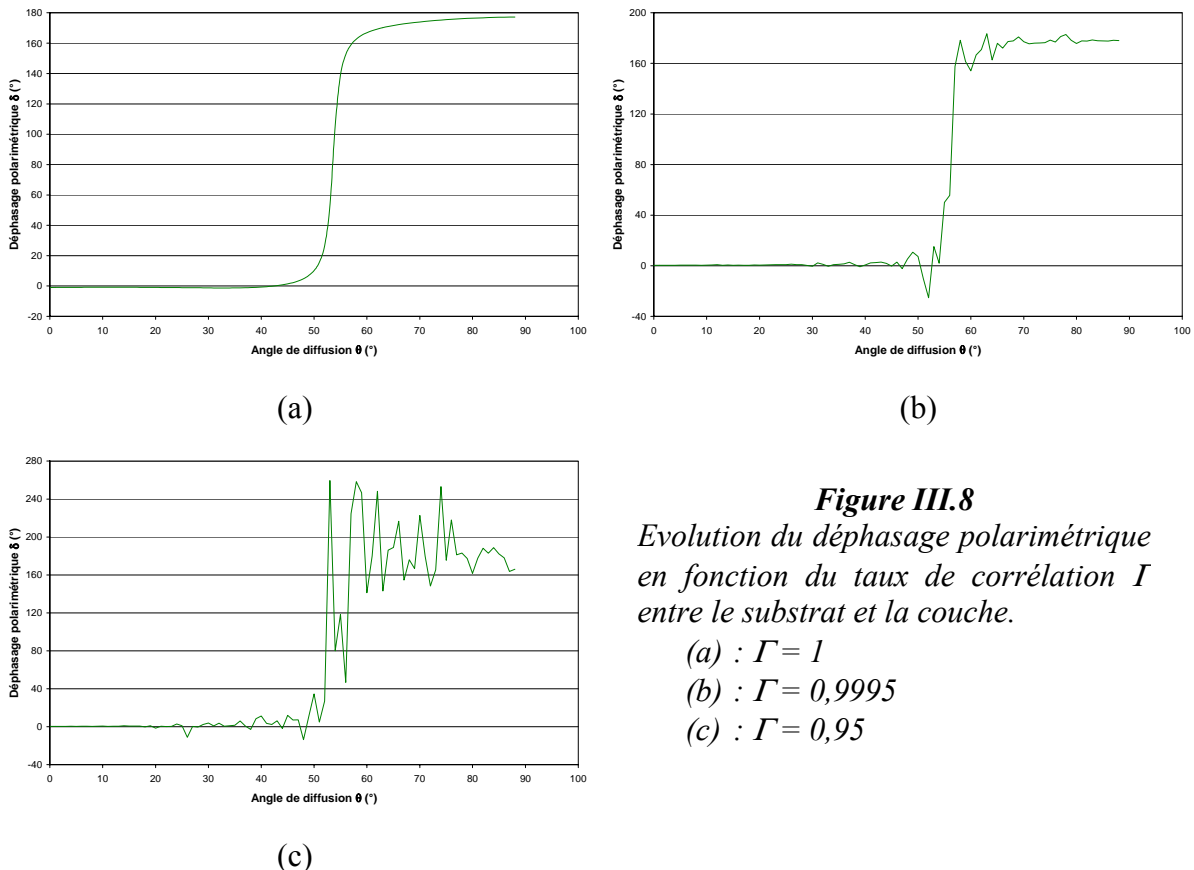


Figure III.8
Evolution du déphasage polarimétrique en fonction du taux de corrélation I entre le substrat et la couche.

- (a) : $\Gamma = 1$
- (b) : $\Gamma = 0,9995$
- (c) : $\Gamma = 0,95$

II. PRINCIPE DE L'ELLIPSOMETRIE SUR CHAMP DIFFUSE

Pour les composants à faible diffusion, l'amplitude diffusée s'exprime donc simplement en fonction des irrégularités de structure, par l'intermédiaire des transformées de Fourier des profils ou des hétérogénéités d'indice, et de termes théoriques issus de la théorie électromagnétique. Ces modèles ne prévoient pas de dépolarisation dans le plan d'incidence.

Dans ces conditions, il est possible de réaliser des mesures d'ellipsométrie du flux diffusé, de façon analogue aux flux spéculaires du chapitre précédent, et d'étudier les variations du déphasage polarimétrique en fonction de l'angle de diffusion.

1. Principe de la mesure du déphasage polarimétrique

Le principe s'expose de la même manière que dans le cas du flux réfléchi. On tiendra compte cette fois des coefficients complexes de diffusion pour remplacer les coefficients de réflexion.

Considérons un échantillon éclairé sous une incidence i_0 par une onde plane monochromatique de pulsation spatiale σ_0 (figure III.9). L'onde incidente peut être polarisée rectilignement, sa direction de polarisation étant repérée par l'angle α (figure III.10).

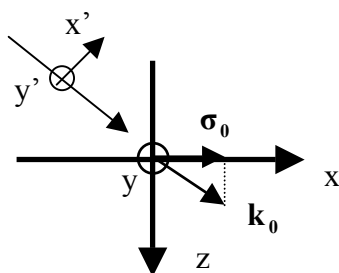


Figure III.9
Onde plane éclairant un échantillon plan sous incidence i_0 . L'axe z est normal à l'échantillon.

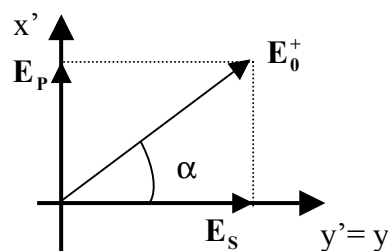


Figure III.10
Direction du champ dans le plan perpendiculaire au vecteur d'onde incident.

L'onde incidente s'écrit :

$$\mathbf{E}_0^+ = A_0^+ \exp(j \cdot \mathbf{k}_0 \cdot \boldsymbol{\rho}) \exp(-j \omega t)$$

Avec $\mathbf{E}_0^+ = \mathbf{E}_s + \mathbf{E}_p = E_s \cdot \mathbf{y}' + E_p \cdot \mathbf{x}'$ et $E_s = E_0^+ \cdot \cos\alpha$ (19)
 $E_p = E_0^+ \cdot \sin\alpha$

Afin d'analyser précisément la modification de l'état de polarisation, un polariseur est introduit sur le faisceau incident, et un analyseur sur le faisceau réfléchi, dans une configuration similaire à celle utilisée pour l'analyse ellipsométrique des flux réfléchis (figure III.11).

Les angles ψ et ϕ définissent les directions des axes du polariseur et de l'analyseur respectivement, par rapport à la direction s , comme représenté en figure III.12. L'expression de l'intensité en sortie du système s'écrit de manière similaire au cas du faisceau réfléchi, comme indiqué dans les expressions suivantes.

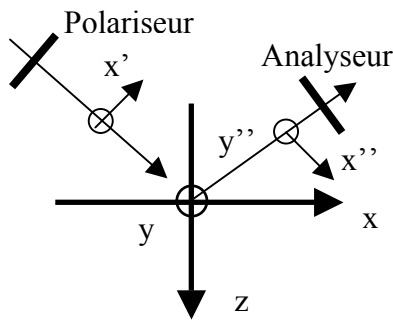


Figure III.11
Eléments de base pour un montage d'ellipsométrie.

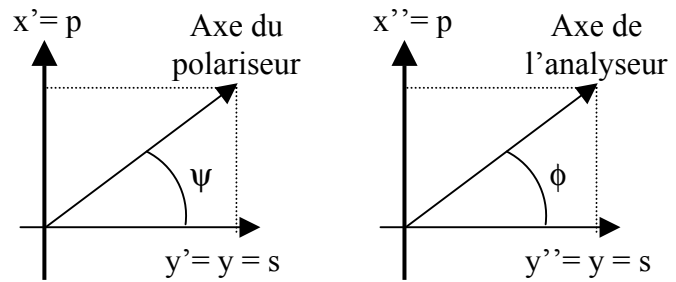


Figure III.12
Définition des angles des axes du polariseur ψ et de l'analyseur ϕ par rapport aux axes du système s et p .

Après le polariseur, les composantes s et p du champ s'écrivent :

$$\begin{cases} E'_s \\ E'_p \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} \cos\psi \\ \sin\psi \end{cases} \quad (20)$$

La diffusion sur l'échantillon, en l'absence de dépolarisation, introduit les facteurs de diffusion complexes :

$$\begin{cases} v_s = \sqrt{N_s} \cdot \exp(j \cdot \delta_s) \\ v_p = \sqrt{N_p} \cdot \exp(j \cdot \delta_p) \end{cases} \quad (21)$$

Après diffusion, les composantes du champ s'écrivent :

$$\begin{cases} E'_S = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \cos \psi \cdot \nu_S \\ E'_P = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \sin \psi \cdot \nu_P \end{cases} \quad (22)$$

Enfin, l'amplitude en sortie de l'analyseur est proportionnelle à :

$$A = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \cdot \left(\cos \psi \cdot \sqrt{N_S} \cdot \exp(j \cdot \delta_S) \cdot \cos \phi + \sin \psi \cdot \sqrt{N_P} \cdot \exp(j \cdot \delta_P) \cdot \sin \phi \right) \quad (23)$$

On peut en déduire l'intensité en sortie du système :

$$I = A \cdot A^* = I_0 \cdot \left(N_S \cdot \cos^2 \psi \cdot \cos^2 \phi + N_P \cdot \sin^2 \psi \cdot \sin^2 \phi + \frac{1}{2} \sqrt{N_S \cdot N_P} \cdot \sin(2\psi) \cdot \sin(2\phi) \cdot \cos \delta \right) \quad (24)$$

où δ est le déphasage polarimétrique défini par $\delta = \delta_S - \delta_P$, $N_{\text{SoutP}} = |\nu_{\text{SoutP}}|^2$ est le coefficient de diffusion en intensité et $I_0 = E_0^{+2} \cos^2(\psi - \alpha)$.

Dans le cas où la source n'est pas polarisée, l'angle α décrivant la direction du champ doit être considérée comme une variable aléatoire. I_0 doit alors être remplacé par :

$$\langle I_0 \rangle = E_0^{+2} \langle \cos^2(\psi - \alpha) \rangle = \frac{E_0^{+2}}{2} \quad (25)$$

Une mesure ellipsométrique du flux diffusé permet donc d'accéder aux mesures de N_S et N_P ainsi qu'à la mesure du déphasage polarimétrique δ .

L'expression en sortie du système est formellement identique à celle obtenue dans le cas du faisceau réfléchi. La mesure se déroulera donc de la même manière, en utilisant un détecteur adapté à la mesure de flux diffusé, plusieurs décades en dessous des flux réfléchis.

2. Montage avec modulateur de polarisation

Le principe de la mesure du flux diffusé reste donc le même que celui de la mesure du flux réfléchi. Nous avons développé dans ce cas également la même évolution du montage, utilisant un modulateur de polarisation. Celui-ci est introduit sur le faisceau après le polariseur. Le montage est représenté en figure III.13. Il s'agit du même montage que celui du chapitre I. On réalisera les mesures avec un angle d'incidence fixe, le détecteur se déplaçant

dans le plan d'incidence dans une direction repérée par un angle défini par rapport à la normale à l'échantillon.

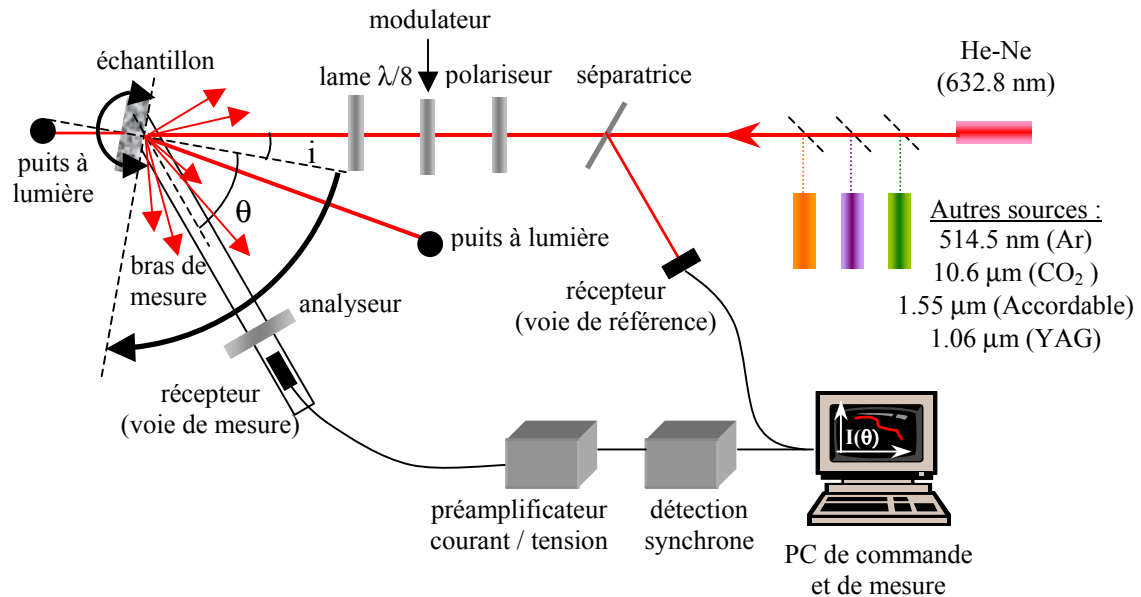


Figure III.13
Ellipsomètre à modulateur de polarisation.

Dans ce montage, le polariseur et l'analyseur restent montés sur des moteurs pas à pas, permettant leur positionnement de manière automatique si besoin.

Comme nous l'avons vu, le modulateur de polarisation introduit un déphasage temporel qui peut s'écrire, compte tenu de la modulation résiduelle et des erreurs de positionnement :

$$\delta_M(t) = \Delta_0(G) \cdot \sin(\Omega t) + \alpha_M \quad (26)$$

Nous pouvons exprimer l'intensité en sortie du système en utilisant la même démarche que celle détaillée dans le chapitre II. Les notations et repères définis pour la définition des angles sont identiques. Nous supposons comme nous l'avons dit que la diffusion par l'échantillon ne fait pas intervenir de dépolarisation. Il n'y a donc pas de modification de l'état de polarisation entre l'onde incidente (s ou p) et l'onde diffusée. Après diffusion par l'échantillon, et passage à travers l'analyseur, l'intensité en sortie du système s'écrit :

$$\begin{aligned}
\frac{I}{I_0} = & (a^2 + b^2) N_s \cos^2 \phi + (c^2 + d^2) N_p \sin^2 \phi \\
& + 2 (ab N_s \cos^2 \phi + cd N_p \sin^2 \phi) \cos(\delta_M) \\
& + 2 \sqrt{N_s \cdot N_p} \cos \phi \cdot \sin \phi (ac + bd) \cos \delta \\
& + 2bc \sqrt{N_s \cdot N_p} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot \cos(\delta - \delta_M) \\
& + 2ad \sqrt{N_s \cdot N_p} \cos \phi \cdot \sin \phi \cdot \cos(\delta + \delta_M)
\end{aligned} \tag{27}$$

Avec

$$\begin{cases}
a = \cos \beta \cos(\psi - \beta) \\
b = \sin \beta \sin(\beta - \psi) \\
c = \sin \beta \cos(\psi - \beta) \\
d = \cos \beta \sin(\psi - \beta)
\end{cases}$$

On peut ensuite développer en série de fonctions de Bessel, comme dans le cas de la configuration en faisceau spéculaire. Les mêmes considérations peuvent également être apportées pour le choix des angles β , ϕ et ψ . On utilisera donc une configuration du montage telle que : $\beta = 0^\circ$, $\phi = \psi = \pi/4$, qui permet d'avoir le maximum de signal. Dans ces conditions, l'intensité en sortie du système s'exprimera de la façon suivante :

$$\frac{I}{I_0} = I_C + I_\Omega \sin(\Omega.t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega.t)$$

Avec :

$$\begin{aligned}
I_C &= \frac{1}{4} \left[(N_s + N_p) + 2 J_0(\Delta_0(G)) \sqrt{N_s \cdot N_p} \cdot \cos(\delta + \alpha_M) \right] \\
I_\Omega &= -\sqrt{N_s N_p} \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M) \\
I_{2\Omega} &= \sqrt{N_s N_p} \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M)
\end{aligned} \tag{28}$$

3. Introduction de la lame déphasante

Comme dans le cas des mesures spéculaires, il sera nécessaire d'introduire une lame déphasante sur le montage, après le modulateur. Par analogie avec la première partie, les résultats donnés dans les formules (28) et (29) deviennent :

$$\frac{I}{I_0} = I_C + I_\Omega \sin(\Omega.t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega.t)$$

Avec

$$\begin{aligned} I_C &= \frac{T_L}{4} \left[(N_s + N_p) + 2 J_0(\Delta_0(G)) \sqrt{N_s \cdot N_p} \cdot \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M) \right] \\ I_\Omega &= -\sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \delta_L + \alpha_M) \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M) \end{aligned} \quad (29)$$

La lame utilisée pour les mesures sera identique à celle des mesures par réflexion :

$$T_L = 0,98 \text{ et } \delta_L = 45^\circ.$$

Nous avons donc mis en évidence sur le principe la similitude de la mesure du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée et de celui du faisceau réfléchi. D'un point de vue expérimental, la chaîne de mesure devra être validée avec précaution, car les niveaux à mesurer seront bien inférieurs.

III. MESURES D'ELLIPSOMETRIE SUR CHAMP DIFFUS

Nous présentons maintenant les premières mesures d'ellipsométrie sur champ diffus. Comme nous l'avons dit, les flux à mesurer sont bien inférieurs aux flux spéculaires. Pour cette raison, il a été indispensable de choisir un récepteur adapté (photomultiplicateur) et d'utiliser des filtres atténuateurs pour le processus d'étalonnage.

1. Mesures d'ellipsométrie et mesures de diffusion « classique »

Le banc d'ellipsométrie a été installé sur le banc de diffusion du laboratoire. Il est donc relativement aisé, pour un même échantillon, de réaliser à la fois des mesures d'ellipsométrie et de diffusion classique (lumière naturelle), en modifiant le moins possible les conditions de mesure. Pour les mesures de diffusion, l'échantillon est directement éclairé

par la source (non polarisée), et l'on mesure l'intensité diffusée en faisant tourner le bras de mesure autour de l'échantillon (figure III.14).

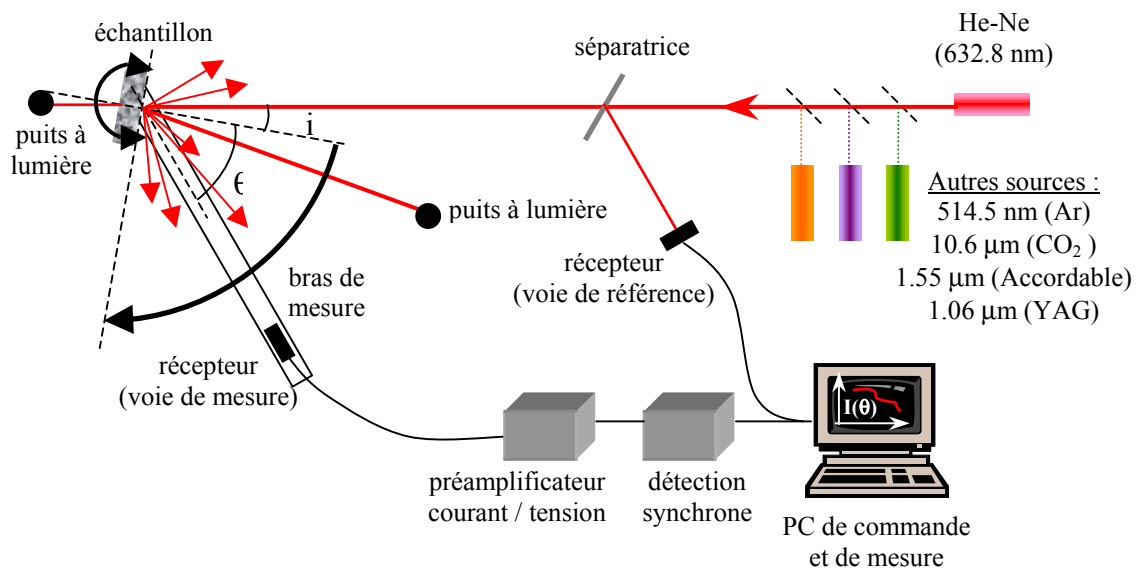


Figure III.14
Schéma du diffusomètre installé au laboratoire.

Les mesures de diffusion classique permettent ainsi d'avoir accès à la Fonction de Distribution de la Réflexion Bidirectionnelle (ou BRDF). Cette grandeur est définie comme l'intensité diffusée I dans la direction (θ, ϕ) , par unité d'angle solide, normée par le flux incident. Dans la suite du document, nous présenterons, pour certains échantillons, à la fois la courbe du coefficient de diffusion $N(\theta)$ issue de la mesure d'ellipsométrie et l'indicatrice de diffusion $BRDF \cdot \cos(\theta)$ issue de la mesure de diffusion non polarisée. Nous allons voir que l'étalonnage ne permet pas de comparer directement ces deux mesures avec suffisamment de précision. Pour la mesure du déphasage polarimétrique, propre à la mesure d'ellipsométrie, il n'y a par contre aucune difficulté.

a. Etalonnage des mesures de diffusion « classique »

Les mesures de diffusion classique consistent à mesurer l'intensité diffusée en fonction de l'angle de diffusion. Ces mesures sont étalonnées à l'aide d'un échantillon de référence dont la BRDF est connue. L'intensité diffusée par cet échantillon lambertien

$$s'écrit : I(\theta) = \frac{1-A}{\pi} \cdot \cos(\theta)$$

La valeur de l'albédo $1-A$ du lambertien, défini comme le flux total diffusé par le lambertien, normé au flux incident, est connue et donnée par le constructeur. Dans notre cas, le lambertien diélectrique utilisé pour l'étalonnage possède un albédo de 0,988 à 633 nm. Il suffit alors d'effectuer une mesure du lambertien en diffusion (figure III.15) pour étalonner les mesures grâce à cette donnée. La procédure est la suivante :

- On mesure, en volts, la réponse angulaire $V(\theta)$ du lambertien, avec :

$$V(\theta) = K \cdot \phi_0 \cdot I(\theta) \cdot \Delta\Omega$$
, où K est la constante de proportionnalité du récepteur, $\Delta\Omega$ l'angle solide du récepteur et ϕ_0 le flux incident. On écrira donc : $V(\theta) = K' \cdot I(\theta)$.

- On intègre la fonction $V(\theta)$ sur le domaine angulaire :

$$\bar{V} = \iint_{\theta, \phi} V(\theta) \cdot \sin \theta \cdot d\theta \cdot d\phi = K' \cdot \iint_{\theta, \phi} I(\theta) \cdot \sin \theta \cdot d\theta \cdot d\phi = K' \cdot (1 - A)$$

- On en déduit la constante d'étalonnage : $K' = \frac{\bar{V}}{1 - A}$.

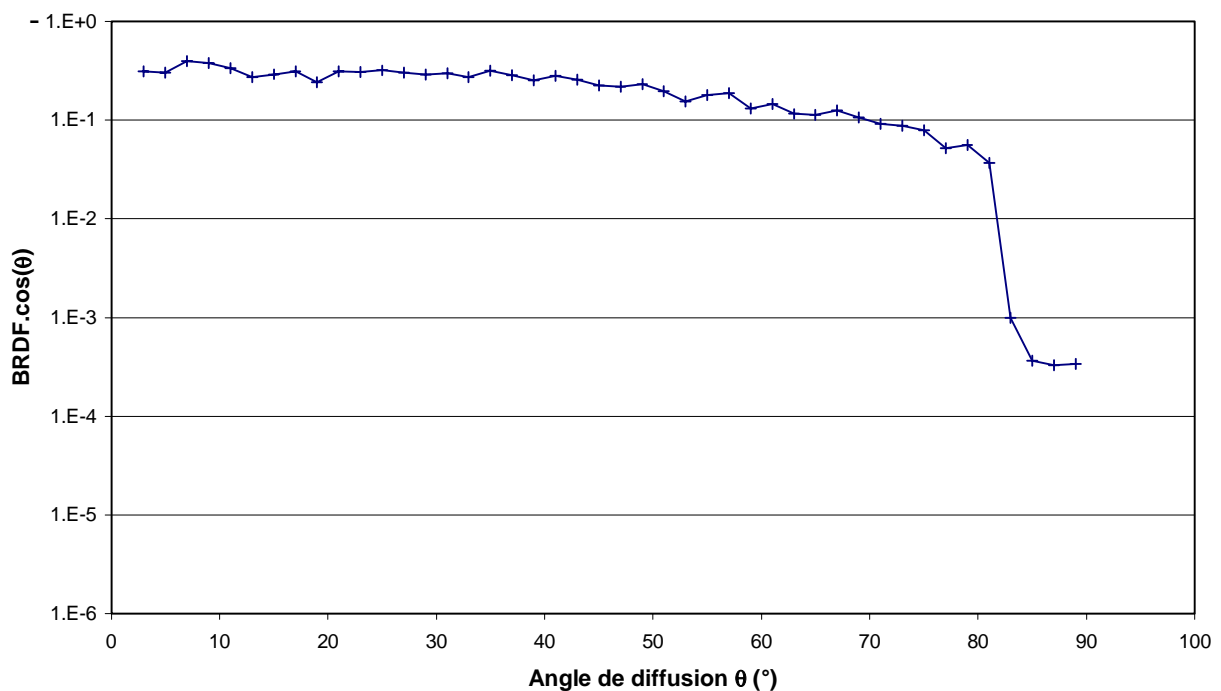


Figure III.15
Mesure de BDRF du lambertien diélectrique.

b. Etalonnage des mesures d'ellipsométrie

Contrairement aux cas précédents, on ne peut pas utiliser ici l'échantillon lambertien pour l'étalonnage, dont on ne connaît pas le déphasage polarimétrique du champ diffusé. En

conséquence, on fait appel à nouveau à des mesures sur flux spéculaire sans échantillon, avec ou sans lame déphasante (figure III.16).

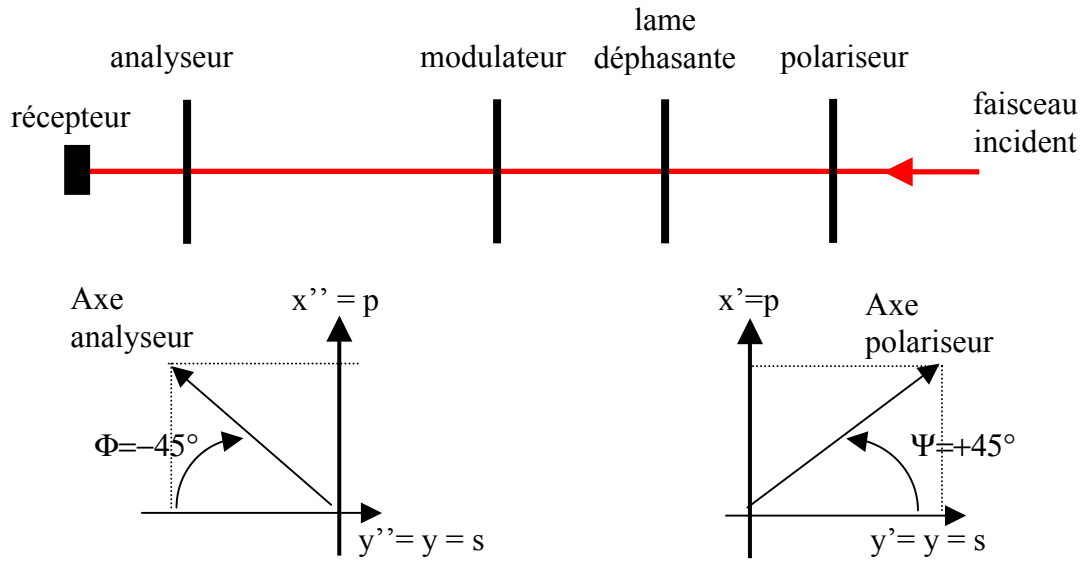


Figure III.16

Schéma du montage pour la mesure d'étalonnage, avec ou sans lame déphasante.

En l'absence de lame, nous pouvons écrire en sortie du système :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G)) \sin(\alpha_M) = A \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G)) \cos(\alpha_M) = B \end{aligned} \quad (30)$$

Lorsque l'on introduit sur le faisceau la lame déphasante caractérisée par son coefficient de transmission T_L et son déphasage polarimétrique δ_L , nous obtenons en sortie du système :

$$\begin{aligned} I_{\Omega} &= J_1(\Delta_0(G)) T_L \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) = C \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G)) T_L \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) = D \end{aligned} \quad (31)$$

A partir des équations (30) et (31), nous pouvons de même étalonner le montage en déterminant les grandeurs J , α_M et δ_L :

$$J^2 = \frac{C^2 - T_L^2 \cdot A^2}{T_L^2 \cdot B^2 - D^2} \quad (32)$$

$$\tan \alpha_M = -\frac{1}{J} \cdot \frac{A}{B} \quad (33)$$

Et

$$\begin{aligned}\cos(\delta_L) &= \frac{ABT_L^2 + CD}{T_L \cdot [AD + BC]} \\ \sin(\delta_L) &= J \frac{D^2 - B^2 T_L^2}{T_L \cdot [AD + BC]}\end{aligned}\quad (34)$$

Ces mesures spéculaires étant réalisées, le déphasage polarimétrique $\delta(\theta)$ et le coefficient de diffusion $N(\theta)$ sont obtenus à partir des quatre mesures du système (35). Les mesures C et D correspondent aux mesures d'étalonnage en présence de la lame déphasante et les mesures E et F aux mesures de diffusion par un échantillon en réflexion.

$$\begin{aligned}I_\Omega &= J_1(\Delta_0(G)) T_L \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) = C \\ I_{2\Omega} &= -J_2(\Delta_0(G)) T_L \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) = D \\ I_\Omega &= -\sqrt{N_S \cdot N_P} T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) = E \\ I_{2\Omega} &= \sqrt{N_S \cdot N_P} T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) = F\end{aligned}\quad (35)$$

Rappelons que, comme dans le cas des mesures sur flux spéculaire, si l'on réalise une mesure de diffusion en transmission, il faut modifier les expressions E et F comme suit (changement de signe) :

$$\begin{aligned}I_\Omega &= \sqrt{N_S \cdot N_P} T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) = E \\ I_{2\Omega} &= -\sqrt{N_S \cdot N_P} T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) = F\end{aligned}\quad (36)$$

A partir du système (35), nous pouvons alors extraire les expressions du déphasage polarimétrique $\delta(\theta)$ et du coefficient de diffusion $N(\theta)$:

$$\cos(\delta) = \frac{CDN^2 + EF}{N \cdot [CF + DE]} \quad (37)$$

$$\sin(\delta) = J \frac{F^2 - D^2 N^2}{N \cdot [CF + DE]} \quad (38)$$

et

$$N^2 = \frac{E^2 + J^2 F^2}{J^2 D^2 + C^2} \quad (39)$$

En notant pour simplifier $N = \sqrt{N_S N_P}$.

Il faut également prendre en compte les effets de signe des coefficients C, D, E et F, comme dans le cas de la mesure des faisceaux spéculaires. Chaque signal mesuré est affecté d'une phase indiquée par la détection synchrone :

$$C = C_{\text{mes}} \exp(j\phi_C) \text{ où } \phi_C = 0 \text{ ou } \pi \text{ (valeurs arrondies)}$$

$$D = D_{\text{mes}} \exp(j\phi_D) \text{ où } \phi_D = 0 \text{ ou } \pi$$

$$E = E_{\text{mes}} \exp(j\phi_E) \text{ où } \phi_E = 0 \text{ ou } \pi$$

$$F = F_{\text{mes}} \exp(j\phi_F) \text{ où } \phi_F = 0 \text{ ou } \pi$$

Où C_{mes} , D_{mes} , E_{mes} et F_{mes} sont des valeurs positives.

Les expressions (37) et (38) deviennent alors :

$$\cos(\delta) = \frac{C_{\text{mes}} \cdot D_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_C - \phi_D) \cdot N^2 + E_{\text{mes}} \cdot F_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_E - \phi_F)}{N \cdot [C_{\text{mes}} \cdot F_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_C - \phi_F) + D_{\text{mes}} \cdot E_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_D - \phi_E)]} \quad (40)$$

$$\sin(\delta) = J \frac{F_{\text{mes}}^2 - D_{\text{mes}}^2 N^2}{N \cdot [C_{\text{mes}} \cdot F_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_C - \phi_F) + D_{\text{mes}} \cdot E_{\text{mes}} \cdot \cos(\phi_D - \phi_E)]} \quad (41)$$

L'expression (39) reste inchangée. Ce sont ces expressions que nous utiliserons pour l'interprétation des mesures.

Cependant, nous devons mettre en évidence un problème d'étalonnage lié au dispositif expérimental. En effet, dans le cas des mesures de diffusion, nous utilisons une fibre optique se déplaçant dans le plan d'incidence, et reliée à une photodiode ou à un photomultiplicateur selon le niveau du signal à mesurer. Cette fibre a une surface de 1 mm, et permet de réaliser une mesure angulaire avec une bonne résolution (jusqu'à 0,07°). C'est avec ce dispositif que nous effectuons les mesures E et F.

Pour résoudre le système, il reste à déterminer les grandeurs A, B, C, D, correspondant à des mesures du faisceau transmis avec ou sans lame déphasante. La chaîne de mesure utilisée doit être la même pour ne pas introduire d'autres paramètres. Par conséquent, nous utilisons également la fibre optique associée à son détecteur pour effectuer ces mesures d'étalonnage en transmission, à l'aide d'un filtre atténuateur. Ce système conduit à une erreur de mesure du flux transmis car la fibre n'intercepte qu'une partie du faisceau incident, dont la largeur à mi-hauteur est de l'ordre de 3 mm.

Lorsque l'on mesure le flux transmis à l'aide de la fibre, il faut donc tenir compte d'un facteur d'erreur que l'on peut assimiler à un coefficient de transmission T_1 . Ce coefficient

apparaît comme un facteur multiplicatif dans les termes correspondant aux mesures d'étalonnage A, B, C et D. Dans ces conditions, les expressions (30) et (35) deviennent :

$$\begin{aligned}
 A &= I_{\Omega} = J_1(\Delta_0(G)).T_1 \cdot \sin(\alpha_M) \\
 B &= I_{2\Omega} = -J_2(\Delta_0(G)).T_1 \cdot \cos(\alpha_M) \\
 C &= I_{\Omega} = J_1(\Delta_0(G)).T_1 \cdot T_L \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) \\
 D &= I_{2\Omega} = -J_2(\Delta_0(G)).T_1 \cdot T_L \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) \\
 E &= I_{\Omega} = -\sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\
 F &= I_{2\Omega} = \sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L)
 \end{aligned} \tag{42}$$

Ainsi, les expressions qui permettent de déterminer J, δ_L et α_M et δ restent inchangées et par conséquent mesurables. Par contre, en ce qui concerne le coefficient de diffusion $N(\theta)$, l'expression (36) devient :

$$N^2 = T_1^2 \frac{E^2 + J^2 F^2}{J^2 D^2 + C^2}$$

et fait intervenir le terme T_1 que nous ne savons pas chiffrer directement. Le coefficient de diffusion $N(\theta)$ ne sera donc présenté qu'à un coefficient multiplicatif près.

La mesure du déphasage polarimétrique est par ailleurs insensible aux problèmes cités ci-dessus puisqu'elle ne nécessite que la connaissance du rapport des harmoniques Ω et 2Ω des mesures en transmission et en diffusion (voir Annexe II).

Il existera donc toujours une différence de niveau entre la courbe $N(\theta)$ issue des mesures d'ellipsométrie et l'indicatrice de diffusion $BRDF \cdot \cos(\theta)$. Etant donné que les mesures de diffusion non polarisée sont correctement étalonnées, nous nous contenterons de comparer le comportement angulaire de ces courbes afin de vérifier la cohérence des résultats.

2. Premières mesures

a. Mesure sur un échantillon de type Schott RG100

Les premières mesures ont été réalisées sur un échantillon de verre de bonne qualité optique, et nettoyé soigneusement, de manière à rester dans le cadre d'une théorie perturbative.

Nous présentons dans les figures suivantes les courbes de variation des deux harmoniques, du déphasage polarimétrique, du coefficient de diffusion et de la BRDF pour deux incidences d'éclairement : $i = 0^\circ$ et $i = 50^\circ$.

Les variations du déphasage polarimétrique peuvent être comparées aux prédictions théoriques de la figure III.4, dans le cas d'un substrat semi infini. Nous avons vu que ces variations dépendent uniquement de l'origine de la diffusion et non pas du profil de rugosité de la surface.

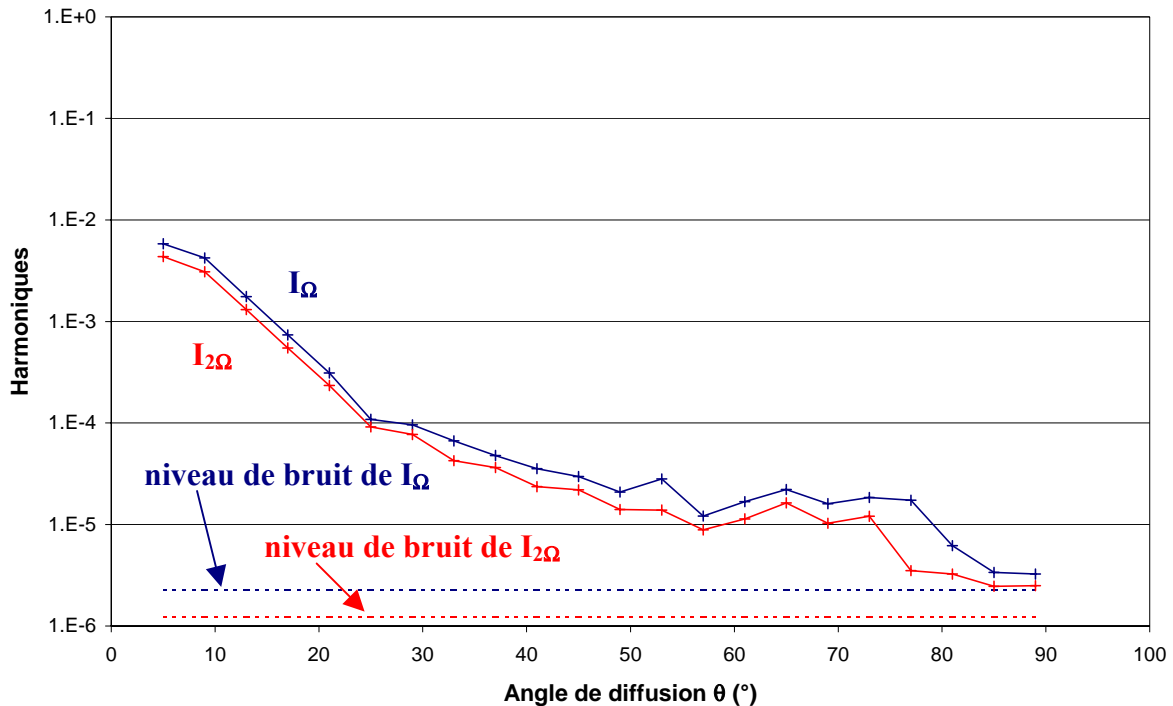


Figure III.17

Mesure des harmoniques sur un échantillon de type RG1000, sous incidence normale.
L'unité verticale est le volt.

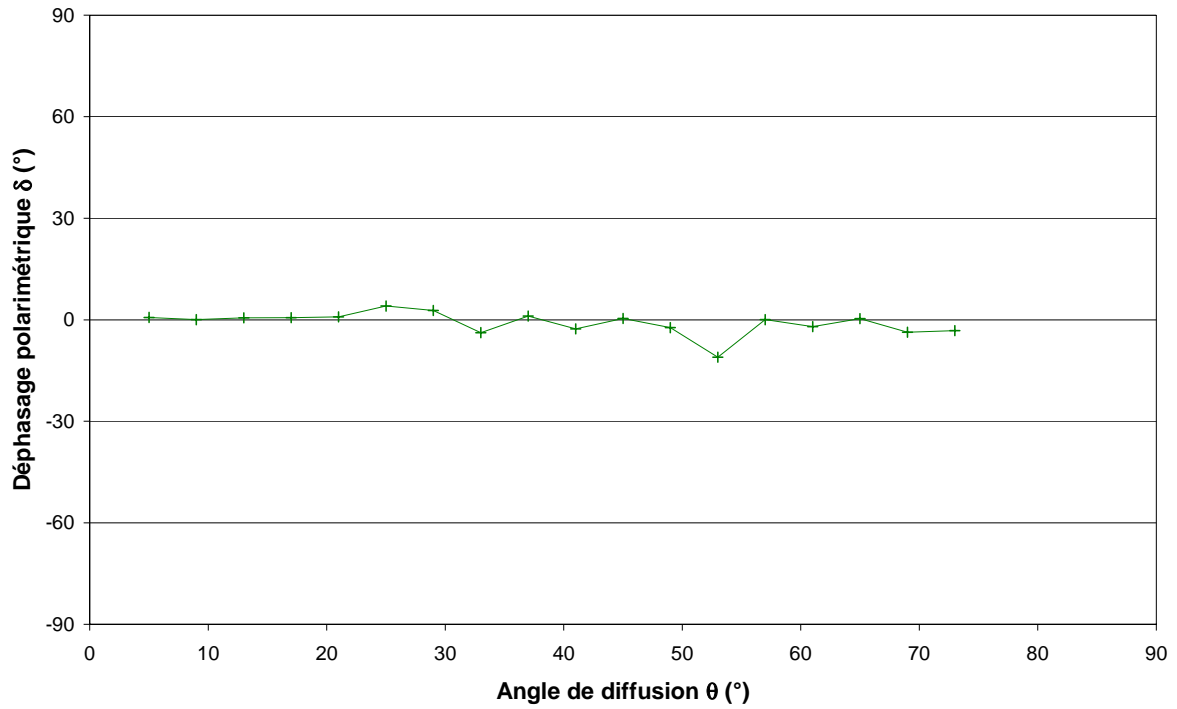


Figure III.18
Mesure du déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

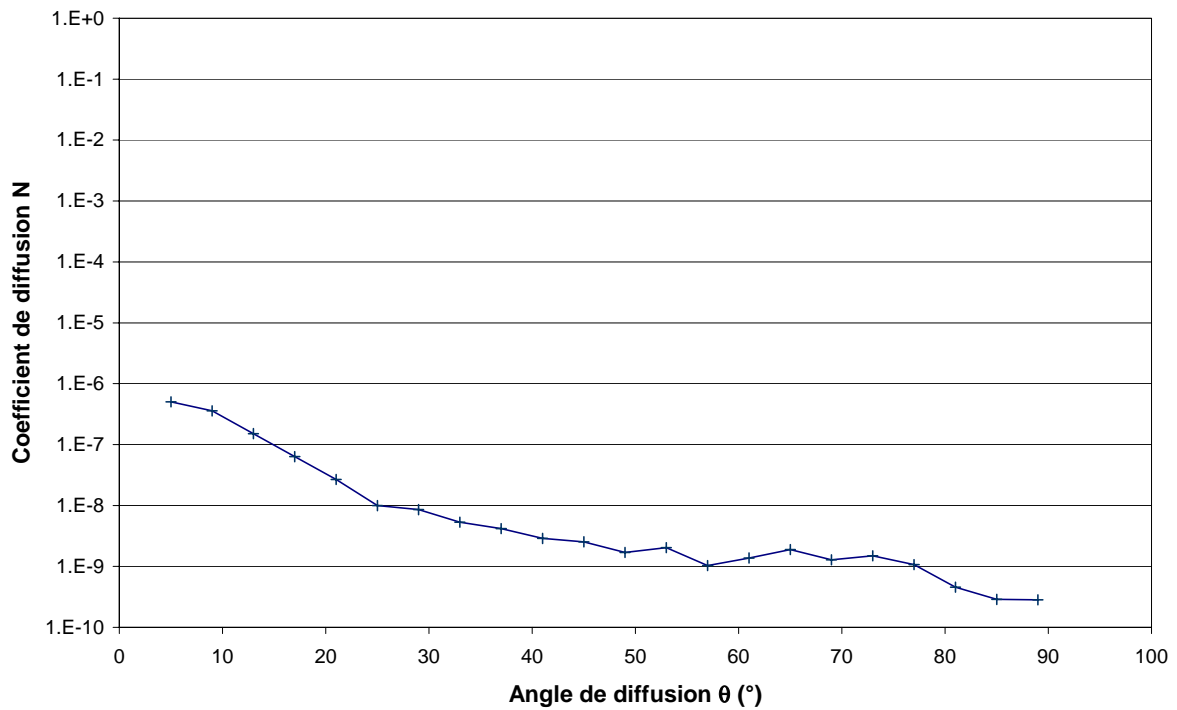


Figure III.19
*Mesure du coefficient de diffusion N déduit des mesures précédentes.
 L'unité verticale est arbitraire.*

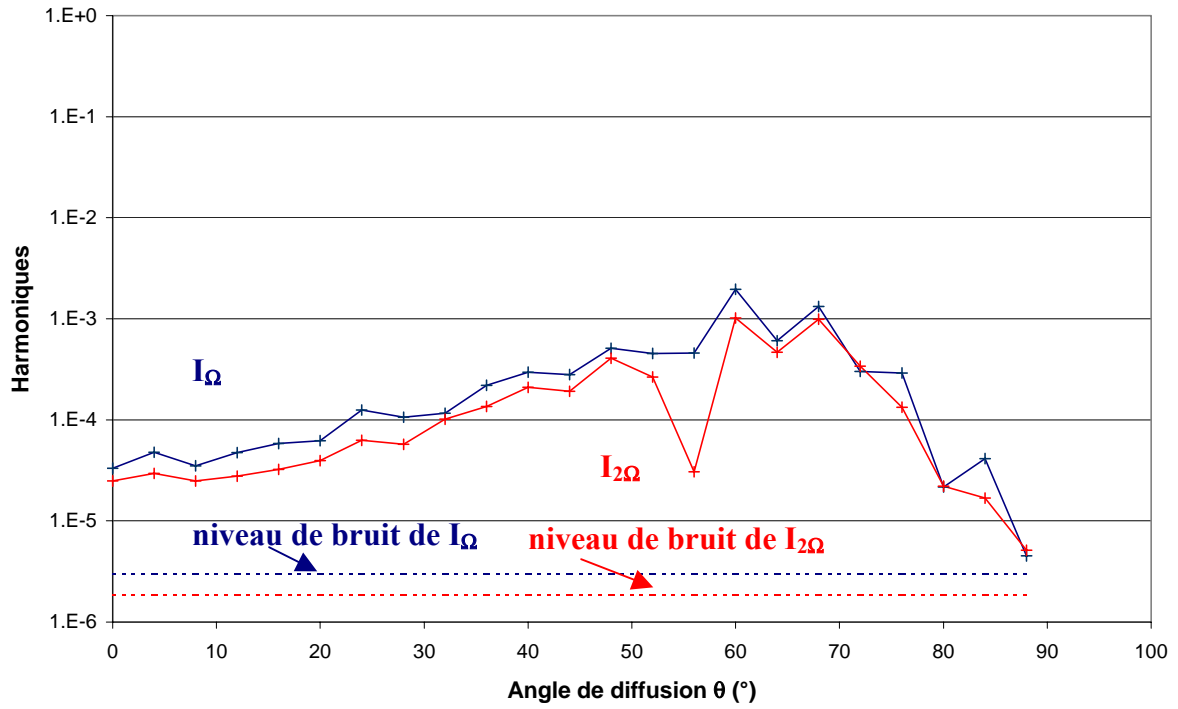


Figure III.20

Mesure des harmoniques sur un échantillon de type RG1000 sous incidence oblique ($i = 50^\circ$).
L'unité verticale est le volt.

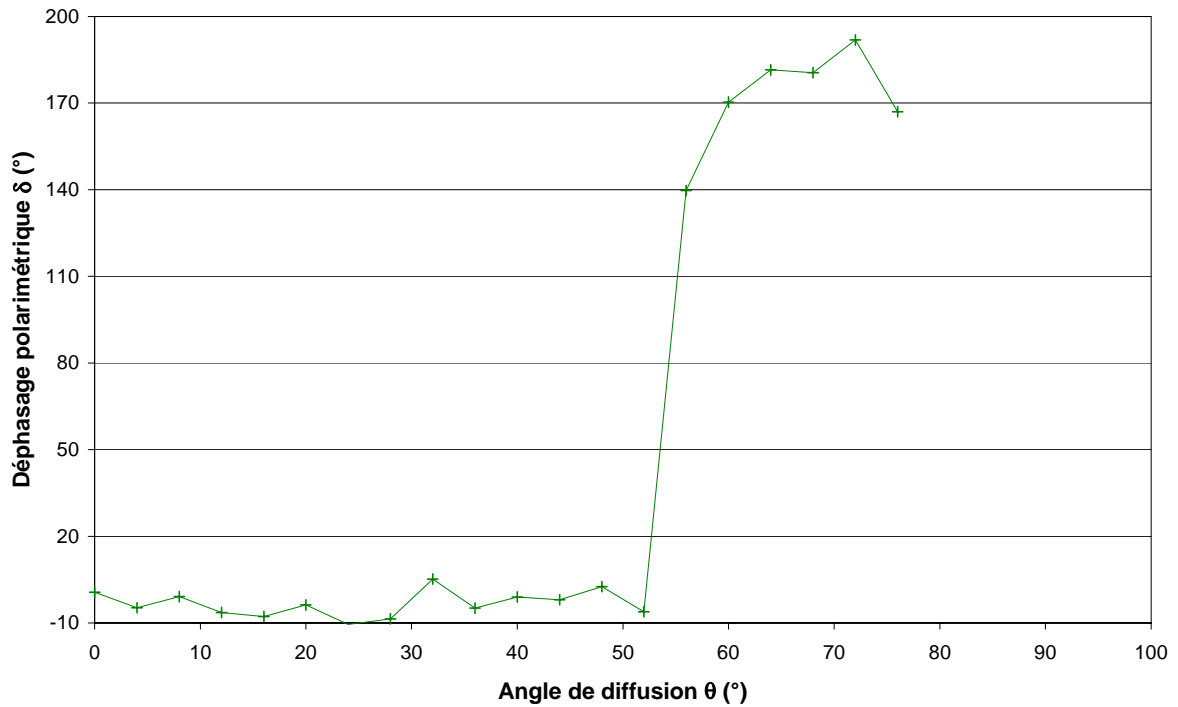


Figure III.21

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

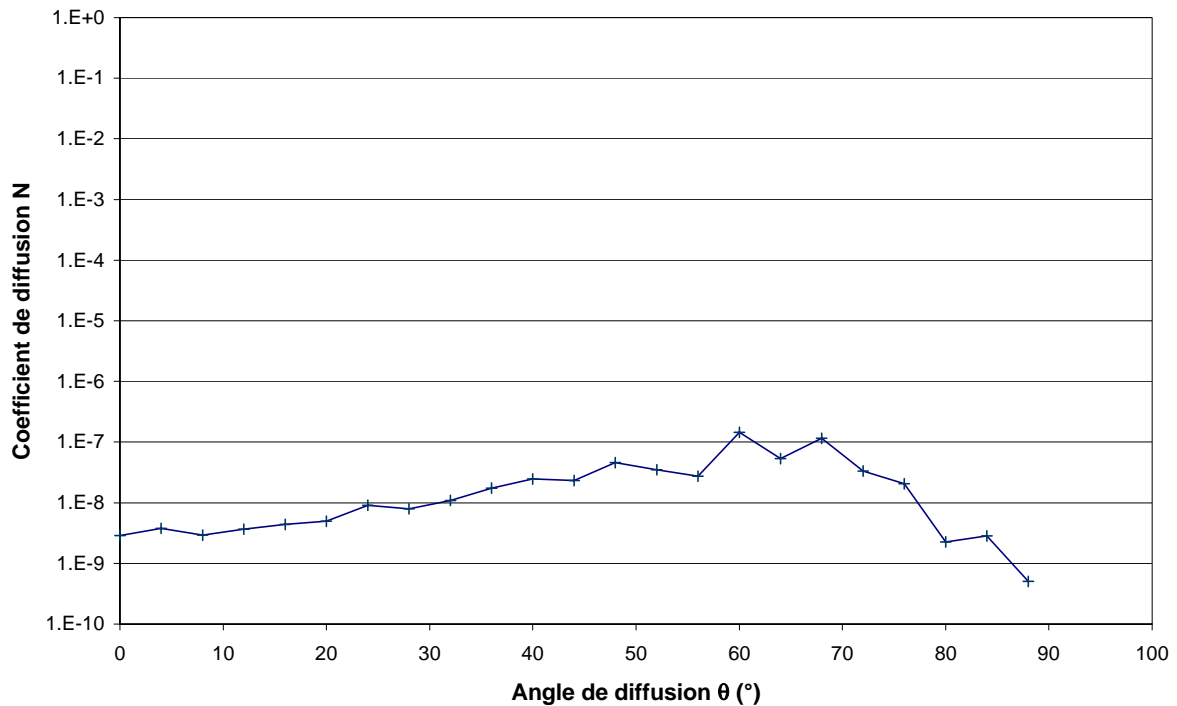


Figure III.22
*Mesure du coefficient de diffusion N déduit des mesures précédentes.
 L'unité verticale est arbitraire.*

Les résultats des mesures sont tout à fait conformes aux prédictions théoriques. A partir des mesures réalisées en incidence normale (figure III.17) et en incidence oblique (figure III.20), nous avons effectivement mis en évidence le comportement du déphasage polarimétrique (figures III.18 et III.21).

Sous incidence normale, le déphasage reste nul quel que soit l'angle de diffusion étudié. Par contre, sous incidence oblique, nous observons effectivement un saut de phase très marqué d'environ 180° . Ces résultats mettent donc en évidence que la diffusion est ici d'origine surfacique.

Le coefficient de diffusion $N(\theta)$ est donné en figure III.19 et III.22 à titre d'illustration. Etant donné que le déphasage polarimétrique prend des valeurs proches de 0° ou 180° , la courbe de $N(\theta)$ est très semblable angulairement à celles des harmoniques.

b. Mesure sur un autre verre

Nous présentons maintenant les mesures réalisées sur un échantillon de verre poli par la société WZW (figure III.23 à III.28). Nous appellerons ce verre « Ewart 7 ». D'autres échantillons de même nature mais ayant subi un polissage moins poussé seront étudiés pour

comparaison dans le chapitre IV consacré aux composants très diffusants et pour l'étude à haute résolution angulaire.

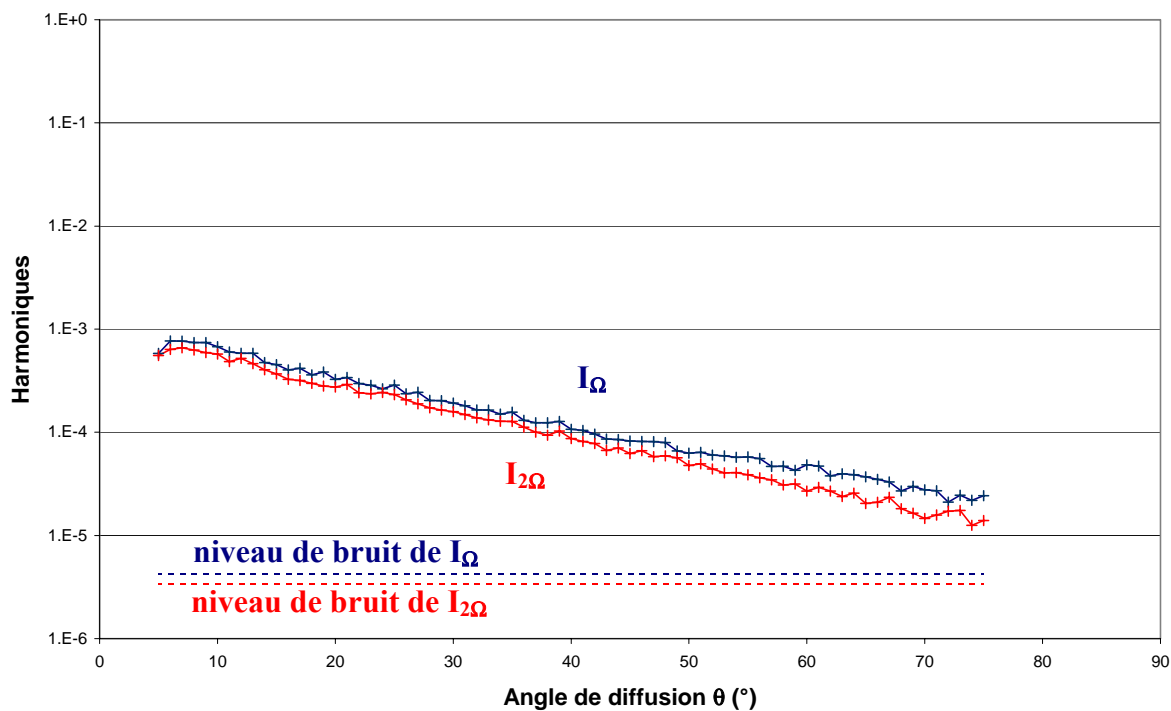


Figure III.23

Mesure des harmoniques sur un échantillon « Ewart 7 », sous incidence nulle.
L'unité verticale est le volt.

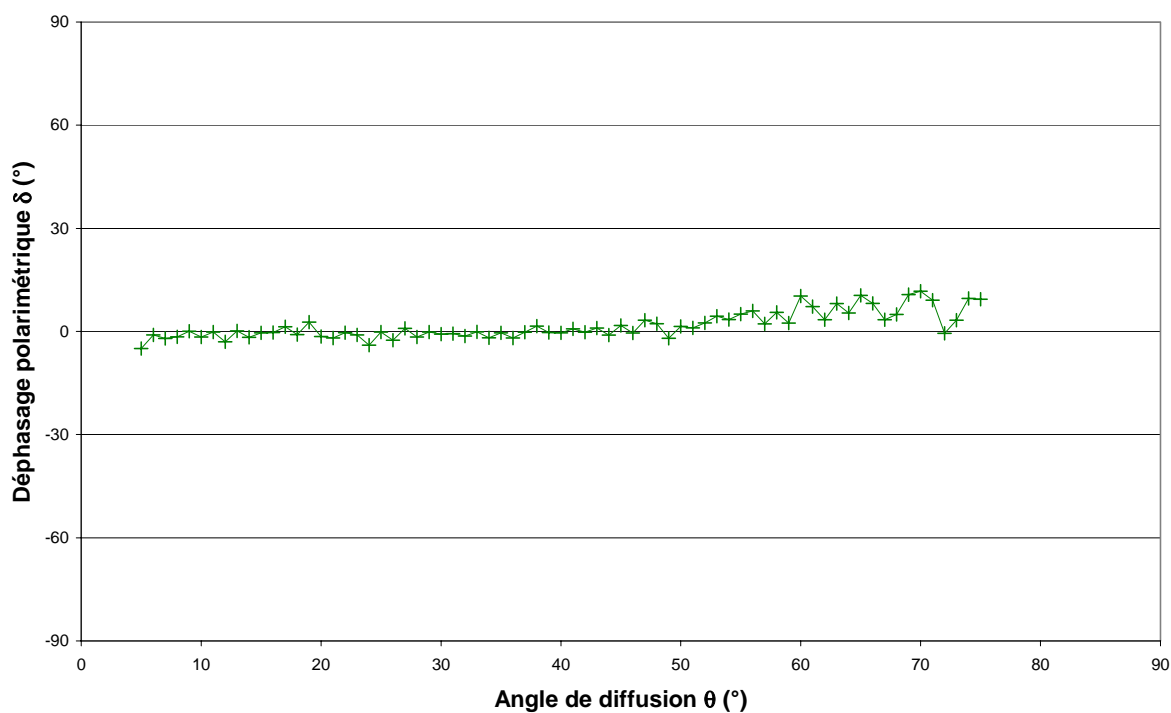


Figure III.24

Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

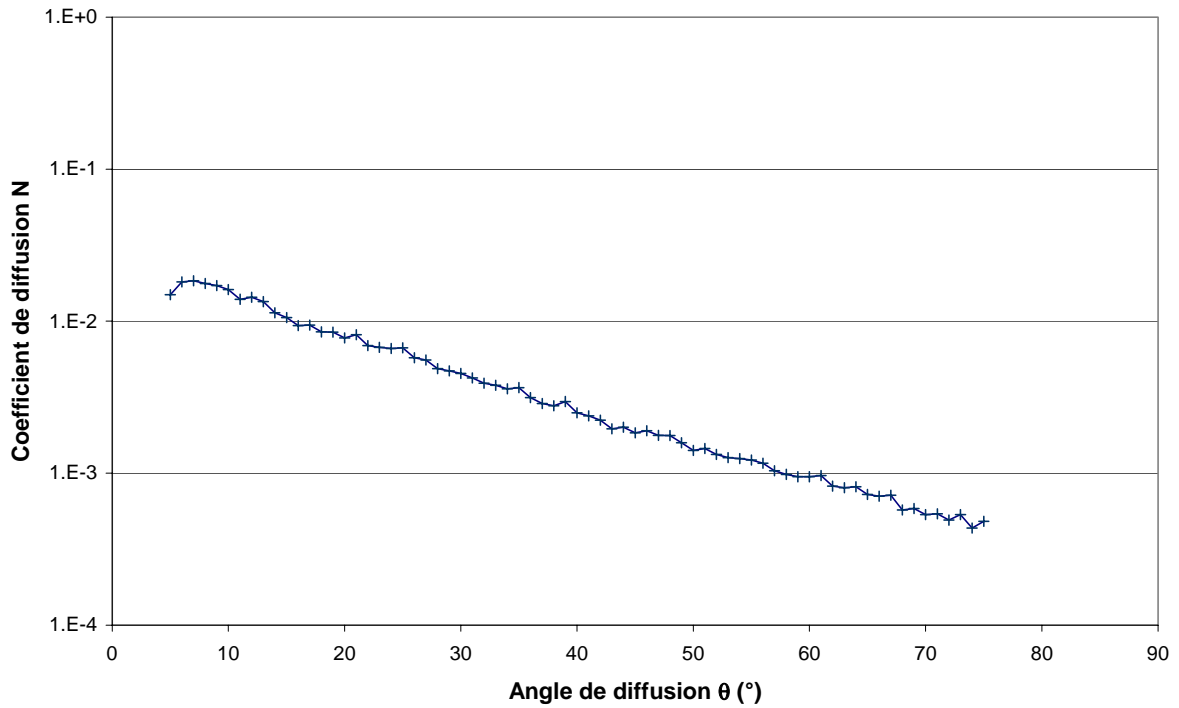


Figure III.25
*Mesure du coefficient de diffusion N déduit des mesures précédentes.
 L'unité verticale est arbitraire.*

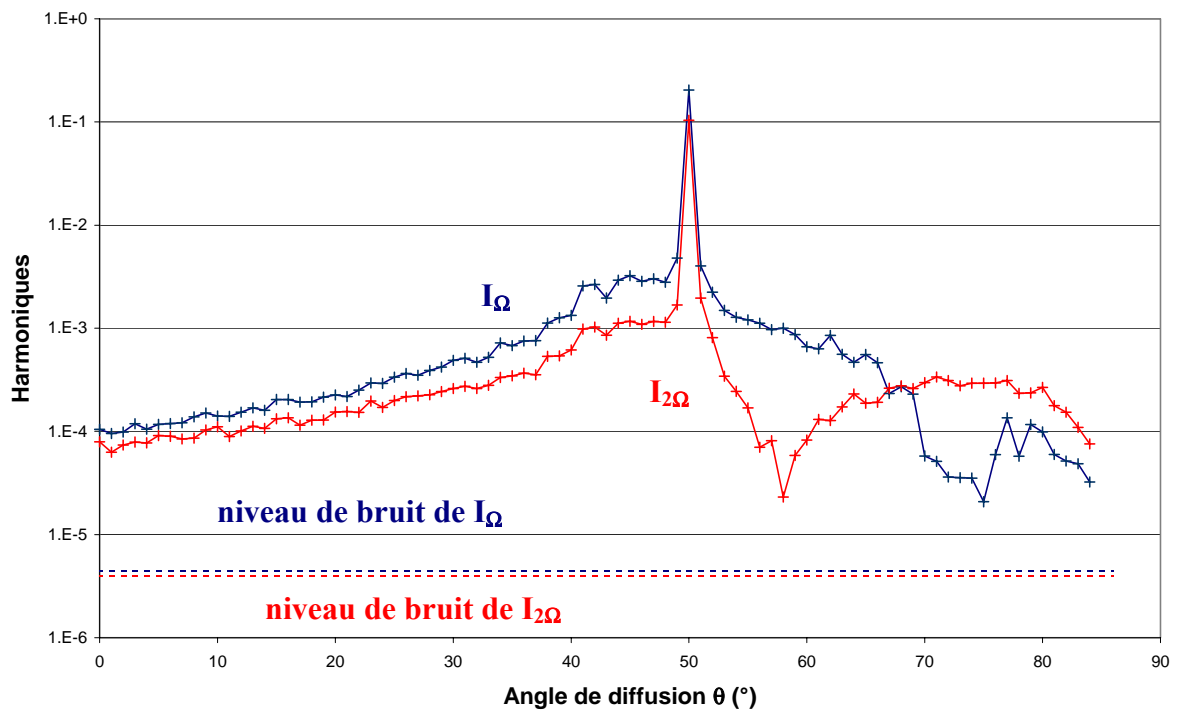


Figure III.26
*Mesure des harmoniques sur l'échantillon « Ewart 7 », sous incidence oblique ($i = 57^\circ$).
 L'unité verticale est le volt.*

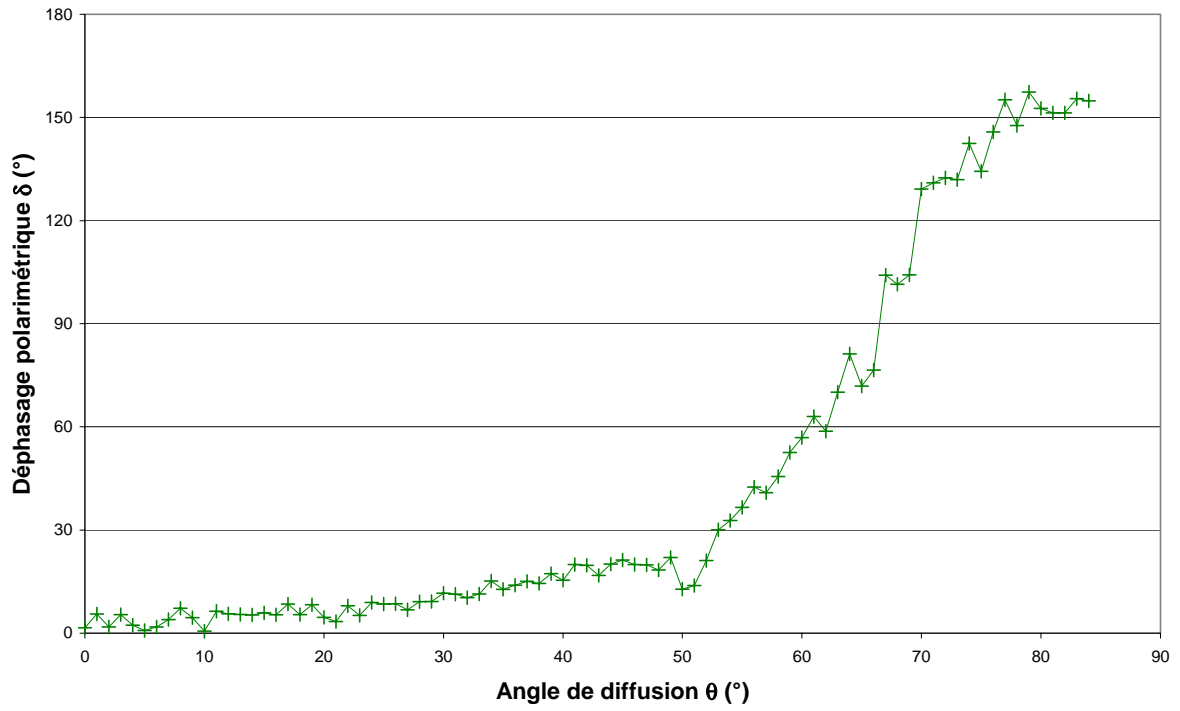


Figure III.27
Déphasage polarimétrique déduit des mesures précédentes.

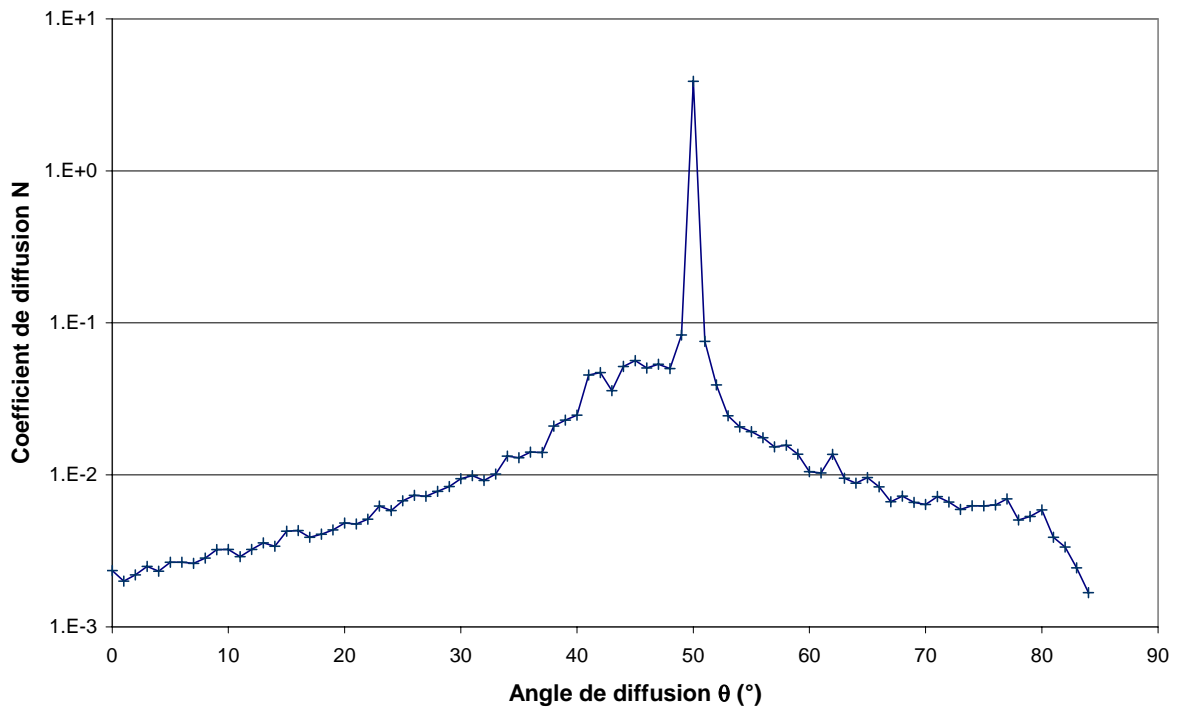


Figure III.28
*Mesure du coefficient de diffusion N déduit des mesures précédentes.
 L'unité verticale est arbitraire.*

Ici encore, le comportement du déphasage polarimétrique est conforme à celui d'un composant diffusant en surface (voir paragraphe suivant). Sous incidence oblique, le saut de phase est de l'ordre de 170° .

c. Commentaires : couches de passage

Pour chacun de ces échantillons, on peut être satisfait de la qualité de la mesure du déphasage polarimétrique, qui montre une valeur proche de zéro dans tout le domaine angulaire pour une incidence d'éclairement normale ($i = 0^\circ$). En incidence oblique, le saut de phase est parfaitement détecté mais on assiste de plus à un écart par rapport à la fonction en escalier prédite par la théorie. Ceci est lié, comme dans le cas des mesures spéculaires, à la présence d'une couche de passage ainsi qu'à l'indice imaginaire du substrat, deux effets qu'il faut prendre en compte en plus de la rugosité. Les calculs ci-dessous confirment ces effets (figure III.29 et III.30).

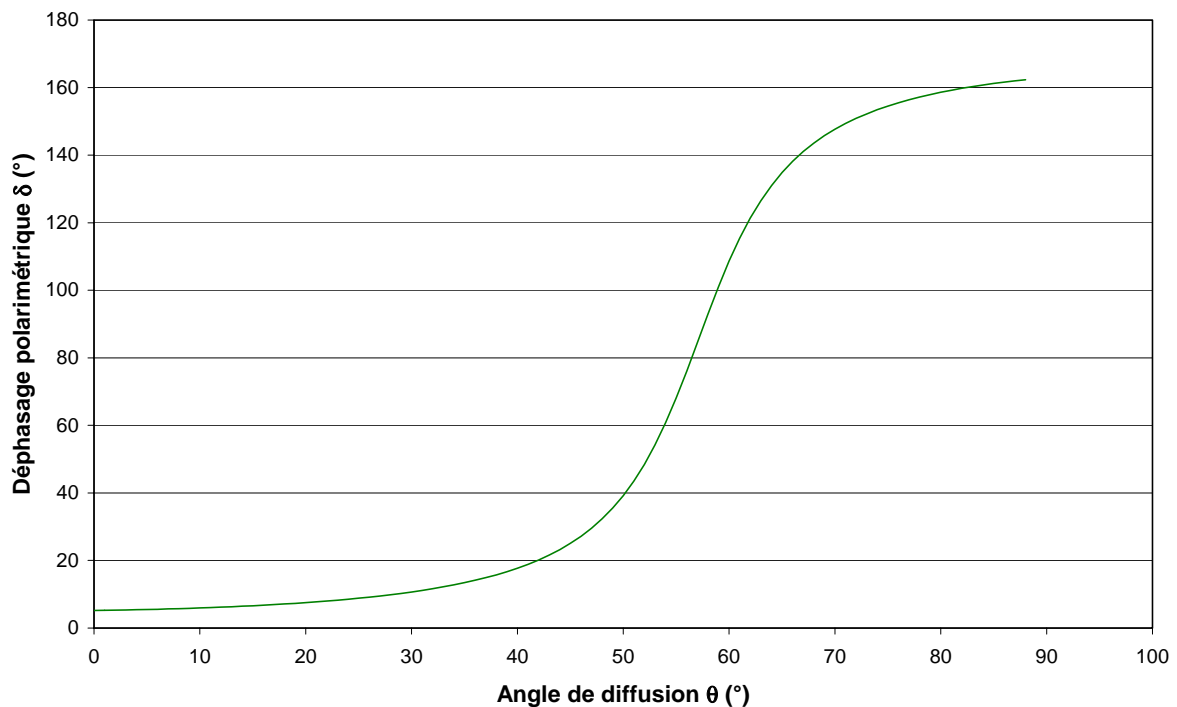


Figure III.29

Evolution du déphasage polarimétrique pour un empilement constitué d'un substrat d'indice $n_s = 1,536 + j.0,2$, sous incidence oblique ($i = 57^\circ$).

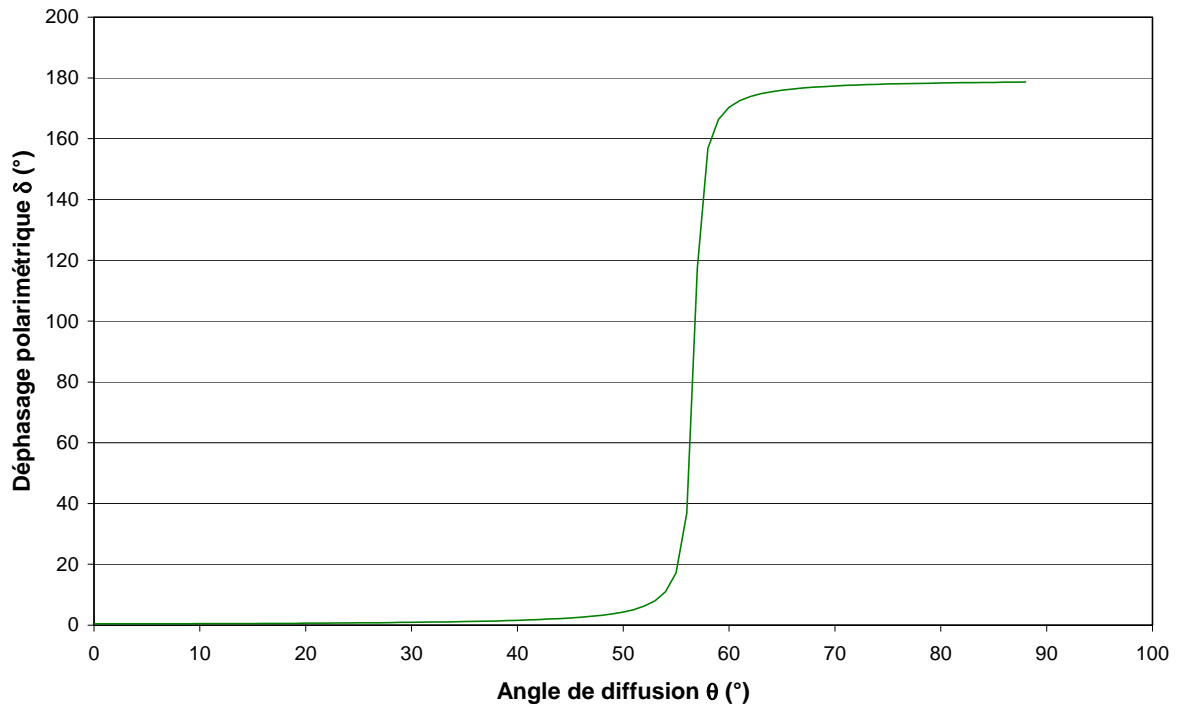


Figure III.30

Evolution du déphasage polarimétrique pour un empilement constitué d'un substrat d'indice $n_s = 1,536$ et d'une couche d'indice $n = 1,48$ et d'épaisseur $e = 120$ nm, sous incidence oblique ($i = 57^\circ$).

d. Mesure sur échantillon de zérodur : interférences surface/volume

Nous avons réalisé des mesures sur un échantillon de zérodur. Il s'agit d'un verre qui a été synthétisé pour minimiser les coefficients de dilatation des optiques. En contrepartie, il possède une diffusion volumique qui vient s'ajouter à la diffusion par sa rugosité. Cet échantillon diffuse essentiellement en surface, ce qui est confirmé par les mesures du déphasage polarimétrique sous incidence nulle (figure III.31) et sous incidence oblique $i = 50^\circ$ (figure III.32). Sous incidence nulle, δ reste voisin de zéro. Sous incidence oblique, δ augmente de 0 à 130° pour des angles de diffusion compris entre 0° et 90° . Dans les deux cas, nous observons de légères oscillations des courbes de déphasage, que l'on peut attribuer à une décorrélation entre la rugosité de surface $h(\mathbf{r})$ et l'hétérogénéité de volume $p(\mathbf{r})$.

En effet, si le terme de structure \hat{h} ou \hat{p} disparaît dans l'expression (13) du déphasage polarimétrique lorsque la diffusion est uniquement d'origine surfacique ou volumique, ce n'est plus le cas lorsque les effets de surface et de volume sont présents simultanément. Les coefficients de diffusion s'écrivent alors :

$$\begin{aligned} v_S &= C_{0,1}^S \cdot \hat{h}_0 + C_{0,2}^S \cdot \hat{p}_0 \\ v_P &= C_{0,1}^P \cdot \hat{h}_0 + C_{0,2}^P \cdot \hat{p}_0 \end{aligned} \quad (43)$$

Où $C_{0,1}^{S \text{ ou } P}$ et $C_{0,2}^{S \text{ ou } P}$ sont les coefficients optiques pour la diffusion de surface et de volume, respectivement. h_0 et p_0 désignent le profil de surface et l'inhomogénéité de volume du substrat. Dans ces conditions, d'après l'expression (43), le déphasage polarimétrique dépend des paramètres de structure h_0 et p_0 du substrat. La décorrélation entre la surface et le volume est donc à l'origine des oscillations du déphasage polarimétrique, de l'ordre de 20° :

$$\begin{aligned} \delta = \text{Arg}(v_S \cdot v_P^*) &= \text{Arg} \left(C_{0,1}^S \cdot \bar{C}_{0,1}^P \cdot |\hat{h}_0|^2 + C_{0,2}^S \cdot \bar{C}_{0,2}^P \cdot |\hat{p}_0|^2 \right. \\ &\quad \left. + C_{0,1}^S \cdot \bar{C}_{0,2}^P \cdot \hat{h}_0 \cdot \bar{\hat{p}}_0 + C_{0,2}^S \cdot \bar{C}_{0,1}^P \cdot \bar{\hat{h}}_0 \cdot \hat{p}_0 \right) \end{aligned} \quad (44)$$

Par ailleurs, les mesures du coefficient de diffusion $N(\theta)$ et de la BRDF (figures III.33 et III.34) exhibent des comportements angulaires comparables (au niveau près). La mesure de la BRDF indique que le TIS de cet échantillon est de 0,0032 (0,32% du flux incident est diffusé).

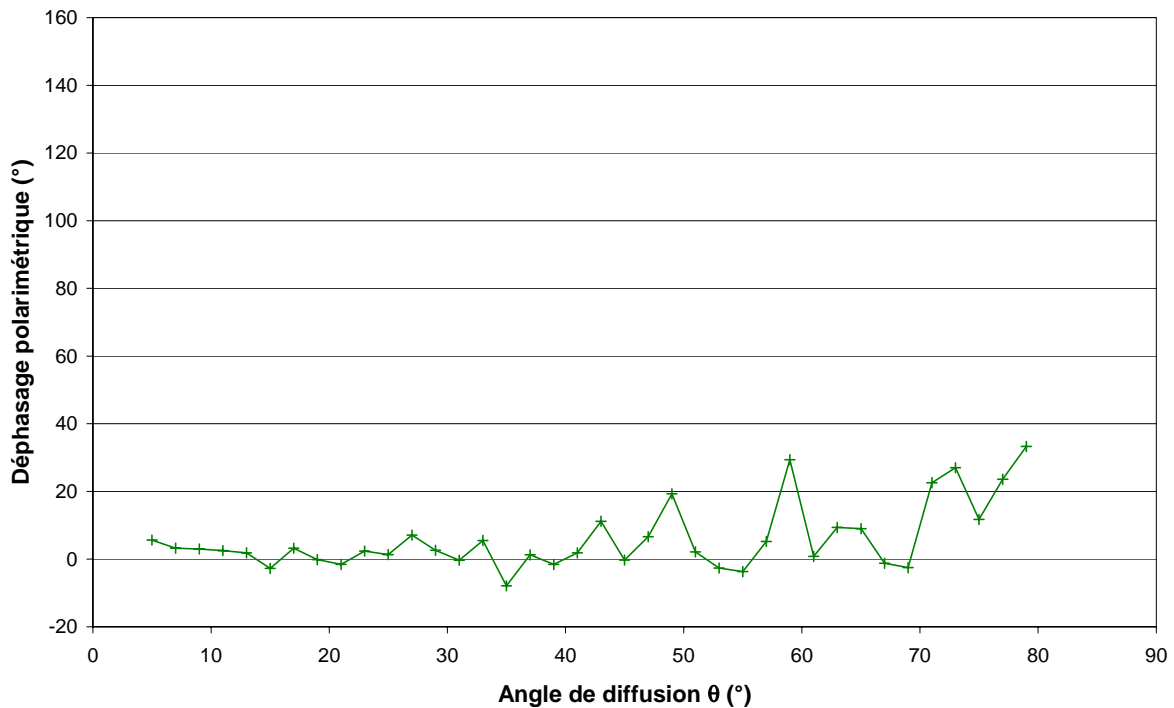


Figure III.31

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de zérodur, sous incidence nulle.

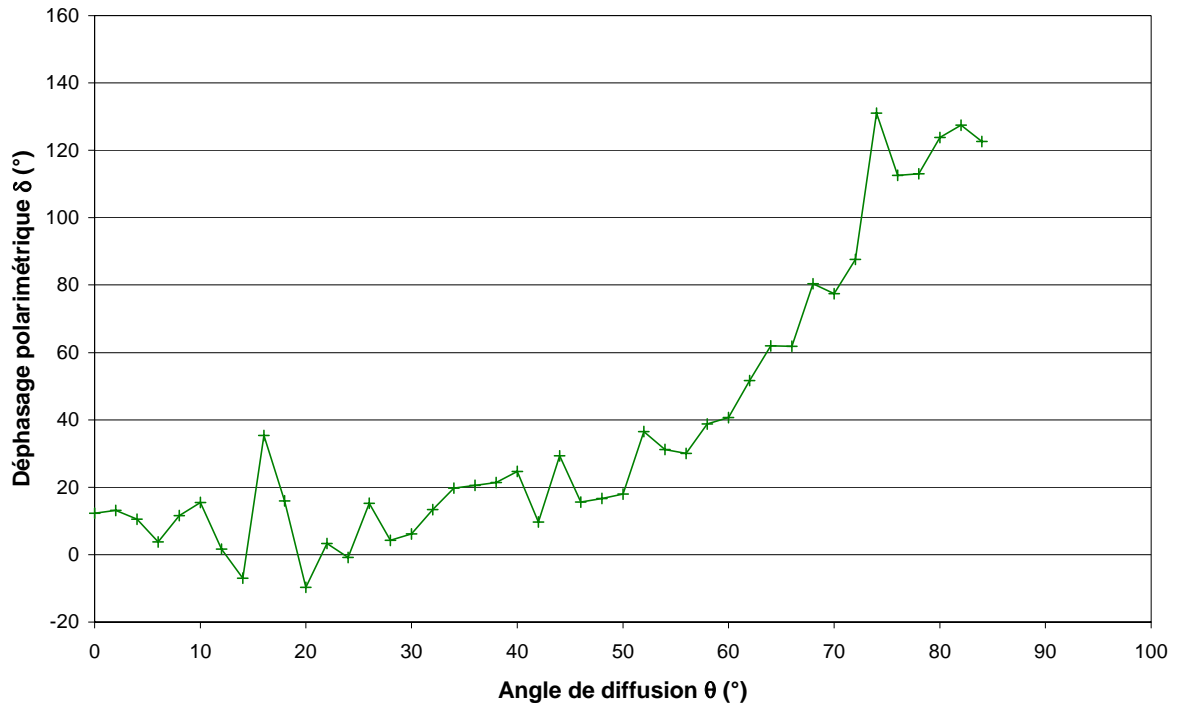


Figure III.32

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de zérodur, sous incidence oblique.

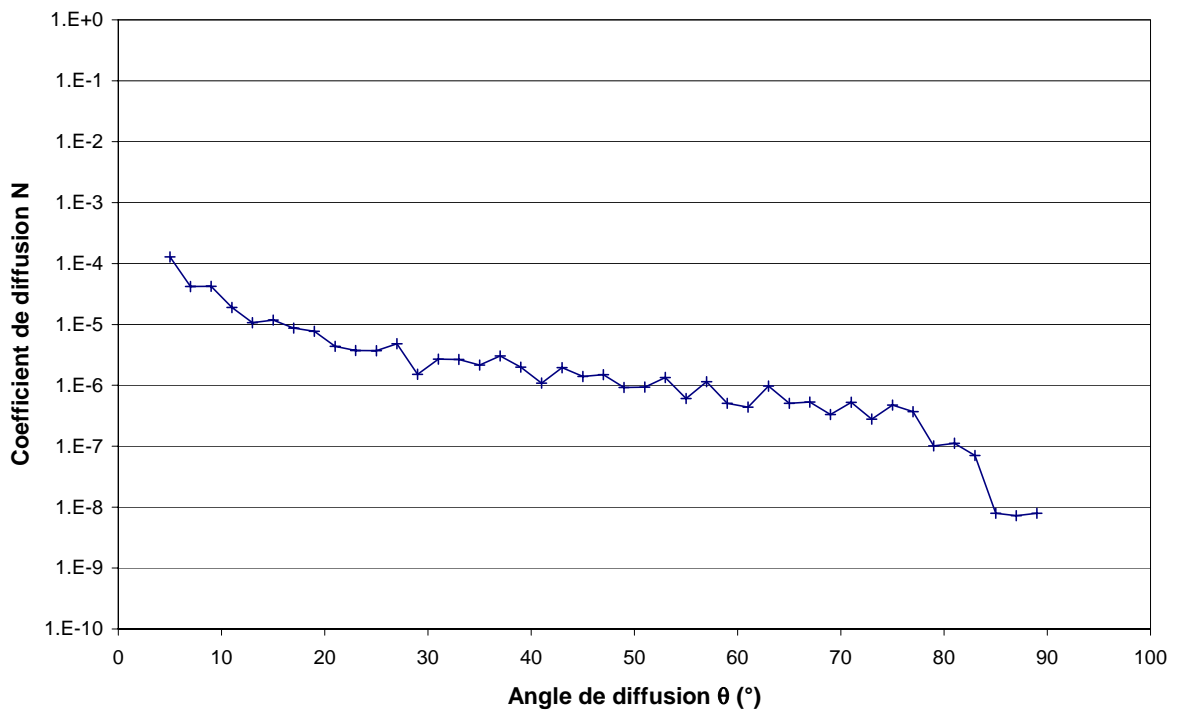


Figure III.33

Mesure du coefficient de diffusion sur un échantillon de zérodur, sous incidence nulle.
L'unité verticale est arbitraire.

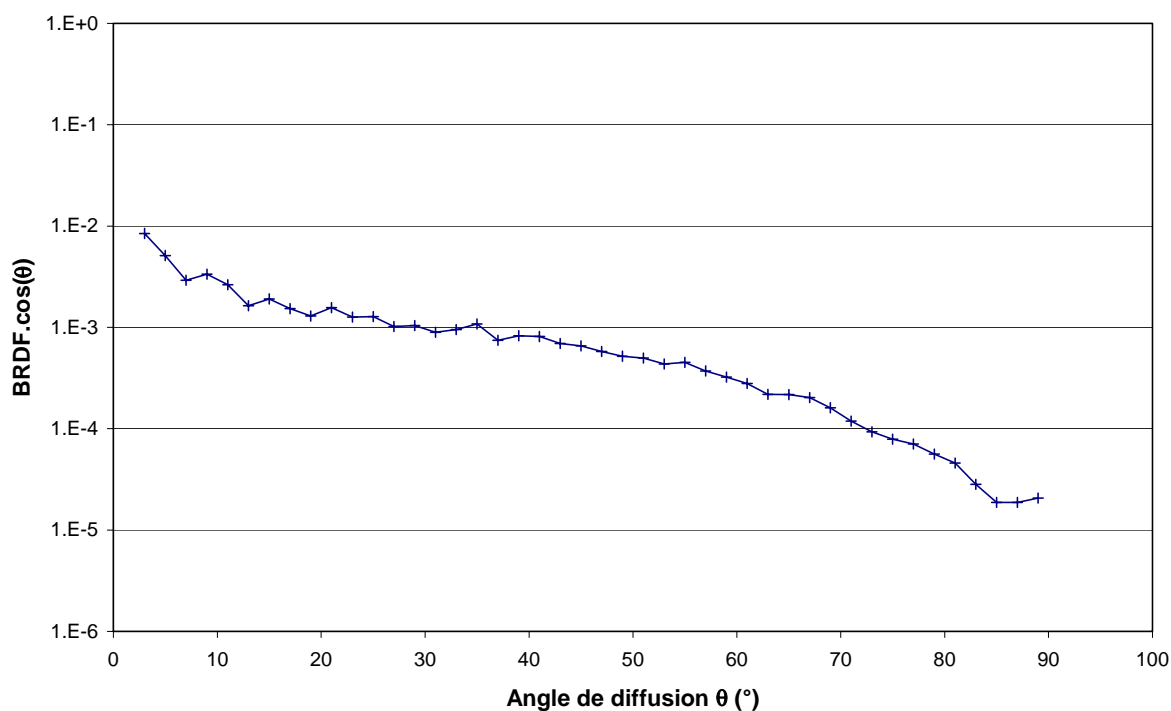


Figure III.34
Mesure de la BRDF sur un échantillon de zérodur, sous incidence nulle.

3. Conclusion

Nous pouvons faire plusieurs remarques. D'une part, la dynamique du système est correcte, de l'ordre de six décades. Les harmoniques mesurées sont bien au-dessus des mesures à vide, bien que dans l'exemple ci-dessus, les niveaux de diffusion soient très faibles puisqu'il s'agit d'un échantillon faiblement rugueux (la diffusion est de l'ordre de 10^{-5}).

Les résultats ci-dessus permettent de valider les mesures d'ellipsométrie sur champ diffus. Il est possible d'extraire le déphasage polarimétrique avec une résolution angulaire du même ordre que celle des mesures de diffusion classique. Le temps de mesure a été énormément réduit - ce qui constituait un objectif par rapport au montage « Analyseur tournant » - puisqu'il faut moins de trente minutes pour réaliser une mesure angulaire complète avec un pas de 2° . Dans le même temps, la précision et la répétabilité des mesures ont été grandement améliorées.

Enfin, nous ne présentons pas ici de mesure correspondant à un échantillon diffusant uniquement en volume, car les échantillons à notre disposition présentaient des hétérogénéités trop importantes pour entrer dans le cadre de la théorie des petites perturbations. L'étude des composants hétérogènes en surface et en volume est l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE IV

CAS DES ECHANTILLONS TRES DIFFUSANTS

ECART PAR RAPPORT AUX THEORIES PERTURBATIVES

Nous abordons maintenant le problème des échantillons à forte diffusion. Par opposition aux composants faiblement hétérogènes, il nous faudra désormais prendre en compte, dans le plan d'incidence, les phénomènes de dépolarisation ou plus simplement les changements de polarisation. Ceci va nous amener dans une première étape à réécrire les équations de l'ellipsométrie afin de définir correctement les grandeurs mesurées.

La polarisation sera décrite ici de façon déterministe ou microscopique, de façon à rester dans le cadre des théories électromagnétiques. Cela signifie que chaque onde incidente polarisée s (respectivement p) crée après diffusion deux composantes polarisées ss et sp (respectivement pp et ps) auxquelles on associera les coefficients de diffusion v_{SS} et v_{SP} (respectivement v_{PP} et v_{PS}). Ces composantes traduisent les changements de polarisation ou l'état de polarisation de l'onde diffusée dans chaque direction de l'espace. Lorsque les variations de v_{XY} sont très rapides dans l'angle solide de mesure du récepteur, on parlera de dépolarisation. Une simulation numérique permettra de mettre en évidence l'influence de la dépolarisation sur les valeurs de phase équivalente mesurée, en regard des résultats du chapitre précédent.

Plusieurs échantillons sont ensuite analysés et montrent comment nos techniques de séparation surface/volume fonctionnent encore correctement pour ces fortes diffusions. Enfin, nous terminerons ce chapitre par une étude du déphasage polarimétrique dans le speckle de l'onde diffusée, c'est-à-dire à haute résolution angulaire.

I. RAPPELS PRELIMINAIRES

A ce stade, il nous paraît utile, pour éviter toute ambiguïté quant au vocabulaire et aux notations utilisées, de revenir brièvement sur les notions de polarisation et de dépolarisation [2][9][40]. Rappelons donc que tout courant harmonique réel (donc physique) vibrant à la fréquence ω génère un champ électromagnétique contenu dans le plan perpendiculaire au vecteur d'onde décrivant la direction de propagation. La composante électrique \mathbf{E} de ce champ peut donc s'écrire comme la somme de deux composantes \mathbf{E}_S et \mathbf{E}_P parallèles aux axes définissant la polarisation TE (ici parallèle au plan moyen de l'échantillon) et TM (axe perpendiculaire au précédent). Ces composantes vibrent à la même fréquence ω que le courant générateur, mais avec des retards spécifiques ϕ_S et ϕ_P , soit :

$$\begin{aligned} E_S &= \mathbf{E}_S \cdot \cos(\omega.t - \phi_S) \\ E_P &= \mathbf{E}_P \cdot \cos(\omega.t - \phi_P) \end{aligned} \quad (1)$$

A ce stade, les composantes sont réelles et la direction du champ est donnée par le rapport :

$$\frac{E_S}{E_P} = f(\phi_S, \phi_P, t) = \tan(\alpha(t)). \quad (2)$$

Dans le cas général, le champ tourne ainsi dans le plan perpendiculaire au vecteur d'onde, et son extrémité décrit une ellipse dont on peut rechercher les caractéristiques géométriques à l'aide de changements de variables ; la polarisation est alors dite elliptique. Par contre, dans le cas où les retards sont identiques sur chaque axe ($\phi_S = \phi_P$), la direction du champ est constante et l'on parle de polarisation rectiligne. Enfin, l'interaction de ce champ avec un objet peut induire des retards spécifiques et différents sur chaque axe, ce qui explique les changements de polarisation.

Dans tout ce manuscrit, nous avons implicitement utilisé la notation vectorielle complexe, ce qui signifie que nous avons associé des grandeurs vectorielles complexes aux composantes vectorielles réelles du champ. Ces grandeurs sont données par :

$$\begin{aligned} A_S &= \mathbf{E}_S \cdot \exp(j.\phi_S) \\ A_P &= \mathbf{E}_P \cdot \exp(j.\phi_P) \end{aligned} \quad (3)$$

De façon classique, cette notation simplifie grandement les développements analytiques, et permet lorsque requis de revenir à la grandeur physique réelle de la façon suivante :

$$\begin{aligned} E_S &= \text{Re}[A_S \cdot \exp(-j.\omega.t)] \\ E_P &= \text{Re}[A_P \cdot \exp(-j.\omega.t)] \end{aligned} \quad (4)$$

II. CHANGEMENT DE POLARISATION, DEPOLARISATION

Considérons une onde rectiligne polarisée TE (s) ou TM (p), incidente sur un échantillon faiblement hétérogène. Notons \mathbf{A}_X^+ l'amplitude complexe de cette onde, avec $X = s$ ou p . Dans ces conditions, le champ diffusé $\mathbf{A}_X(\theta)$ dans le plan d'incidence ne subit pas de changement de polarisation, soit :

$$\mathbf{A}_X(\theta) = \nu_X(\theta) \cdot \mathbf{A}_X^+ \quad (5)$$

Dans le cas d'une polarisation incidente rectiligne $\mathbf{A}^+ = \mathbf{A}_s^+ + \mathbf{A}_p^+$ arbitraire (ni s ni p), chaque composante incidente crée sa propre diffusion \mathbf{A} sans changement de polarisation. Par conséquent, le champ diffusé s'écrit :

$$\mathbf{A}(\theta) = \mathbf{A}_s(\theta) + \mathbf{A}_p(\theta) = \nu_s(\theta) \cdot \mathbf{A}_s^+ + \nu_p(\theta) \cdot \mathbf{A}_p^+ \quad (6)$$

Où \mathbf{A} désigne le champ vectoriel diffusé résultant. Si les coefficients complexes ν_s et ν_p ne sont pas déphasés (possèdent le même argument), aucun retard supplémentaire n'est introduit sur les axes propres (s et p) de sorte que la polarisation de l'onde diffusée demeure rectiligne, mais selon une direction différente. Dans le cas contraire, la polarisation devient elliptique puisque les arguments de ces coefficients induisent des retards différents sur chaque axe. Dans tous les cas on dira qu'il y a *modification de l'état de polarisation*.

Dans le cas précédent, le changement de polarisation n'est possible que si l'onde incidente n'est pas polarisée TE ou TM, ce qui est une caractéristique des composants à faible diffusion. A l'inverse, dans le cas d'échantillons fortement hétérogènes, une onde incidente TE ou TM peut créer, dans le plan d'incidence, une modification de l'état de polarisation. Supposons par exemple que l'onde incidente A_s^+ soit TE ou s . Elle crée, après diffusion, deux ondes associées à des champs perpendiculaires que l'on notera \mathbf{A}_{ss} et \mathbf{A}_{sp} avec, en projection algébrique sur les axes propres :

$$A_{ss} = \nu_{ss} \cdot A_s^+ \text{ et } A_{sp} = \nu_{sp} \cdot A_s^+ \quad (7)$$

Un détecteur mesurera en conséquence une grandeur proportionnelle à :

$$I = |A_{ss}|^2 + |A_{sp}|^2 = |A_s^+|^2 \cdot (|\nu_{ss}|^2 + |\nu_{sp}|^2) \quad (8)$$

En présence d'un polariseur orienté TE ou TM et placé devant le détecteur, la mesure sera ainsi proportionnelle uniquement au flux transporté par $|A_{SS}|^2$ ou $|A_{SP}|^2$, respectivement. Par contre, si l'axe du polariseur fait un angle ψ avec la direction TE, les composantes A_{SS} et A_{SP} interfèrent après projection sur cet axe, de sorte que l'intensité mesurée sera proportionnelle à :

$$I(\psi) = |A_{SS} \cdot \cos \psi + A_{SP} \cdot \sin \psi|^2 \quad (9)$$

$$= |A_S^+|^2 \cdot \left(|v_{SS}|^2 \cdot \cos^2 \psi + |v_{SP}|^2 \cdot \sin^2 \psi + \sin(2\psi) \cdot \text{Re}(v_{SS} \cdot \bar{v}_{SP}) \right)$$

Dans ce cas, on voit apparaître une modulation classique en fonction de l'angle du polariseur, qui se réduit dans le cas $|v_{SS}| = |v_{SP}| = v$ à :

$$I(\psi) = |v \cdot A_S^+|^2 \cdot \left(1 + \sin(2\psi) \cdot \cos \delta_1 \right) \quad (10)$$

Avec $\delta_1 = \text{Arg}(v_{SS} \cdot \bar{v}_{SP})$

Par contre, si dans l'angle solide du récepteur, les coefficients $v_{SS}(\theta)$ et $v_{SP}(\theta)$ varient rapidement et de façon indépendante dans le plan complexe, une intégration dans cet angle solide fait disparaître le terme croisé :

$$\langle \text{Re}(v_{SS} \cdot v_{SP}^*) \rangle = 0 \quad (11)$$

Et l'intensité se réduit à :

$$I(\psi) = |A_S^+|^2 \cdot \left(\langle |v_{SS}|^2 \rangle \cdot \cos^2 \psi + \langle |v_{SP}|^2 \rangle \cdot \sin^2 \psi \right) \quad (12)$$

Dans ces conditions, la modulation du signal est fortement réduite quand le polariseur tourne, et disparaît dans le cas particulier où $v_{SS} = v_{SP} = v$. On parle alors de *dépolarisation*. Ainsi la notion de dépolarisation n'est pas un concept contenu dans le modèle électromagnétique, mais est introduite à posteriori pour tenir compte des conditions expérimentales, de façon phénoménologique. Le rapport $\tau = \left| \frac{v_{SP}}{v_{SS}} \right|$ est appelé ici coefficient de dépolarisation, et peut être défini de façon analogue pour une onde incidente polarisée TM.

On aura ainsi remarqué qu'une lumière dépolarisée se confond avec la lumière naturelle, pour laquelle on dit que la direction du champ est aléatoire. Dans le cas de la dépolarisation, ce sont les variations rapides de la direction du champ qui donnent ce caractère aléatoire dont

la nature dépend de l'angle solide de mesure. Enfin, avec une théorie électromagnétique rigoureuse, la dépolarisation peut en toute rigueur se calculer en fonction de l'objet diffractant et via une intégration sur l'angle solide du récepteur. Cependant, dans le cas d'objets complexes (scènes en milieu réel par exemple), le calcul rigoureux n'est pas accessible et il faut se limiter à une approche phénoménologique qui se traite dans le cadre du formalisme de Müller.

III. EQUATIONS DU MONTAGE POUR LES FORTES DIFFUSIONS

Considérons à nouveau le montage expérimental en tenant compte des considérations précédentes. Le champ incident étant polarisé rectilignement (ni TE ni TM), on peut l'écrire comme :

$$A^+ = A_S^+ + A_P^+ \quad (13)$$

La composante A_S^+ génère un champ TE défini comme $A_{SS} = \nu_{SS} \cdot A_S^+$, et un champ TM défini comme $A_{SP} = \nu_{SP} \cdot A_S^+$. Par analogie, la composante A_P^+ génère un champ TM défini comme $A_{PP} = \nu_{PP} \cdot A_P^+$, et un champ TE défini comme $A_{PS} = \nu_{PS} \cdot A_P^+$. En conséquence, le champ résultant après diffusion est la somme des composantes TE et TM données par :

$$\begin{aligned} A_S &= A_{SS} + A_{PS} = \nu_{SS} \cdot A_S^+ + \nu_{PS} \cdot A_P^+ \\ A_P &= A_{PP} + A_{SP} = \nu_{PP} \cdot A_P^+ + \nu_{SP} \cdot A_S^+ \end{aligned} \quad (14)$$

Ces composantes étant ainsi définies, nous pouvons réécrire les équations de l'ellipsométrie en tenant compte du montage expérimental.

1. Mise en équations du montage

Posons tout d'abord, par analogie avec les chapitres précédents :

$$\begin{cases} \nu_{SS} = \sqrt{N_{SS}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{SS}) \\ \nu_{PP} = \sqrt{N_{PP}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{PP}) \end{cases} \quad (15)$$

$$\begin{cases} \nu_{SP} = \sqrt{N_{SP}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{SP}) \\ \nu_{PS} = \sqrt{N_{PS}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{PS}) \end{cases} \quad (16)$$

Conservons la configuration la plus générale du montage en l'absence de lame déphasante. Nous avons vu au chapitre II que le champ incident s'écrit, après traversée du modulateur, comme :

$$\begin{cases} A_S^+ \\ A_P^+ \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} [a \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) + b] \\ [c \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) + d] \end{cases} \quad (17)$$

Avec :

$$\begin{cases} a = \cos\beta \cos(\psi - \beta) \\ b = \sin\beta \sin(\beta - \psi) \\ c = \sin\beta \cos(\psi - \beta) \\ d = \cos\beta \sin(\psi - \beta) \end{cases}$$

De sorte que le champ diffusé s'écrit comme :

$$\begin{cases} E_S' \\ E_P' \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \begin{cases} [a \cdot \exp(\delta_M(t)) + b] \cdot v_{SS} + [c \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) + d] \cdot v_{PS} \\ [c \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) + d] \cdot v_{PP} + [a \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) + b] \cdot v_{SP} \end{cases} \quad (18)$$

Nous conservons la même configuration du montage utilisée pour les mesures en spéculaire, c'est-à-dire $\beta = 0$, $\psi = \phi = \frac{\pi}{4}$. On peut alors écrire $b = c = 0$, $a = d = \frac{\sqrt{2}}{2}$. Dans ces conditions, l'amplitude du champ diffusé par l'échantillon s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} E_S' \\ E_P' \end{cases} = E_0^+ \cdot \cos(\psi - \alpha) \cdot a \cdot \begin{cases} a \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) \cdot v_{SS} + d \cdot v_{PS} \\ d \cdot v_{PP} + a \cdot \exp(j \cdot \delta_M(t)) \cdot v_{SP} \end{cases} \quad (19)$$

Après l'analyseur, l'amplitude du champ s'exprime, avec $\cos \phi = \sin \phi = \frac{\sqrt{2}}{2}$:

$$A = \frac{E_0^+}{2} \cdot \cos(\psi - \alpha) \cdot \left\{ \left(\exp(j \cdot \delta_M(t)) v_{SS} + v_{PS} \right) + \left(v_{PP} + \exp(j \cdot \delta_M(t)) v_{SP} \right) \right\} \quad (20)$$

On exprime alors l'intensité en sortie du système :

$$\frac{I}{I_0} = \frac{1}{4} \left[\left(v_{SS} + v_{SP} \right) \exp(j \cdot \delta_M(t)) + \left(v_{PS} + v_{PP} \right) \right] \left[\left(\bar{v}_{SS} + \bar{v}_{SP} \right) \exp(-j \cdot \delta_M(t)) + \left(\bar{v}_{PS} + \bar{v}_{PP} \right) \right] \quad (21)$$

Compte tenu de l'expression de δ_M et du développement en fonctions de Bessel, on peut finalement écrire :

$$\frac{I}{I_0} = I_C + I_\Omega \sin(\Omega.t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega.t) \quad (22)$$

Avec

$$\begin{aligned} I_C &= \frac{1}{4} \left[|v_{SS} + v_{SP}|^2 + |v_{PS} + v_{PP}|^2 + 2\rho \cdot J_0 \cdot \cos \delta' \right] \\ I_\Omega &= -J_1 \cdot \rho \cdot \sin \delta' \\ I_{2\Omega} &= J_2 \cdot \rho \cdot \cos \delta' \end{aligned} \quad (23)$$

$$\text{Où} \quad \rho \exp(j\delta') = (v_{SS} + v_{SP}) \cdot (\bar{v}_{PS} + \bar{v}_{PP}) \quad (24)$$

Ainsi, pour des échantillons fortement diffusants, les équations gardent la même forme puisqu'il suffit de remplacer le terme $v_{SS} \cdot \bar{v}_{PP}$ par $(v_{SS} + v_{SP}) \cdot (\bar{v}_{PS} + \bar{v}_{PP})$. On peut donc travailler comme précédemment avec un terme de phase équivalente δ' donné par l'équation (24). Notons que cette phase équivalente, ou les coefficients de diffusion, peuvent être prédits à partir de modèles électromagnétiques rigoureux basés sur la méthode de diffusion intégrale, qui sont disponibles au laboratoire. Toutefois, nous n'utiliserons pas ici ces modèles car seule l'approche phénoménologique nous intéresse. Par ailleurs, ces modèles mettent en jeu des calculs numériques très lourds pour les surfaces à deux variables qui nous intéressent. Enfin, ces modèles n'existent pas pour les volumes ou pour les multicouches.

Si l'on rajoute la lame dans les équations précédentes, comme pour les mesures spéculaires, nous obtenons les équations (25), qui seront celles du montage :

$$\begin{aligned} I_C &= \frac{T_L}{4} \left[|v_{SS} + v_{SP}|^2 + |v_{PS} + v_{PP}|^2 + 2\rho \cdot J_0 \cdot \cos(\delta' + \delta_L) \right] \\ I_\Omega &= -J_1 \cdot T_L \cdot \rho \cdot \sin(\delta' + \delta_L) \\ I_{2\Omega} &= J_2 \cdot T_L \cdot \rho \cdot \cos(\delta' + \delta_L) \end{aligned} \quad (25)$$

En l'absence de dépolarisation, on a donc $\delta' = \delta$, et on retrouve les expressions du chapitre précédent. Par conséquent, en présence de dépolarisation, on ne mesure pas δ mais δ' . Nous allons donner une représentation graphique de ce résultat et en voir les conséquences sur la mesure.

2. Influence de la dépolarisation sur les mesures

Nous écrivons à nouveau les coefficients de diffusion de la façon suivante :

$$\begin{aligned}
 v_{SS} &= \sqrt{N_{SS}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{SS}) \\
 v_{PP} &= \sqrt{N_{PP}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{PP}) \\
 v_{SP} &= \sqrt{N_{SP}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{SP}) = \tau_{SP} \cdot \sqrt{N_{SS}} \\
 v_{PS} &= \sqrt{N_{PS}} \cdot \exp(j \cdot \delta_{PS}) = \tau_{PS} \cdot \sqrt{N_{PP}}
 \end{aligned} \tag{26}$$

Ce qui permet d'introduire les coefficients complexes de dépolarisation τ_{SP} et τ_{PS} . Il nous reste à fixer les taux de dépolarisation et nous supposons à nouveau, conformément à l'expérience pour les échantillons étudiés, que leurs modules sont voisins : $|\tau_{SP}| = |\tau_{PS}| = \tau$.

Par conséquent, le calcul numérique fait intervenir les coefficient N_{SS} et N_{PP} , que l'on pourra extraire du modèle perturbatif, ou faire varier de façon arbitraire. Quant aux valeurs de phase δ_{SP} et δ_{PS} , elles seront choisies aléatoirement entre 0 et 2π . Tout comme les coefficients en amplitude, les termes de phase δ_{SS} et δ_{PP} seront issus du modèle perturbatif ou choisis de façon aléatoire. Nous avons choisi de reprendre les solutions du modèle perturbatif dans lequel nous rajoutons le taux de dépolarisation τ et les déphasages aléatoires δ_{SP} et δ_{PS} .

Nous pouvons maintenant donner une interprétation graphique de ces résultats. D'après la relation (10), les harmoniques du signal mesuré en sortie du système sont :

$$\begin{aligned}
 I_{\Omega} &= -J_1 \cdot T_L \cdot \rho \cdot \sin(\delta' + \delta_L) \\
 I_{2\Omega} &= J_2 \cdot T_L \cdot \rho \cdot \cos(\delta' + \delta_L)
 \end{aligned} \tag{27}$$

Avec $\rho \exp(j \delta') = (v_{SS} + v_{SP}) \cdot (\bar{v}_{PS} + \bar{v}_{PP})$. A l'aide des relations (26), nous pouvons développer cette expression.

$$\rho \exp(j \delta') = \sqrt{N_{SS} \cdot N_{PP}} \cdot \left(e^{j \cdot \delta} + \tau \cdot \left(e^{j \cdot (\delta_{SS} - \delta_{PS})} + e^{j \cdot (\delta_{SP} - \delta_{PP})} \right) + \tau^2 \cdot e^{j \cdot (\delta_{SP} - \delta_{PS})} \right) \tag{28}$$

Le premier facteur correspond au terme en l'absence de dépolarisation, alors que les deux derniers termes décrivent la dépolarisation. Cette expression se simplifie :

$$\rho \exp(j\delta') = \sqrt{N_{SS} \cdot N_{PP}} \cdot \left(e^{j\cdot\delta} + \tau^2 \cdot e^{j\cdot(\delta_{SP} - \delta_{PS})} + 2\tau \cdot \left| \cos\left(\frac{\delta_{SS} + \delta_{PP} - \delta_{PS} - \delta_{SP}}{2}\right) \right| \cdot e^{j\frac{\delta + \delta_{SP} - \delta_{PS}}{2}} \right)$$

Ou encore :

$$\rho \exp(j\delta') = \sqrt{N_{SS} \cdot N_{PP}} \cdot \left\{ e^{j\cdot\delta} + \tau^2 \cdot e^{j\cdot\delta_1^*} + \rho_1 \cdot e^{j\delta_2^*} \right\} \quad (29)$$

En notant pour simplifier :

$$\begin{aligned} \rho_1 &= 2\tau \cdot \left| \cos\left(\frac{\delta_{SS} + \delta_{PP} - \delta_{PS} - \delta_{SP}}{2}\right) \right| \\ \delta_1^* &= \delta_{SP} - \delta_{PS} \\ \delta_2^* &= \frac{\delta + \delta_1^*}{2} \end{aligned} \quad (30)$$

A l'aide de l'expression (29) et d'une représentation graphique dans le plan complexe, on peut maintenant voir la relation entre δ , δ' et le taux de dépolarisation ε (figure IV.1). Dans l'expression (29), les déphasages δ_1^* et δ_2^* sont aléatoires (entre $-\pi$ et $+\pi$). De même, l'amplitude ρ_1 est aléatoire, comprise entre 0 et 2τ et égale à τ en moyenne comme tenu du terme en cosinus. De façon générale, l'écart entre δ et δ' croit avec τ . Pour $\tau = 0$, $\delta' = \delta$: la dépolarisation est nulle. Par contre, lorsque $\tau = 1$, les termes issus du modèle perturbatif et de la dépolarisation sont de même grandeur : le flux diffusé est dépolarisé.

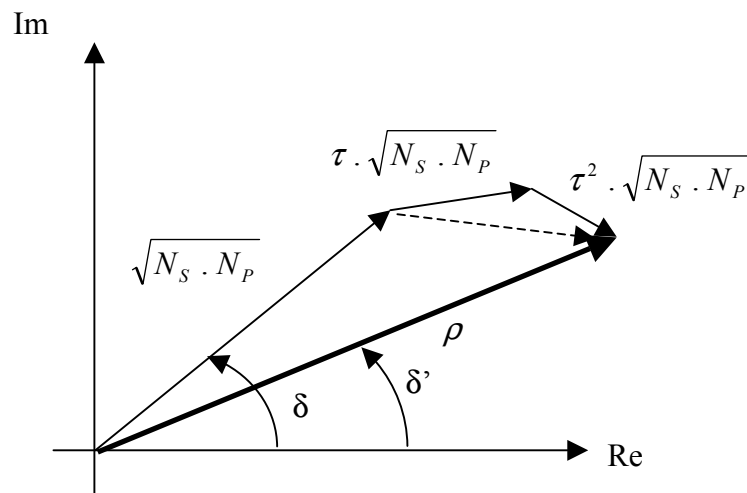


Figure IV.1

Représentation dans le plan complexe de la composante polarisée (en trait plein) et de la composante dépolarisée (en pointillés).

3. Simulations numériques

Nous avons réalisé des simulations numériques à partir du modèle présenté dans le paragraphe précédent. Pour cela, nous avons tout d'abord recalculé, à l'aide de la théorie du premier ordre, le déphasage polarimétrique diffusé par un échantillon constitué d'un substrat de verre d'indice $n_S = 1,536$ (figure IV.2).

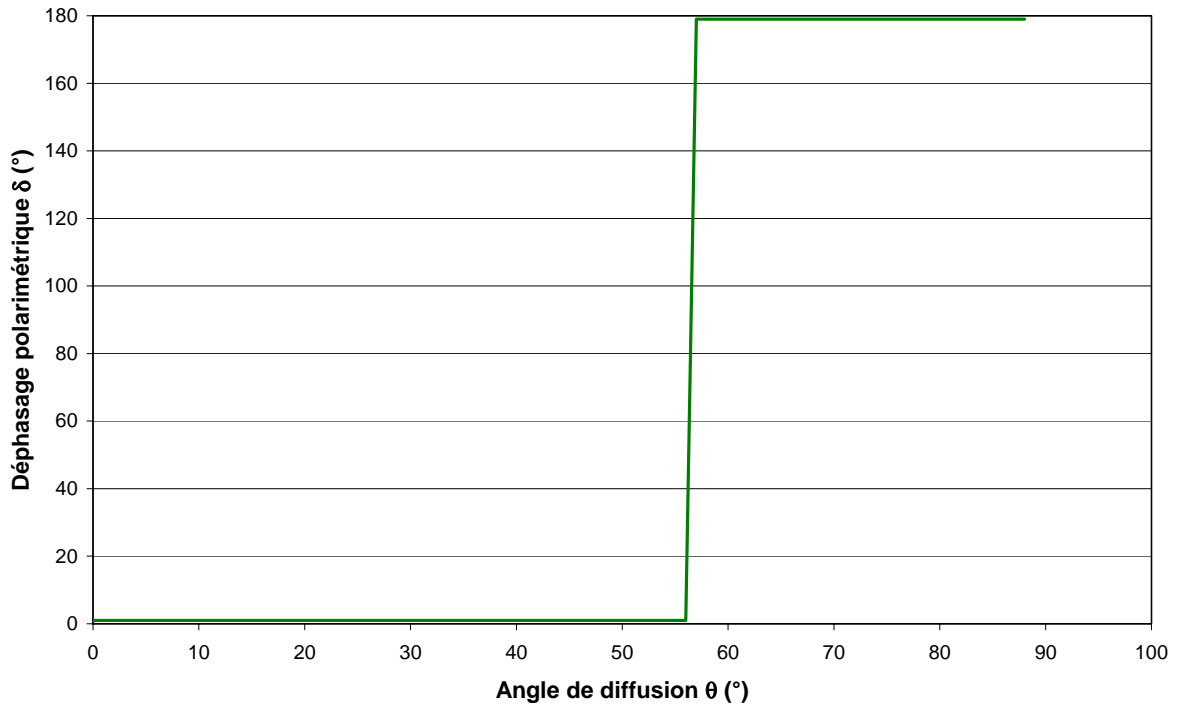
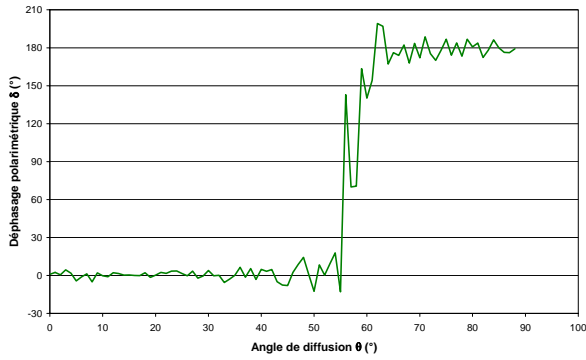


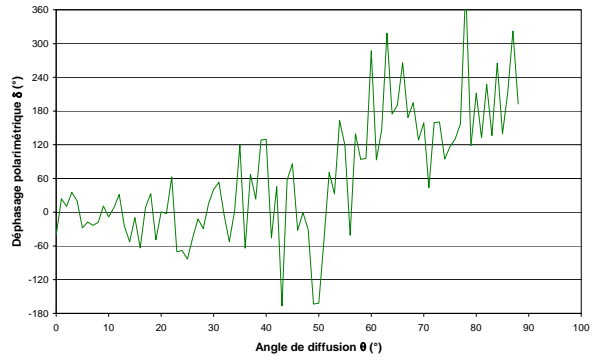
Figure IV.2

Déphasage polarimétrique pour un substrat de verre faiblement rugueux d'indice $n_S = 1,536$.

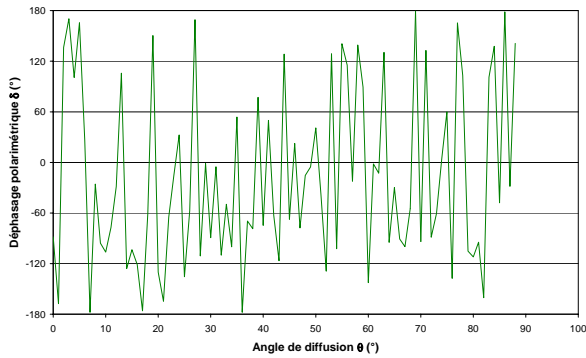
A partir de ce résultat, nous avons simulé la présence de dépolarisation en faisant varier la valeur de τ . Le cas $\tau = 0$ correspond à la courbe IV.2. A titre d'exemple, nous présentons les résultats pour $\tau = 0,05$, $\tau = 0,4$ et $\tau = 1$ (figure IV.3).



$\tau = 0,05$



$\tau = 0,4$



$\tau = 1$

Figure IV.3
Evolution du déphasage polarimétrique δ' en fonction du taux de dépolarisation τ . La « dynamique » des oscillations du déphasage augmente avec τ .

On constate que la dépolarisation se traduit par une oscillation du déphasage mesuré δ' par rapport au déphasage en l'absence de dépolarisation δ . A partir des simulations, nous avons calculé l'écart quadratique σ entre δ' et δ en fonction de τ (figure IV.4). L'expression utilisée est indiquée par la formule (31) où N représente le nombre de points de mesure en θ .

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum (\delta'_i - \delta_i)^2} \quad (31)$$

Pour $\tau = 1$, nous avons vu que le déphasage polarimétrique δ' est susceptible de prendre n'importe quelle valeur dans l'intervalle $[-180^\circ ; 180]$. L'écart quadratique est donc majoré

par $\sigma_{\max} = \delta_{\max} \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} = 125^\circ$.

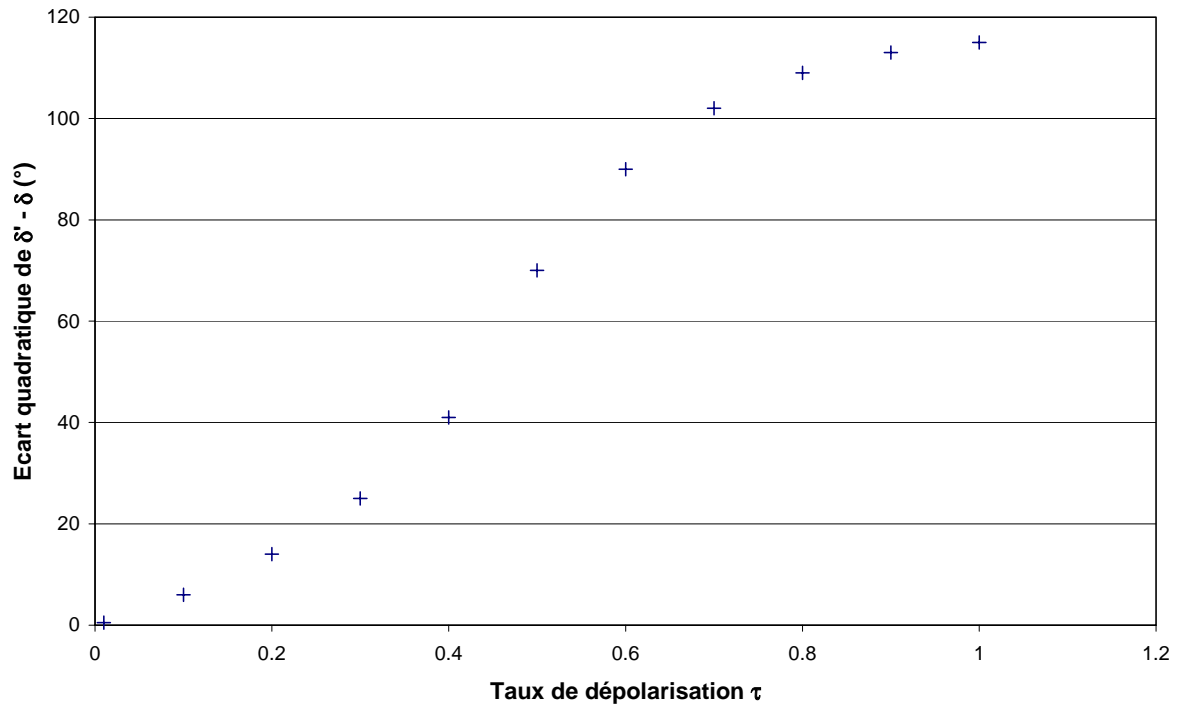


Figure IV.4

Evolution de l'écart quadratique entre δ' et δ en fonction du taux de dépolarisation τ .

Dans le paragraphe suivant, nous présentons les mesures réalisées sur différents échantillons diffusants, à la fois en surface et en volume.

IV. MESURES SUR DES ECHANTILLONS DIFFUSANT EN SURFACE OU VOLUME

Des composants ayant des hétérogénéités différentes sont ici mesurés et analysés en regard des prédictions théoriques.

1. Mesures sur des échantillons lambertiens

Nous présentons tout d'abord les mesures d'ellipsométrie et de BRDF sur deux échantillons lambertiens. Ces échantillons sont ceux utilisés pour étalonner les mesures de diffusion classique, comme nous l'avons dit dans le chapitre précédent. Ces échantillons ont la particularité d'être très diffusants : l'intensité totale diffusée (ou Total Integrated Scattering) est proche de 1. Cela signifie que la quasi-totalité du flux incident est diffusé. Le

TIS est défini selon la formule (32). Dans le cas où l'échantillon est supposé isotrope (ce qui est le cas des lambertiens), c'est à dire $I(\theta, \phi) = I(\theta)$, on utilisera la formule (33) :

$$TIS = \int_{\phi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\frac{\pi}{2}} \frac{I(\theta, \phi)}{I_0} d\theta \cdot d\phi \quad (32)$$

$$TIS = 2\pi \int_{\theta=0}^{\frac{\pi}{2}} \frac{I(\theta)}{I_0} \sin(\theta) \cdot d\theta \quad (33)$$

Ces échantillons ne peuvent pas entrer dans le cadre de la théorie du premier ordre. La figure IV.5 présente les mesures de BRDF des deux lambertiens. Le lambertien diélectrique est utilisé pour l'étalonnage des mesures de diffusion dans le visible (633 nm) et le lambertien métallique pour les mesures dans l'infrarouge (1,06 μm). Les comportements angulaires des deux échantillons, ainsi que leurs niveaux de diffusion, sont très proches. Nous avons regardé le comportement du déphasage polarimétrique de chacun, puisqu'une mesure de diffusion en intensité donne des résultats presque identiques.

Nous ne présentons plus les mesures des harmoniques mais uniquement les courbes du déphasage polarimétrique δ' en présence de dépolarisation (figure IV.7 et IV.8) et du coefficient de diffusion $N(\theta)$ (figure IV.6) desquelles elles sont déduites. Les mesures d'ellipsométrie ont été réalisées pour deux incidences d'éclairement $i = 0^\circ$ et $i = 60^\circ$.

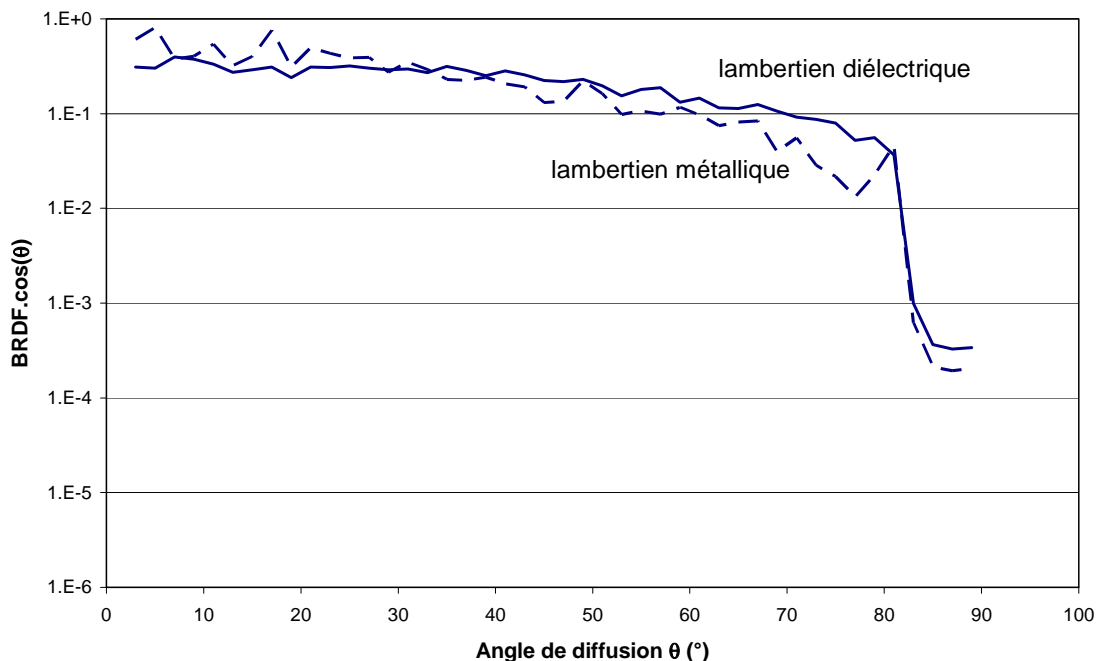


Figure IV.5

Mesures de diffusion du lambertien métallique (courbe en traits pointillés) et diélectrique (courbe en traits pleins), sous incidence nulle.

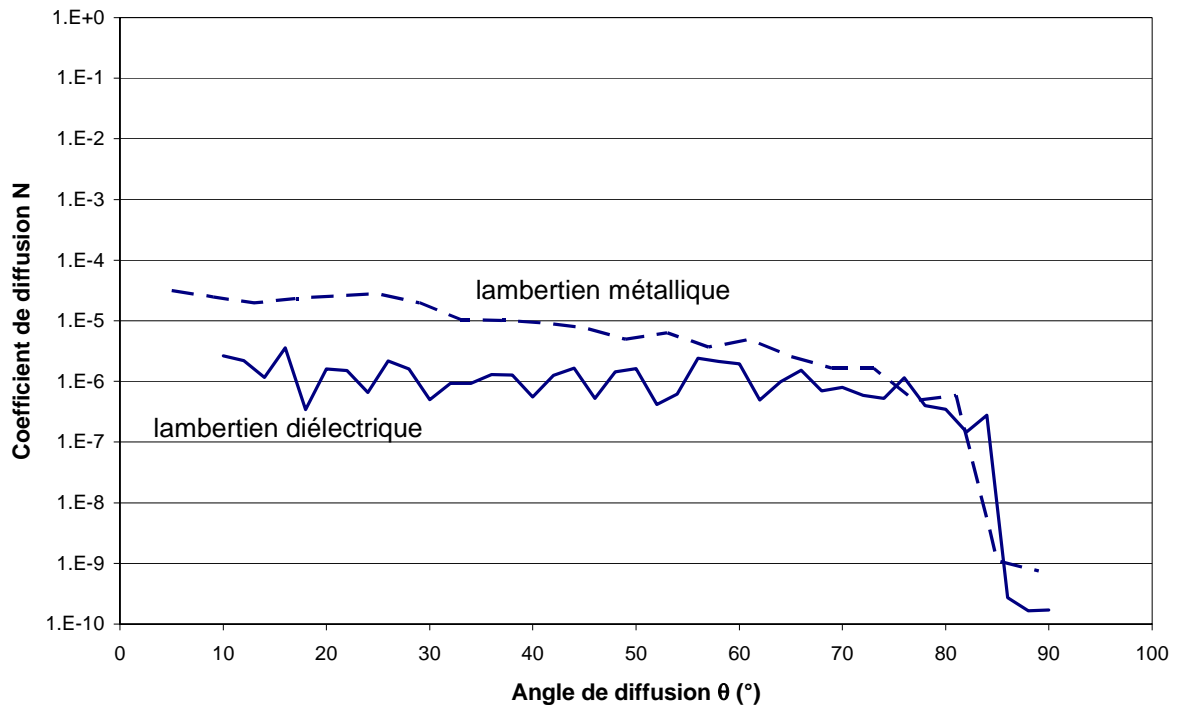


Figure IV.6
Mesure ellipsométrique du coefficient de diffusion du lambertien métallique (courbe en traits pointillés) et du lambertien diélectrique (courbe en traits pleins), sous incidence nulle. L'unité verticale est arbitraire.

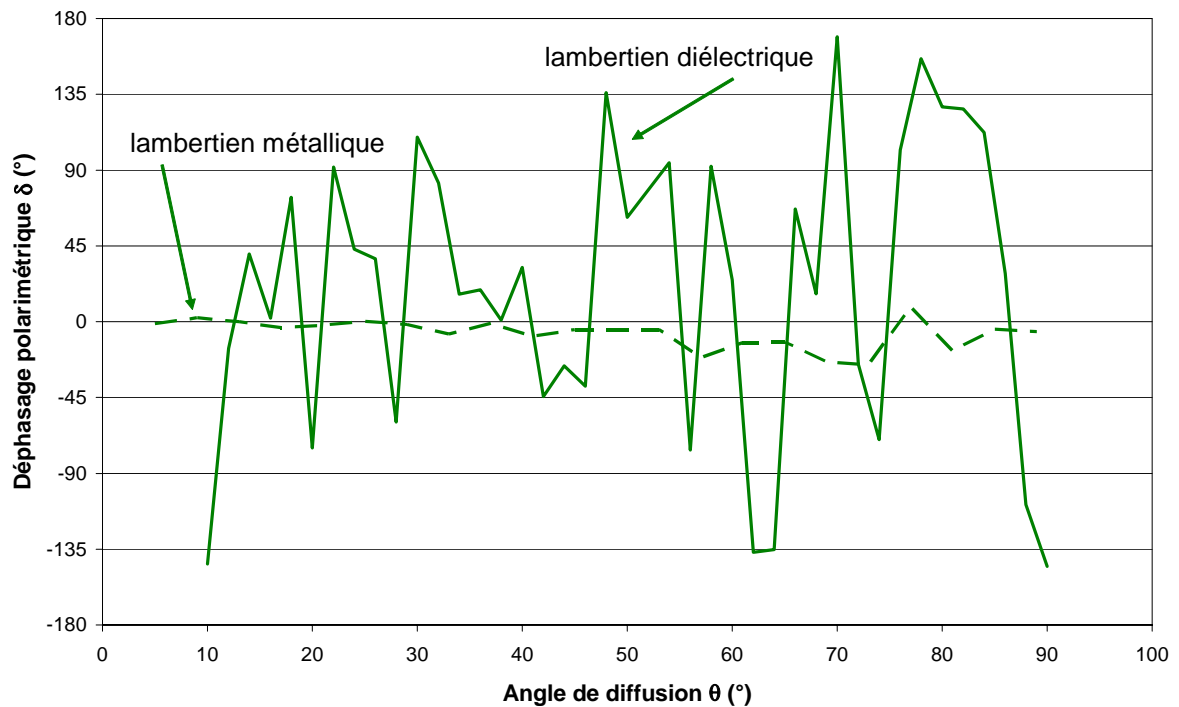


Figure IV.7
Mesure du déphasage polarimétrique du lambertien métallique (courbe en traits pointillés) et du lambertien diélectrique (courbe en traits pleins), sous incidence nulle.

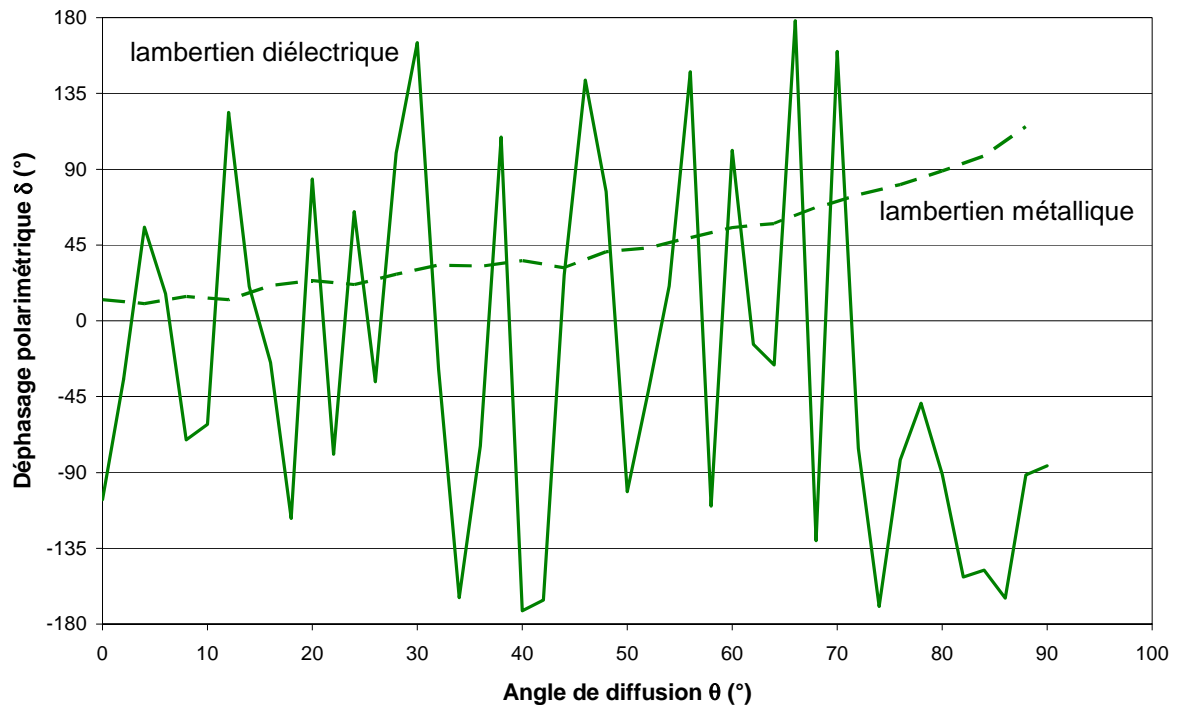


Figure IV.8

Mesure du déphasage polarimétrique du lambertien métallique (courbe en traits pointillés) et du lambertien diélectrique (courbe en traits pleins), sous incidence oblique ($i = 50^\circ$).

Nous pouvons faire plusieurs remarques. D'une part, les mesures du coefficient de diffusion issues des mesures d'ellipsométrie (figure IV.6) sont en accord avec celles de la BRDF (figure IV.5). Rappelons que les courbes $N(\theta)$ ne sont pas étalonnées alors que les courbes de BRDF le sont. Cependant, le comportement angulaire de chacun des lambertiens est le même entre les figures IV.5 et IV.6

La seconde remarque porte sur la mesure du déphasage polarimétrique des lambertiens. Là où une seule mesure de l'intensité diffusée ne permet pas de détecter *a priori* de différence, nous observons deux comportements complètement différents.

Sous incidence nulle, le déphasage polarimétrique du lambertien métallique reste voisin de zéro. Sous incidence oblique, il augmente de 0° à 135° de façon quasi monotone lorsque l'angle de diffusion augmente. Dans les deux cas, les oscillations sont très faibles. Ce comportement est très proche d'un échantillon diffusant en surface (au premier ordre), avec un taux dépolarisation τ faible ($\tau \approx 0,1$ d'après la courbe IV.4).

En ce qui concerne le lambertien diélectrique, quel que soit l'angle d'incidence et l'angle de diffusion, on observe de fortes oscillations angulaires du déphasage polarimétrique, entre $-\pi$ et $+\pi$ (à 2π près), soit tout le domaine angulaire, ce qui correspond à un taux de dépolarisation τ proche de 1. Nous étudierons plus en détails ces oscillations dans le paragraphe consacré aux mesures du speckle. Nos observations montrent que cet échantillon diffuse à priori dans le volume.

Afin de confirmer ces mesures, nous avons réalisé des mesures de BRDF polarisée. Le principe est le suivant : l'échantillon est éclairé en lumière polarisée (s ou p). Après diffusion par l'échantillon, on positionne sur le banc un analyseur tournant dont on peut faire varier la direction ϕ . La mesure de BRDF polarisée permet de connaître l'intensité $I(\theta, \phi)$ diffusée dans la direction θ en fonction de ϕ .

Les mesures de la figure IV.9 ont été réalisées en choisissant un faisceau polarisé suivant s . L'angle de diffusion θ est fixe et égal à 20° . La position $\phi = 0^\circ$ de l'analyseur correspond à la direction de polarisation s , alors que la position $\phi = 90^\circ$ correspond à la direction de polarisation p . Dans ces conditions, nous pouvons extraire les grandeurs $I(\phi = 0^\circ) = N_{ss}$ et $I(\phi = 90^\circ) = N_{sp}$. Le taux de dépolarisation est donc égal, par définition à :

$$\tau = \sqrt{\frac{N_{sp}}{N_{ss}}} = \sqrt{\frac{I(\phi = 90^\circ)}{I(\phi = 0^\circ)}} \quad (34)$$

Les deux lambertiens exhibent des comportements très différents. Pour le lambertien diélectrique, l'intensité diffusée est très peu dépendante de la position ϕ de l'analyseur : le flux diffusé est fortement dépolarisé. La mesure nous donne $\tau \approx 0,88$. Dans l'hypothèse où le flux diffusé serait complètement dépolarisé, on aurait $I(\phi) = \text{cte}$.

En ce qui concerne le lambertien métallique, l'intensité diffusée est quasiment nulle pour $\phi = 90^\circ$, c'est-à-dire lorsque le polariseur et l'analyseur sont croisés. La courbe correspondante est proche de celle d'un échantillon qui ne dépolarise pas, pour lequel l'intensité diffusée suit la loi de Malus : $I(\phi) = I_0 \cdot \cos^2(\phi)$. Le taux de dépolarisation du lambertien métallique est faible : $\tau \approx 0,08$.

Ces résultats permettent de confirmer de façon immédiate les taux de dépolarisation extraits des oscillations mesurées du déphasage polarimétrique.

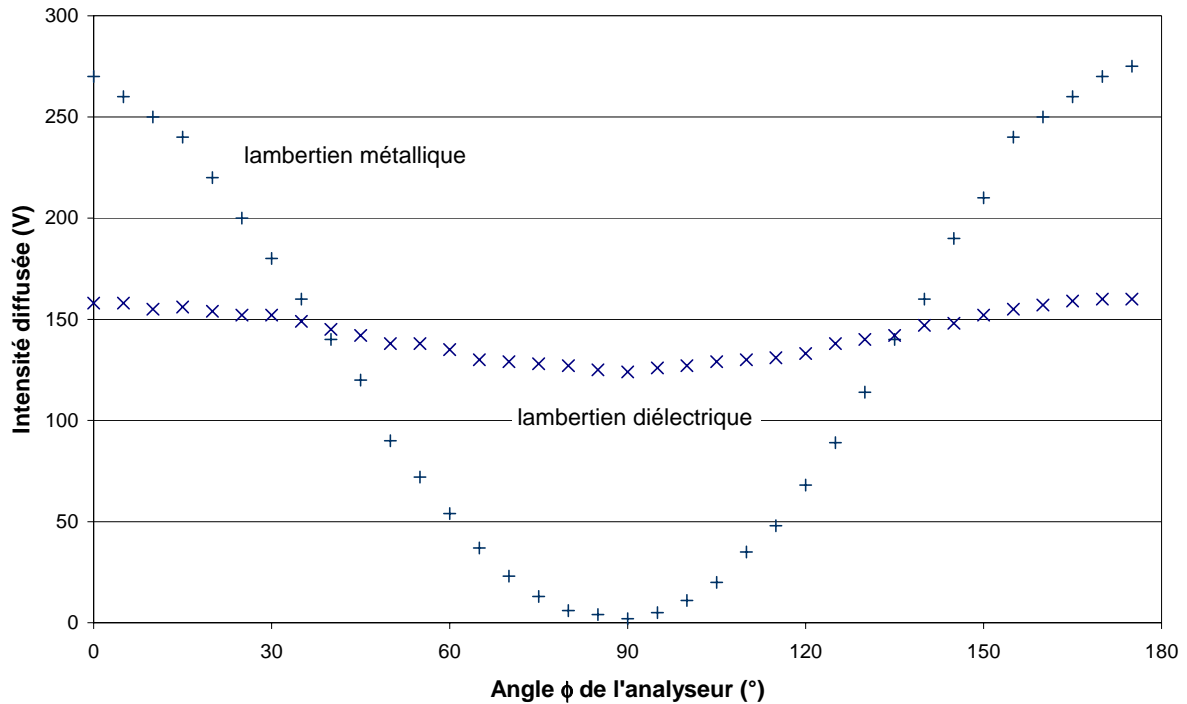


Figure IV.9

Mesure de la BRDF polarisée pour les lambertiens métallique et diélectrique en fonction de la direction ϕ de l'analyseur, pour une source polarisée suivant s . L'angle de diffusion θ est fixe, égal à 20° et l'angle d'incidence i est égal à 0° . L'unité verticale est arbitraire.

Ces mesurent mettent en évidence, s'il en est besoin, que la mesure du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée apporte des renseignements supplémentaires à celle de la mesure en intensité, puisqu'elle permet une discrimination immédiate des effets de surface et de volume. En effet, les oscillations mesurées sont proches de 0° pour le lambertien métallique, pour lequel la diffusion est surfacique. A l'inverse, les oscillations sont uniformément distribuées entre $-\pi$ et $+\pi$ pour le lambertien diélectrique, pour lequel la diffusion est volumique.

2. Mesure sur un échantillon de polystyrène

Nous présentons maintenant un échantillon de polystyrène hétérogène, à la fois en surface et en volume. Nous pouvons observer que l'origine de la diffusion est à priori double : surfacique et volumique. Les mesures du déphasage polarimétrique sont présentées en figure IV.10 sous incidence nulle et en figure IV.11 sous incidence oblique $i = 50^\circ$. Le déphasage reste voisin de zéro dans le premier cas et augmente avec l'angle de diffusion dans le second, entre 0° et 180° . Ce résultat est encore cohérent avec une diffusion surfacique mais les

oscillations de la phase sont relativement importantes. Nous pouvons estimer que $\tau \approx 0,4$ et expliquer cela par la forte inhomogénéité volumique de cet échantillon. Une décorrélation entre la surface et le volume peut également être évoquée, comme dans la cas du zérodur.

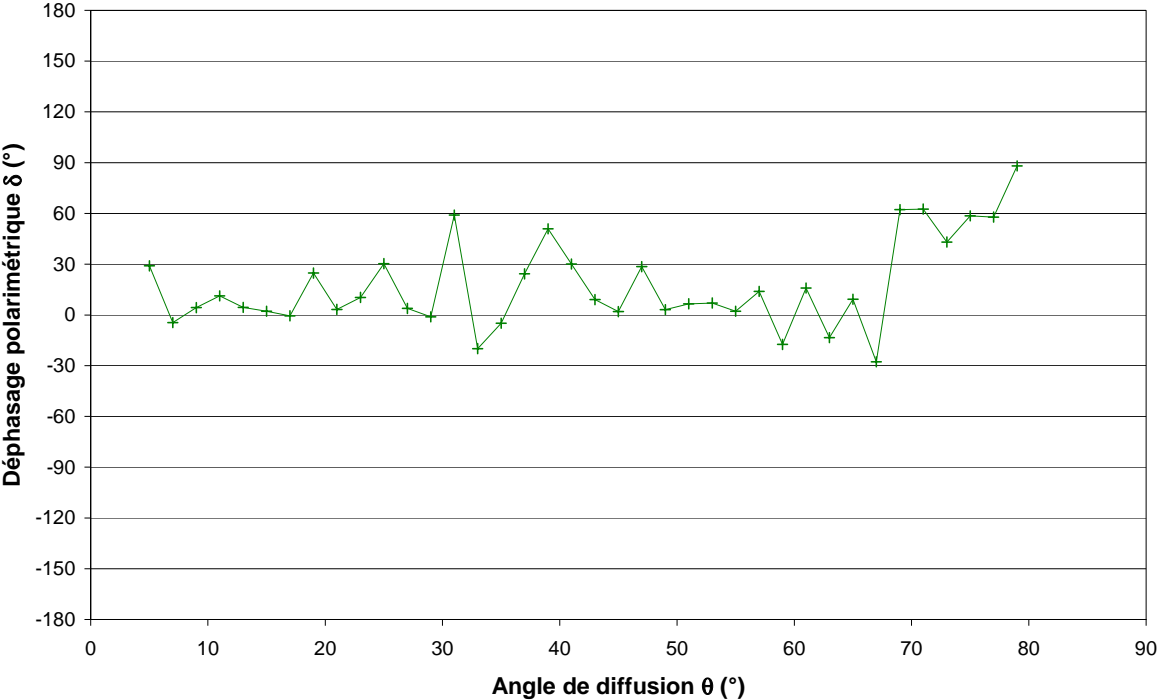


Figure IV.10

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de polystyrène, sous incidence nulle.

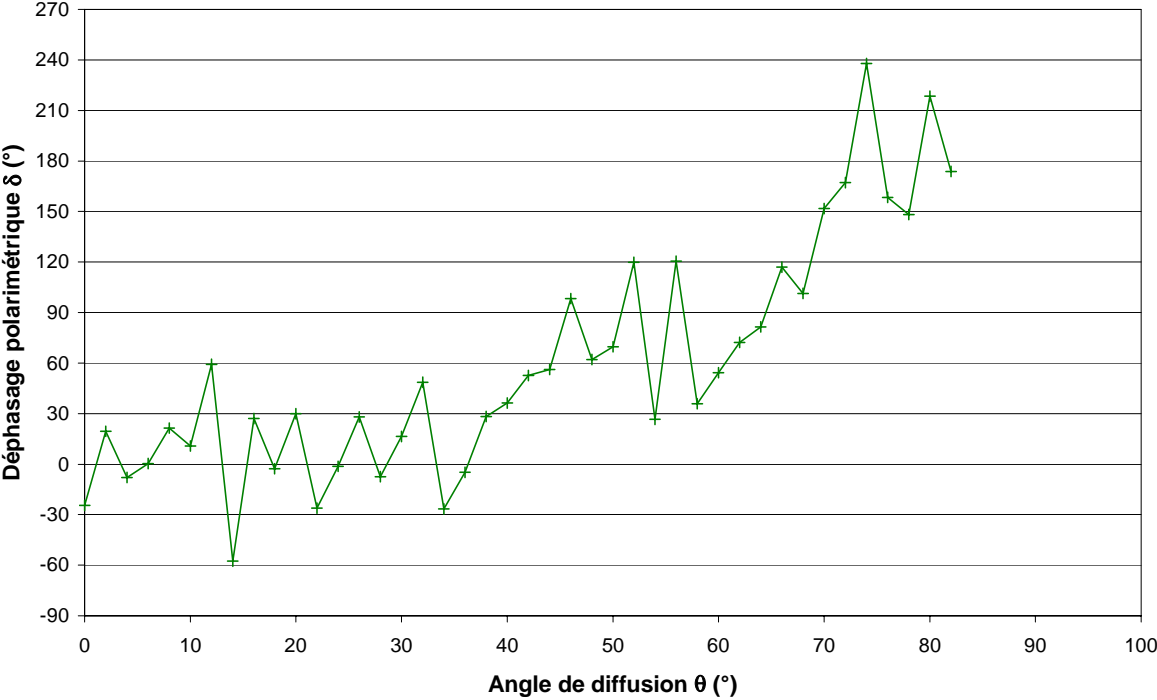


Figure IV.11

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de polystyrène en incidence oblique.

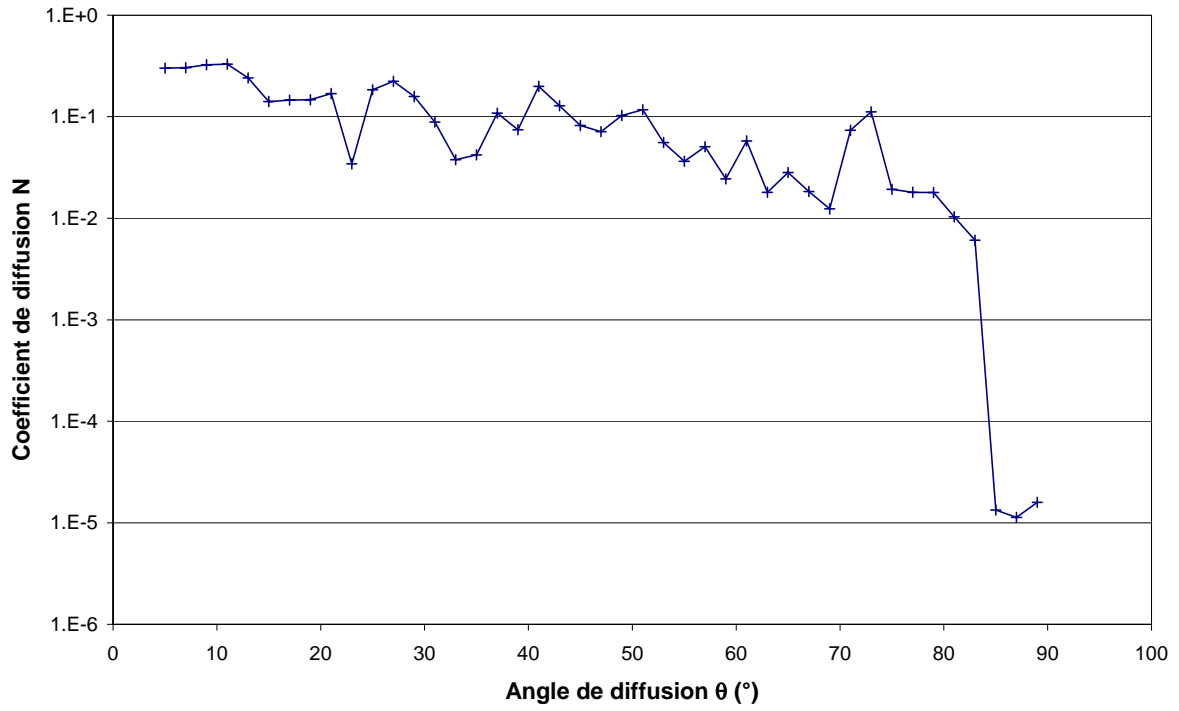


Figure IV.12

Mesure du coefficient de diffusion sur un échantillon de polystyrène, sous incidence nulle.
L'unité verticale est arbitraire.

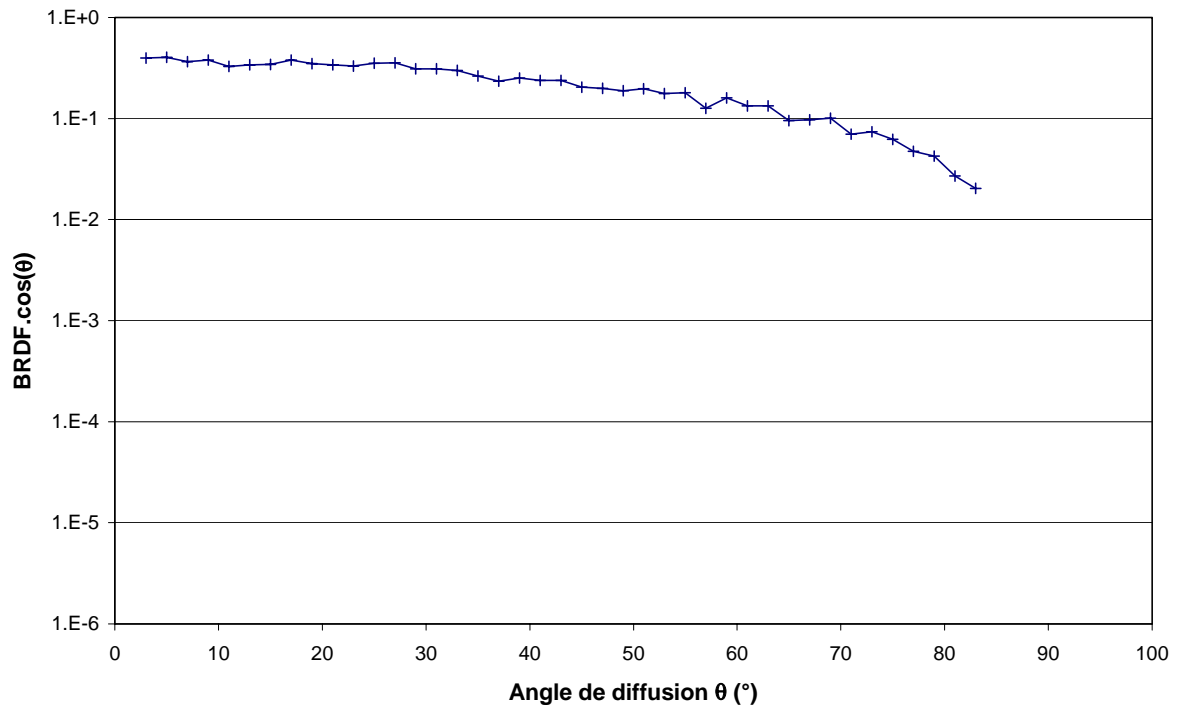


Figure IV.13

Mesure de la BRDF sur un échantillon de polystyrène, sous incidence nulle.

Les mesures du coefficient de diffusion (figure IV.12) et de la BRDF (figure IV.13), sous incidence nulle, sont encore en bon accord. Le TIS de cet échantillon est voisin de 0,95 : l'essentiel du flux est diffusé, avec une très faible composante spéculaire. Le comportement angulaire de la BRDF est proche de celui des lambertiens, alors que nous observons cependant un comportement de la phase complètement différent.

3. Mesure sur un échantillon de MgF_2

Cet échantillon peut être représenté comme un substrat d'indice $n_s = 1,3$. L'état de surface des faces avant et arrière est très satisfaisant, ce qui limite la diffusion de surface (nous pouvons observer une forte composante spéculaire). La diffusion est essentiellement d'origine volumique, puisque l'échantillon est fortement hétérogène en volume. Les mesures du déphasage sont présentées en figure IV.14 (incidence nulle) et IV.15 (incidence oblique, $i = 50^\circ$). Dans cet exemple, quel que soit l'angle d'incidence, nous ne pouvons mettre en évidence de comportement angulaire du déphasage polarimétrique : celui-ci oscille avec une amplitude proche de 2π en fonction de l'angle de diffusion, ce qui correspond à un taux de dépolarisation τ élevé ($\tau \approx 1$).

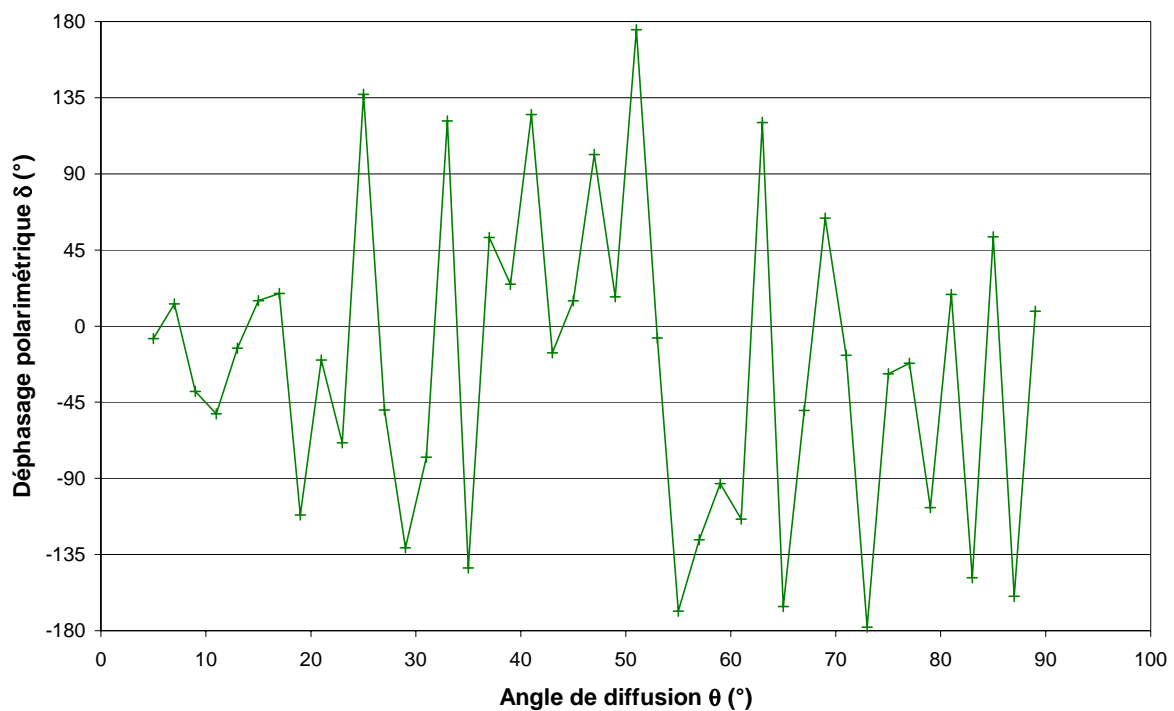


Figure IV.14

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de MgF_2 , sous incidence nulle.



Figure IV.15

Mesure du déphasage polarimétrique sur un échantillon de MgF_2 , sous incidence oblique.

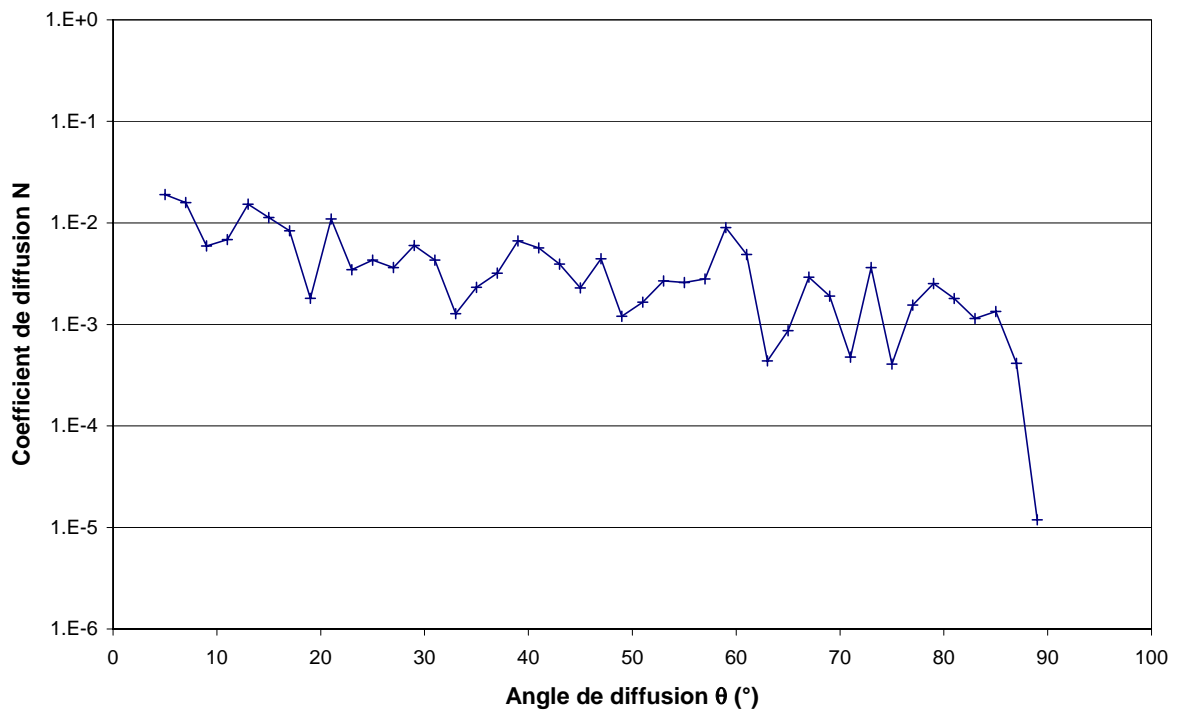


Figure IV.16

Mesure du coefficient de diffusion sur un échantillon de MgF_2 , sous incidence nulle.
L'unité verticale est arbitraire.

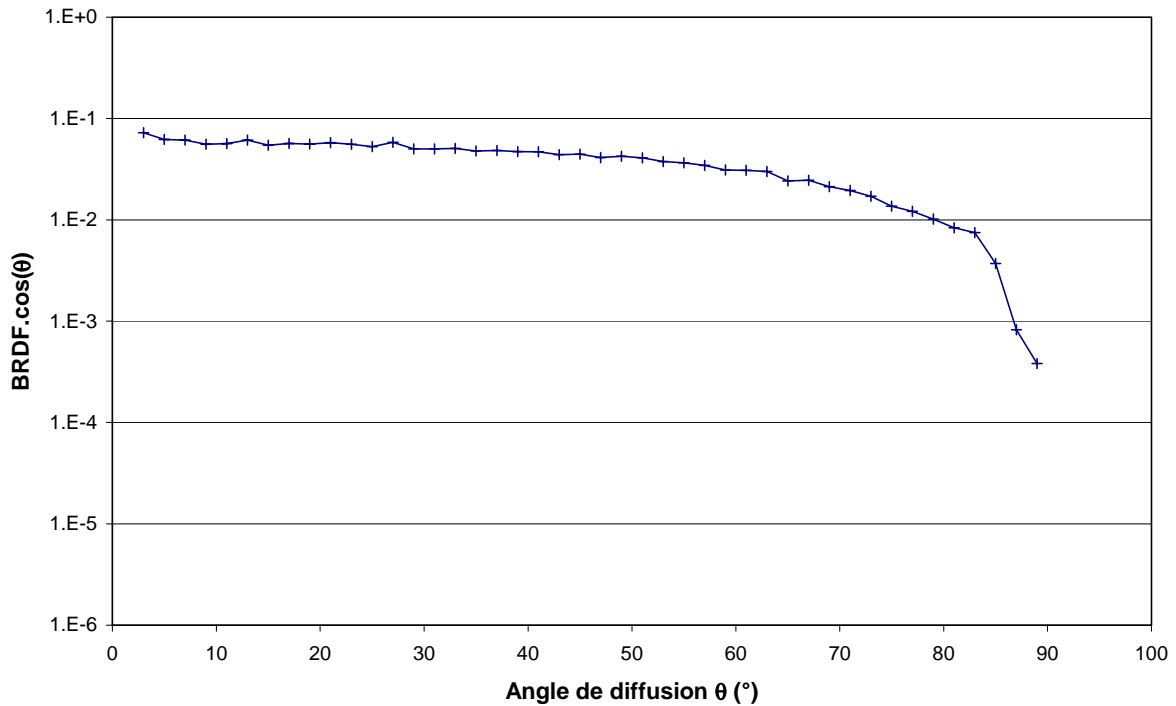


Figure IV.17
Mesure de la BRDF sur un échantillon de MgF_2 , sous incidence nulle.

Les mesures du coefficient de diffusion et de la BRDF (figure IV.16 et IV.17) sont encore en bon accord. Le TIS de cet échantillon est de 0,19. Rappelons que les oscillations observées sur la courbe $N(\theta)$ augmentent avec les oscillations du déphasage polarimétrique, donc avec le coefficient de dépolarisation τ .

4. Conclusion

Dans le chapitre précédent, nous avons considéré des échantillons faiblement diffusants et donc ne provoquant pas de dépolarisation dans le plan d'incidence. Dans ces conditions, la mesure angulaire du déphasage polarimétrique était « lisse », conformément à la théorie perturbative qui prédit que ce déphasage ne dépend pas de la microstructure des composants, mais seulement de l'origine de la diffusion. Dans certains cas, on a pu constater des oscillations autour de ce déphasage, qui s'expliquent par une décorrélation dans l'empilement, ou par une interférence surface/volume, deux cas d'exception où le terme de microstructure est réintroduit dans la valeur du déphasage.

Dans ce chapitre consacré aux échantillons fortement diffusants, il a fallu prendre en compte les effets de changement de polarisation, ou de dépolarisation. On a montré que ceci

avait pour conséquence de créer des oscillations autour de la valeur moyenne du déphasage, qui augmentent avec le taux de dépolarisation. La sensibilité est grande et permet ainsi de détecter de faibles taux de dépolarisation. Par ailleurs, le comportement angulaire du déphasage nous offre une méthode de discrimination surface/volume validée sans ambiguïté sur des échantillons lambertiens métalliques et diélectriques ; ceci démontre que notre technique mise au point avec le modèle perturbatif s'étend parfaitement aux échantillons fortement diffusants.

V. Mesures à haute résolution angulaire : ellipsométrie du grain de speckle

Les résultats expérimentaux qui précèdent ont révélé des taux de dépolarisation plus ou moins marqués, selon l'amplitude des hétérogénéités. Du point de vue théorique, on a vu que la notion de polarisation est liée aux variations rapides des coefficients complexes de diffusion dans l'angle solide du récepteur, ici de $0,07^\circ$. Pour confirmer cette approche et aller plus loin dans la compréhension des résultats, nous nous proposons maintenant de résoudre plus avant l'indicatrice de diffusion, grâce à des mesures effectuées à haute résolution angulaire ($0,05^\circ$). On parle alors de speckle [51] de l'onde diffusée, et c'est dans ce speckle que nous analyserons les variations du déphasage polarimétrique. La résolution angulaire sera réduite pour résoudre entièrement ce speckle dans la limite de la fonction d'appareil, de façon à retrouver une approche déterministe où les effets de dépolarisation ne sont plus à considérer.

1. Définition du speckle : rappel

Le champ diffusé par un composant hétérogène (rugosité de surface ou inhomogénéité de volume) présente des variations angulaires rapides, à la fois en amplitude et en phase. Nous allons déterminer, en fonction des conditions expérimentales, l'ordre de grandeur de ces variations angulaires du speckle. On suppose que l'on reste sur un grain de speckle tant que les paramètres de l'onde diffusée (amplitude et en phase) varient peu angulairement.

Pour cela, on appelle L le diamètre du faisceau incident, D la distance d'observation et A et B les deux points extrêmes de la surface, donc séparés de la distance L (figure IV.18). Si l'on se place en un point d'observation O_1 , les deux points qui sont susceptibles de produire la plus grande différence de marche, lorsque l'on change le point d'observation, sont les

points A et B. Au point d'observation O_1 , la différence de marche entre les points A et B vaut $\Delta_1 = \Delta_B - \Delta_A$. Sachant que la distance d'observation D est bien supérieure à L , on a, d'après des considérations géométriques simples :

$$\Delta_A = D + \frac{L \cdot \sin(\theta)}{2} \text{ et } \Delta_B = D - \frac{L \cdot \sin(\theta)}{2}, \text{ d'où :}$$

$$\Delta_1 = L \cdot \sin(\theta) \quad (35)$$

Si l'on se place en un point d'observation O_2 séparé angulairement de O_1 de la quantité $\Delta\theta$, la différence de marche Δ_2 entre les points A et B est maintenant égale à $\Delta_2 = L \cdot \sin(\theta + \Delta\theta)$. En développant au premier ordre en $\Delta\theta$:

$$\Delta_2 = L \cdot \sin(\theta) + L \cdot \Delta\theta \cdot \cos(\theta) \quad (36)$$

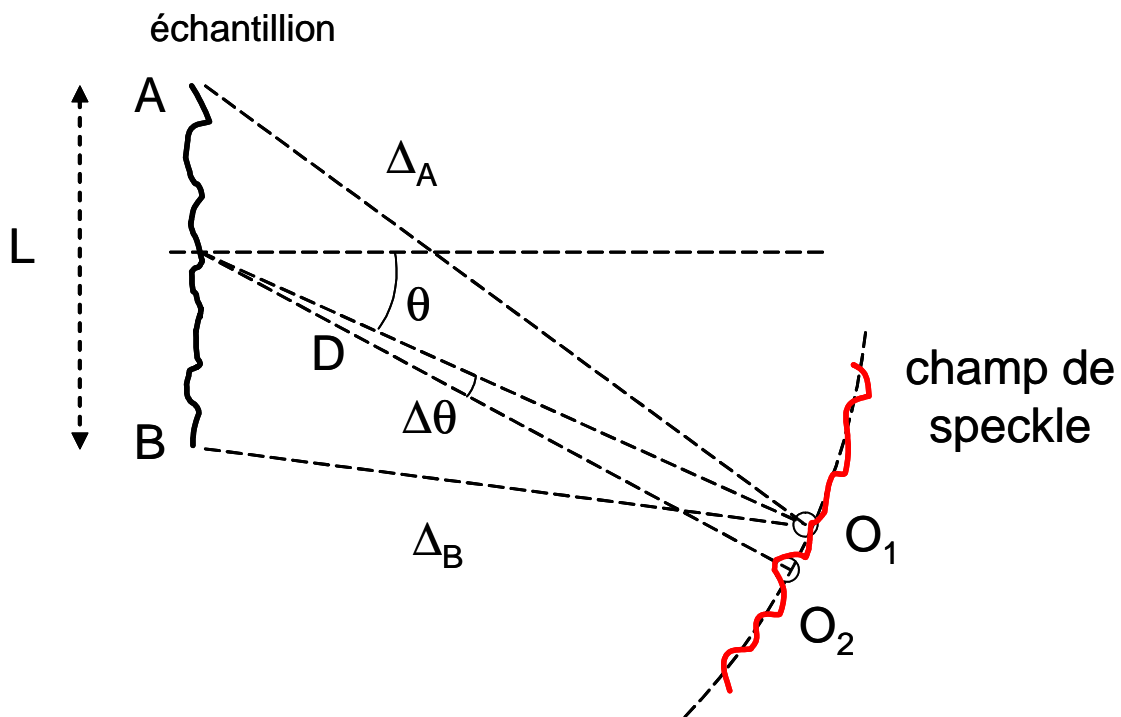


Figure IV.18
Représentation du champ de speckle diffusé par un échantillon rugueux.

On admet que les points d'observation O_1 et O_2 se situent sur le même grain de speckle si l'intensité en O_1 est du même ordre de grandeur que celle en O_2 . Or nous avons, en supposant que l'intensité diffusée en A et en B est la même $I_A = I_B = I_0$, et en ne prenant en compte que les contributions des points A et B :

$$I_{o_1} = I_A + I_B + 2\sqrt{I_A \cdot I_B} \cdot \cos\left(\frac{2\pi \cdot \Delta_1}{\lambda}\right) = 4I_0^2 \cdot \cos^2\left(\frac{\pi \cdot \Delta_1}{\lambda}\right) \quad (37)$$

$$I_{o_2} = 4I_0^2 \cdot \cos^2\left(\frac{\pi \cdot \Delta_2}{\lambda}\right)$$

L'intensité en O_1 est donc la même que celle en O_2 si $\frac{\pi(\Delta_2 - \Delta_1)}{\lambda} < \frac{\pi}{2}$. En reprenant les formules (35) et (36), cette expression est équivalente à $L \cdot \Delta\theta \cdot \cos\theta < \frac{\lambda}{2}$, soit :

$$\Delta\theta < \frac{\lambda}{2L \cdot \cos\theta} \quad (38)$$

L'ordre de grandeur des variations angulaires du speckle est donc $\Delta\theta_{\min} = \frac{\lambda}{2L \cdot \cos\theta}$.

Cette égalité montre que la taille du speckle augmente lorsque le diamètre du faisceau diminue ou lorsque l'angle de diffusion augmente, ce qui est un résultat connu.

Pour notre montage, $\lambda = 633 \text{ nm}$ et $L = 2 \text{ mm}$. Aussi, pour $\theta = 20^\circ$, $\Delta\theta_{\min} = 0,01^\circ$ et pour $\theta = 80^\circ$, $\Delta\theta_{\min} = 0,05^\circ$.

2. Fonction d'appareil

a. Bande passante

Une surface rugueuse peut être représentée comme une somme infinie de réseaux d'amplitudes et de pas variables [21]. Le pas du réseau est défini par $C(\sigma) = \frac{2\pi}{\sigma}$ où σ est la

pulsation spatiale : $\sigma = \frac{2\pi}{\lambda} \sin\theta$.

A l'aide d'une mesure de diffusion, nous avons accès à une bande optique de fréquences. Elle est définie par :

$$B(\lambda) = [\nu_{\min}, \nu_{\max}] = \left[\frac{\sin\theta_{\min}}{\lambda}, \frac{\sin\theta_{\max}}{\lambda} \right] \quad (39)$$

L'angle θ_{\min} est lié à l'angle minimum de mesure, pour lequel le faisceau spéculaire se superpose au champ diffusé. Il est de l'ordre de 3° . Quant à la valeur de θ_{\max} , elle est égale à 90° . Les fréquences $\nu_{\max} > \lambda^{-1}$ sont responsables des ondes évanescentes, non accessibles par

une mesure de diffusion en champ lointain. En terme de pulsations spatiales, la fenêtre fréquentielle s'écrit ainsi :

$$B'(\lambda) = \left[\frac{2\pi}{\lambda} \cdot \sin \theta_{\min}, \frac{2\pi}{\lambda} \right] \quad (40)$$

b. Fonction d'appareil

Maintenant que nous avons donné l'ordre de grandeur de la dimension angulaire du speckle, il faut vérifier que le banc nous permet d'avoir accès à ces variations angulaires.

Au chapitre III, nous avons vu que l'intensité diffusée est liée au spectre de rugosité de la surface (dans le cas de la diffusion d'origine surfacique), par la relation :

$$I(\theta) = C(\theta) \cdot \gamma(\sigma) = C(\theta) \cdot \frac{4\pi^2}{S} \left| \hat{h}(\sigma) \right|^2 \quad (41)$$

Il faut cependant modifier cette relation pour prendre en compte deux facteurs. D'une part, les dimensions du faisceau incident sont finies. Dans notre cas, le faisceau incident est gaussien. Sa largeur à mi-hauteur est d'environ $L = 2$ mm. Si l'on note $A(x)$ l'amplitude du faisceau incident, on doit donc écrire la surface éclairée $h^*(x)$ comme $h^*(x) = h(x) \cdot A(x)$. La relation (41) s'écrit alors :

$$I(\theta) = C(\theta) \cdot \frac{4\pi^2}{S} \left| TF(h(x) \cdot A(x)) \right|^2 = C(\theta) \cdot \frac{4\pi^2}{S} \left| \hat{h}(\sigma) \otimes \hat{A}(\sigma) \right|^2 \quad (42)$$

Cela a pour conséquence de créer un premier effet de convolution par le paquet d'onde incident : la dimension angulaire du speckle dépend des propriétés géométriques du faisceau incident.

D'autre part, le récepteur possède une dimension angulaire finie. Aussi, au cours de la mesure, nous moyennons le signal reçu sur l'angle solide $d\Omega$ du récepteur. Il faut donc écrire :

$$I(\theta) = \int_{d\Omega} C(\theta) \cdot \frac{4\pi^2}{S} \left| \hat{h}(\sigma) \otimes \hat{A}(\sigma) \right|^2 d\Omega \quad (43)$$

Dans notre cas, la fibre a un diamètre de 1 mm et est située à 80 cm de l'échantillon. Cela correspond à une résolution angulaire de $0,07^\circ$ ou $1,2 \cdot 10^{-6}$ sr.

Si l'on veut résoudre le speckle de l'onde diffusée, il faut donc que la variation angulaire $\Delta\theta_{\min}$ de celui-ci soit supérieure à la taille angulaire du récepteur. Dans le cas contraire, le récepteur joue un rôle de passe bas et moyenne le lobe de diffusion :

l'information sur la surface est donc réduite. Le diamètre angulaire de la fibre utilisée, lorsque celle-ci est située à la distance $D = 80$ cm de l'échantillon, est de $0,07^\circ$; cette valeur est légèrement supérieure à $\Delta\theta_{\min} = 0,01^\circ$ trouvée dans le paragraphe précédent.

Théoriquement, on peut donc s'attendre à ce que le récepteur moyenne un peu le champ de speckle. Cependant, ces résultats correspondent à la valeur $\Delta\theta_{\min}$ extrême et les mesures réalisées par la suite montrent que le banc permet effectivement de résoudre angulairement le speckle.

Nous allons maintenant présenter les mesures à haute résolution angulaire du déphasage polarimétrique. Les mesures à basse résolution nous ont montré que la dynamique du déphasage augmente avec l'hétérogénéité du composant, mais nous n'avons pas pu résoudre ces courbes angulairement, ce qui constitue l'objectif du paragraphe suivant.

VI. Mesure du déphasage polarimétrique du grain de speckle

La mesure seule de la BRDF ne permet pas une connaissance complète du champ diffusé. Nous avons précédemment étudié le comportement du déphasage polarimétrique sur les échantillons mesurés en basse résolution angulaire. Nous avons noté, dans le cas des échantillons dont la diffusion est d'origine surfacique, que le déphasage polarimétrique garde des valeurs proches de zéro sous incidence nulle et que l'on observe un saut de phase sous incidence oblique. Les oscillations restent cependant faibles, alors que pour les échantillons plus hétérogènes, on observe de fortes oscillations. A l'aide des mesures haute résolution et de l'étude de la phase du speckle, nous allons voir qu'il est possible de confirmer et compléter ces résultats.

1. Mesure haute résolution sur le lambertien métallique

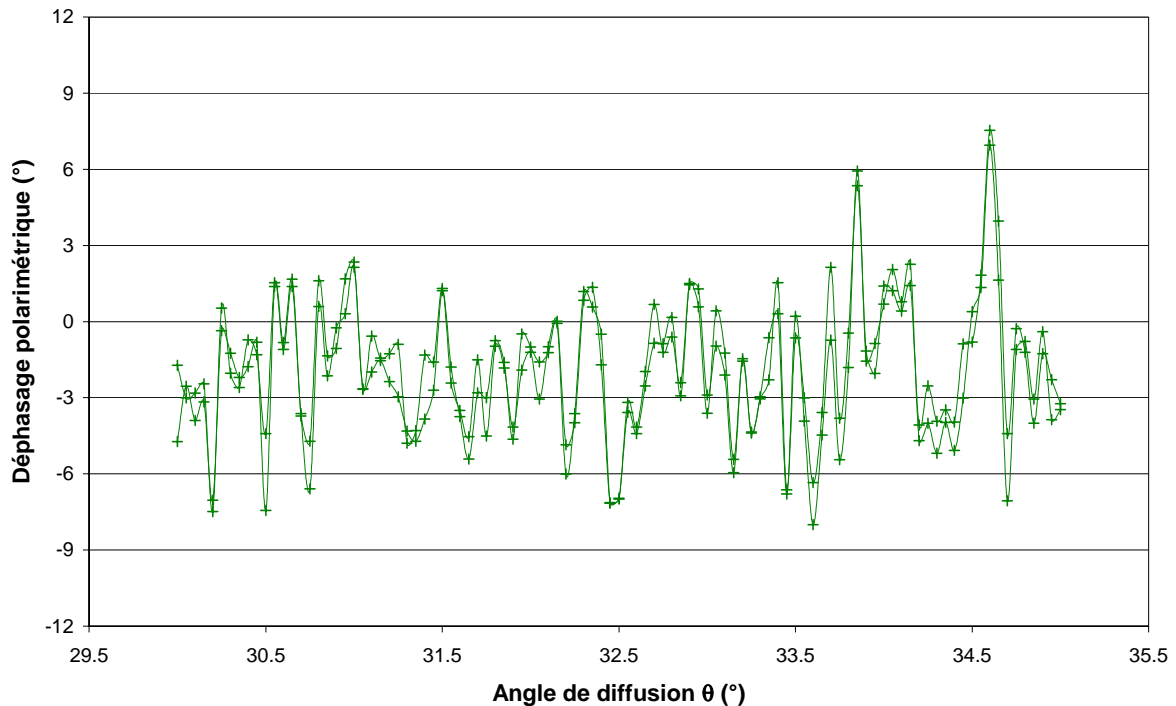


Figure IV.19

*Mesure du déphasage polarimétrique sur le lambertien métallique, sous incidence nulle.
La résolution angulaire est de 0.05° (approximativement le diamètre de la fibre).
Etude de la répétabilité.*

La figure IV.19 correspond à deux mesures successives du déphasage polarimétrique du lambertien métallique, sous incidence nulle et avec une résolution angulaire en θ de 0.05° . On peut d'une part constater la très bonne répétabilité des mesures, puisque l'écart de phase entre les deux mesures est largement inférieur au degré. Le signal mesuré n'est donc pas bruité mais correspond à une mesure effective. Ensuite, on retrouve le même résultat que lors des mesures à basse résolution angulaire. Le déphasage polarimétrique est globalement voisin de zéro, avec des légères oscillations dont l'écart type est de l'ordre de 6° . Cette dynamique ne dépend ni de l'angle d'incidence, ni de l'angle de diffusion. Cela confirme le résultat des mesures à basse résolution angulaire.

Nous avons complété cette mesure par une mesure du déphasage polarimétrique en réalisant un scan sur la surface de l'échantillon. Dans ces conditions, les angles d'incidence et de diffusion sont fixes : $i = 0^\circ$ et $\theta = 20^\circ$. Entre deux points de mesure, l'échantillon est déplacé d'une quantité Δx perpendiculairement au faisceau incident. La valeur de Δx est la

valeur minimum permise par le moteur de translation selon x du porte échantillon, soit $\Delta x = 0,03$ mm. Ce déplacement est très inférieur au diamètre de la surface éclairée, égal à 3 mm. Nous avons effectué la mesure pour $0 < x < 3$ mm, ce qui correspond à une translation complète de la surface éclairée par rapport à la position $x = 0$. Le résultat est présenté sur la figure IV.20. Nous pouvons constater que la dynamique des oscillations est rigoureusement la même que pour la mesure précédente : environ 12° . Cela signifie qu'une mesure angulaire en θ du déphasage polarimétrique est invariante en x , donc que l'échantillon est stationnaire. On peut également vérifier qu'après un déplacement correspondant à une fraction de la surface éclairée, le champ de speckle est modifié.

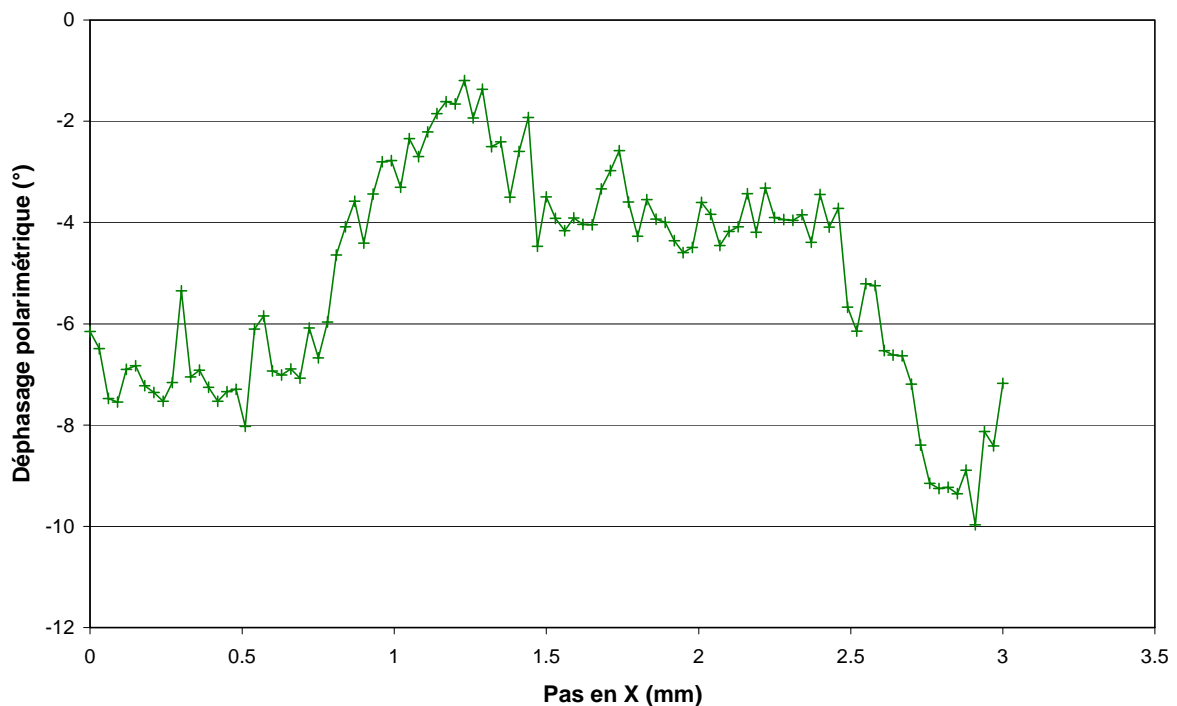


Figure IV.20
Evolution du déphasage polarimétrique en fonction du déplacement de l'échantillon.

2. Mesure haute résolution sur le lambertien diélectrique

Comme nous l'avons vu, le déphasage polarimétrique sur cet échantillon présente de fortes oscillations. Des mesures à haute résolution angulaire permettent de suivre son évolution angulaire, pour différents angles de diffusion (figure IV.21).

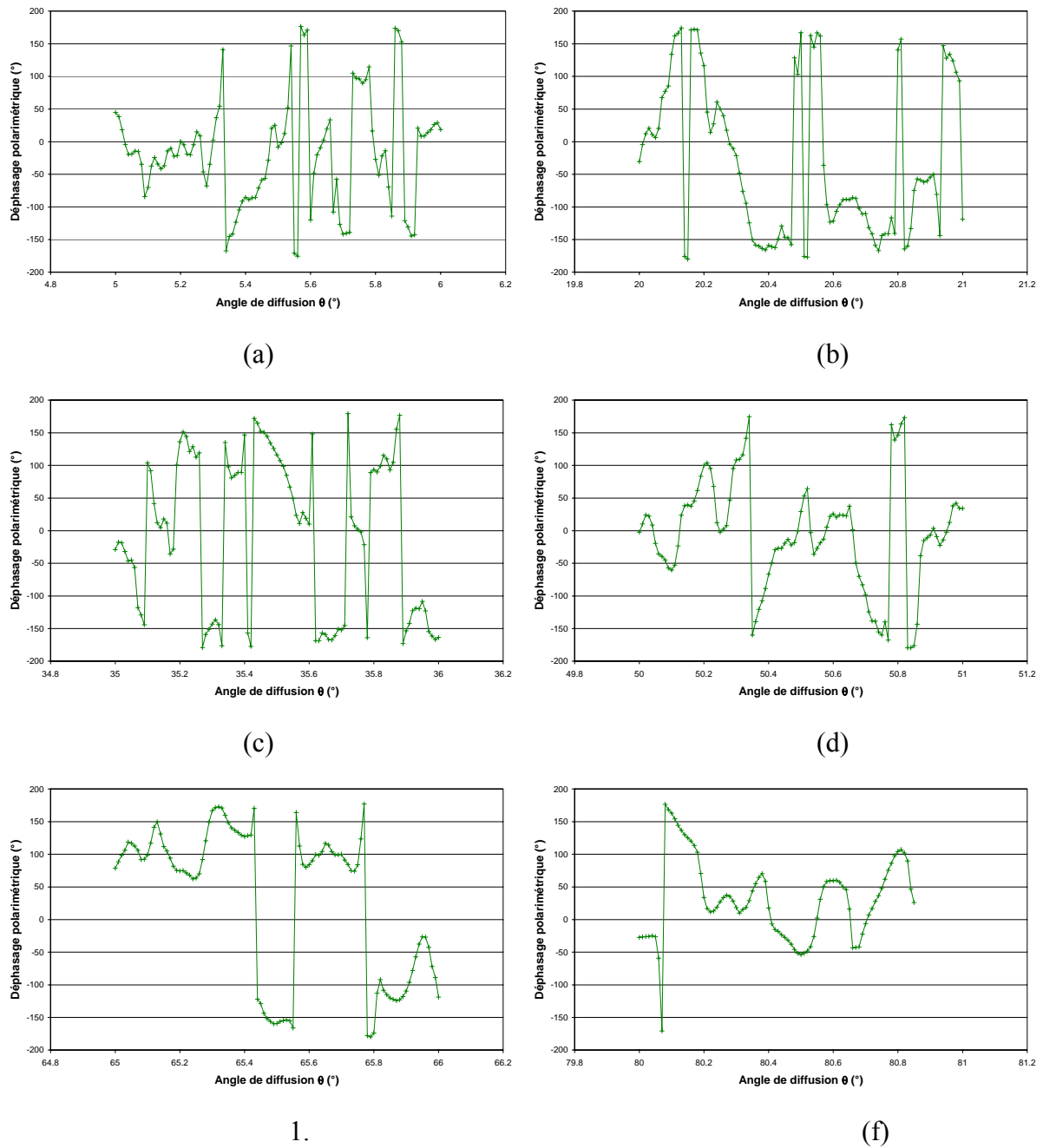


Figure IV.21

Mesure du déphasage polarimétrique sur le lambertien diélectrique. La résolution angulaire est de 0.05° . Les mesures ont été réalisées autour de $\theta = 5^\circ$ (a), $\theta = 20^\circ$ (b), $\theta = 35^\circ$ (c), $\theta = 50^\circ$ (d), $\theta = 65^\circ$ (e) et $\theta = 80^\circ$ (f).

D'une part, ces résultats valident le fait que la configuration actuelle du banc permet effectivement de résoudre le speckle. D'autre part, on retrouve bien les oscillations détectées lors des mesures basse résolution. Il est ici possible de suivre leur évolution d'un grain de speckle à l'autre. Le comportement angulaire du déphasage polarimétrique décrit précédemment n'est donc pas « aléatoire » à cette échelle. Les oscillations sont effectivement très importantes mais elles peuvent maintenant être caractérisées par leur dynamique et leur

dimension angulaire, bien inférieure au degré. Les six mesures de la figure ne mettent pas en évidence de différence significative de la dimension et de la dynamique du déphasage en fonction de la direction d'observation. Cela peut être dû à la fonction d'appareil, comme décrit dans le paragraphe V.

Il faut apporter une remarque à la façon dont sont présentés les résultats : la mesure des harmoniques permet de déterminer $\cos(\theta)$ et $\sin(\theta)$. Nous ne connaissons donc δ qu'à 2π près, ce qui explique les sauts de phase observés sur les courbes du déphasage polarimétrique.

Nous avons également réalisé une mesure de stationnarité de cet échantillon, dans les mêmes conditions que le lambertien métallique (figure IV.22). La dynamique du déphasage est identique aux mesures ci-dessus. Le déplacement Δx pour lequel la variation du déphasage est significative semble plus important que dans le cas du lambertien métallique. Ce paramètre doit être lié au paramètre de la surface ou du volume, parmi lesquels la longueur de corrélation du profil de surface ou des inhomogénéités de volume. Nous n'avons cependant pas pour le moment prolongé davantage ces développements.

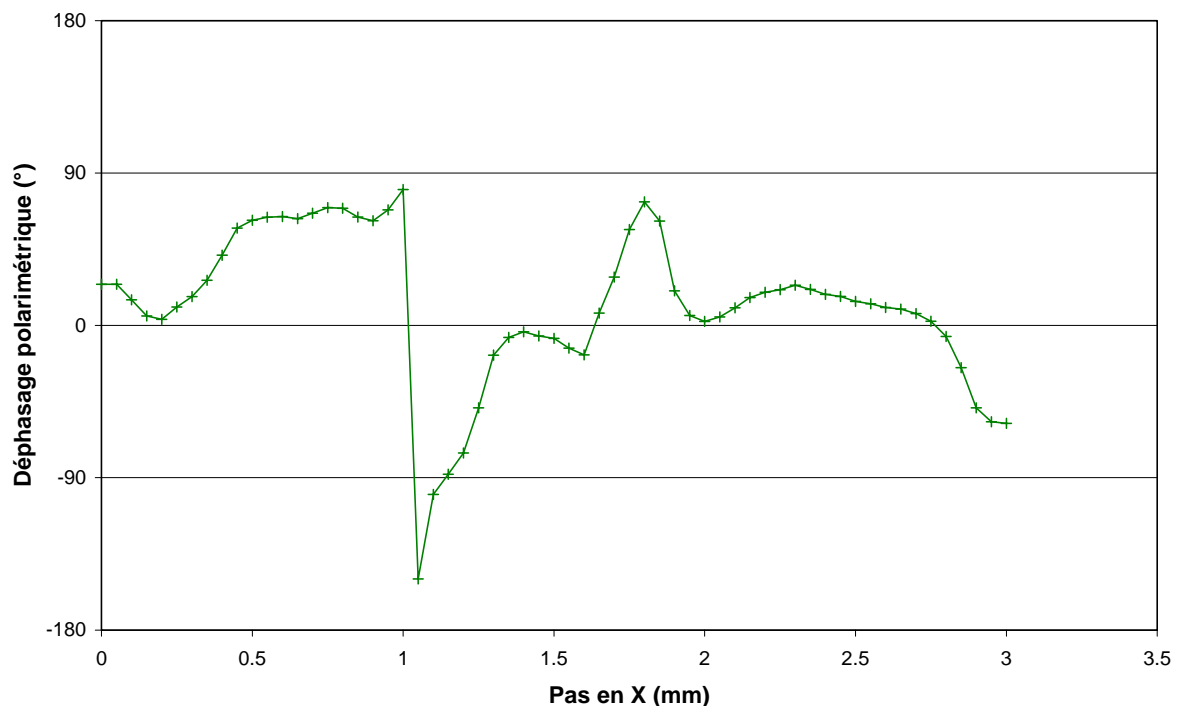


Figure IV.22
Evolution du déphasage polarimétrique en fonction du déplacement de l'échantillon.

3. Mesure sur des échantillons ayant subi différents polissages

Nous avons enfin voulu voir quelle précision la mesure du déphasage polarimétrique pouvait nous apporter pour caractériser l'état de surface d'un échantillon. Pour cela, nous avons à disposition une série d'échantillons de la société WZW, constitués du même substrat, mais à des étapes de polissages différentes. Voici les caractéristiques de polissage des trois échantillons mesurés, que nous appellerons « Ewart » (figures IV.23 à IV.25).

L'échantillon « Ewart 1 » correspond à l'échantillon présentant la surface la plus doucie, et l'échantillon « Ewart 7 » à celui présentant la surface la mieux polie. La mesure de l'échantillon 7 a été présentée dans le chapitre précédent, dans le cadre du premier ordre. Nous avons observé de faibles oscillations. Ces résultats se retrouvent ici.

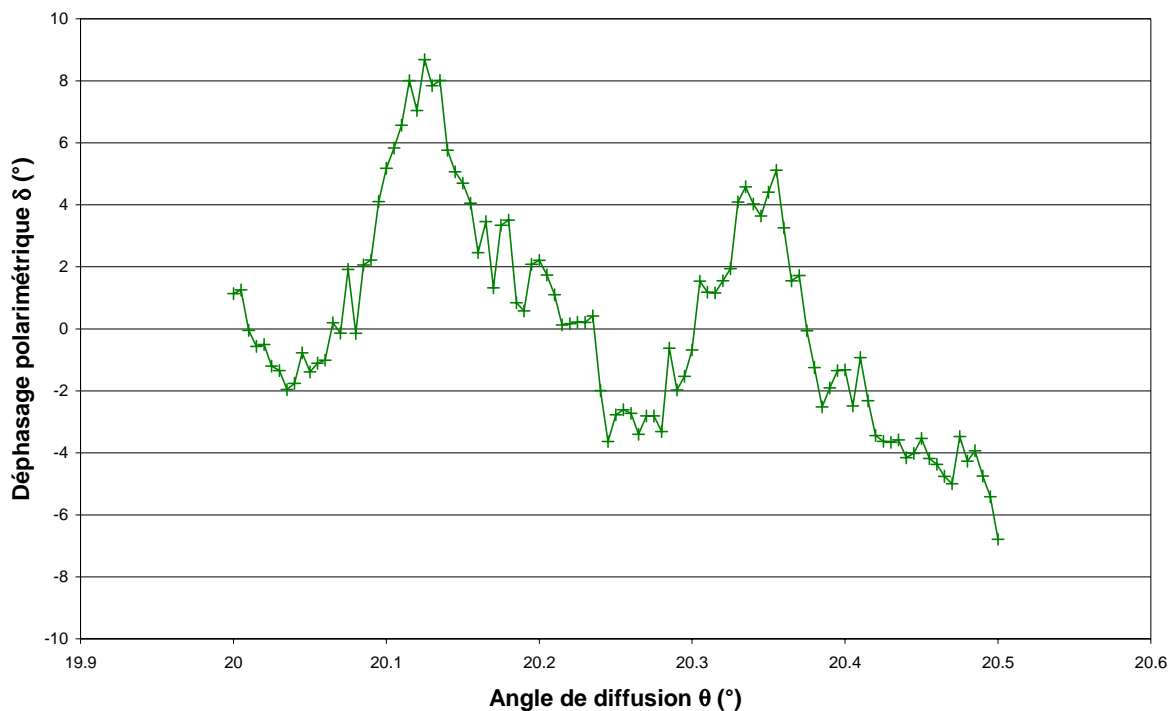


Figure IV.23
Mesure du déphasage polarimétrique sur l'échantillon Ewart 1.

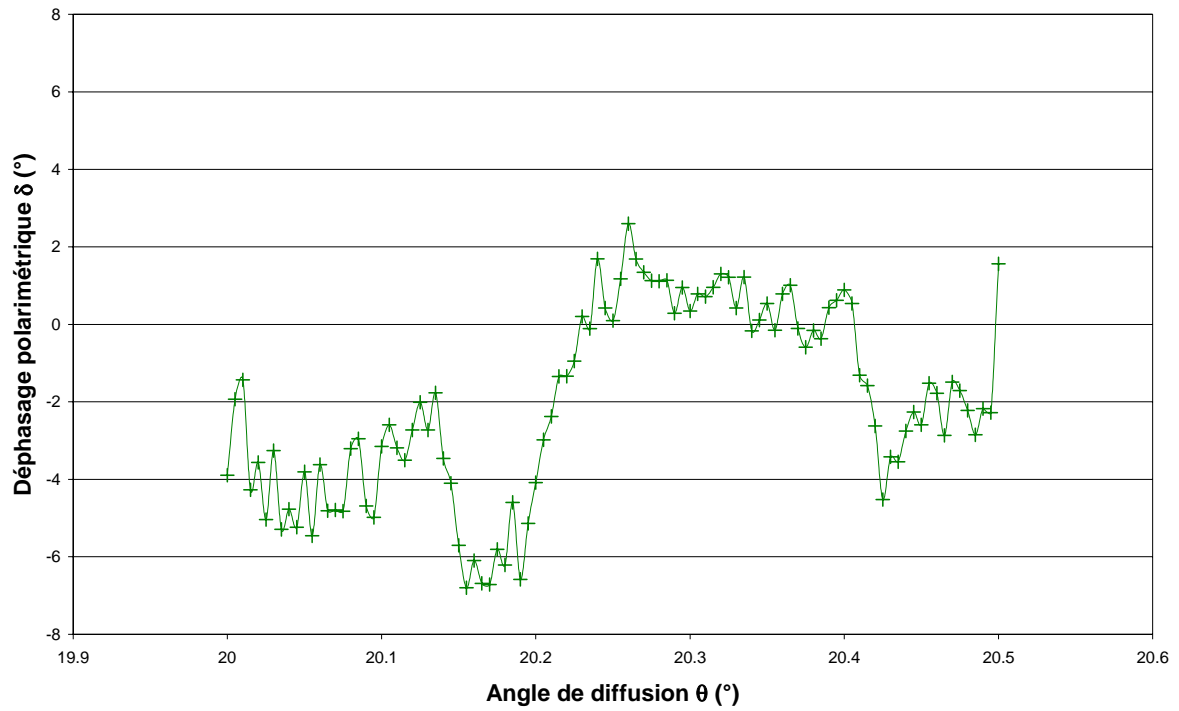


Figure IV.24
Mesure du déphasage polarimétrique sur l'échantillon Ewart 3.

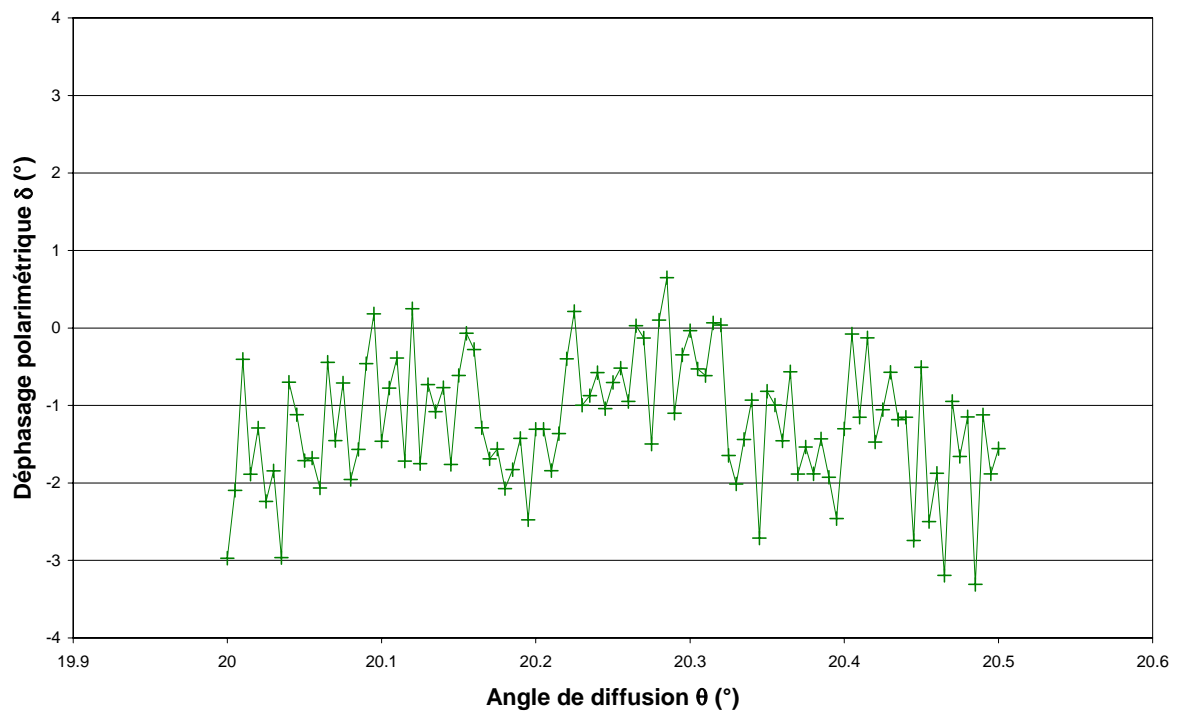


Figure IV.25
Mesure du déphasage polarimétrique sur l'échantillon Ewart 7.

On retrouve, dans tous les cas, que le déphasage polarimétrique est globalement proche de zéro, conformément à la théorie du premier ordre. Cependant, on observe des oscillations dues à la rugosité de surface.

Dans le cas de l'échantillon Ewart 1, qui n'a subi qu'une seule étape de polissage, la dynamique de δ est de l'ordre de 15° . Il s'agit de l'échantillon présentant la plus forte rugosité. Pour le second échantillon Ewart 3, intermédiaire, la dynamique du déphasage est de 9° environ. Enfin, la dynamique du déphasage polarimétrique de l'échantillon Ewart 7, le plus poli, n'est plus que de 3° .

Nous avons mesuré ces échantillons à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM) afin de connaître précisément l'état de surface des échantillons. Les résultats sont présentés en figure IV.26.

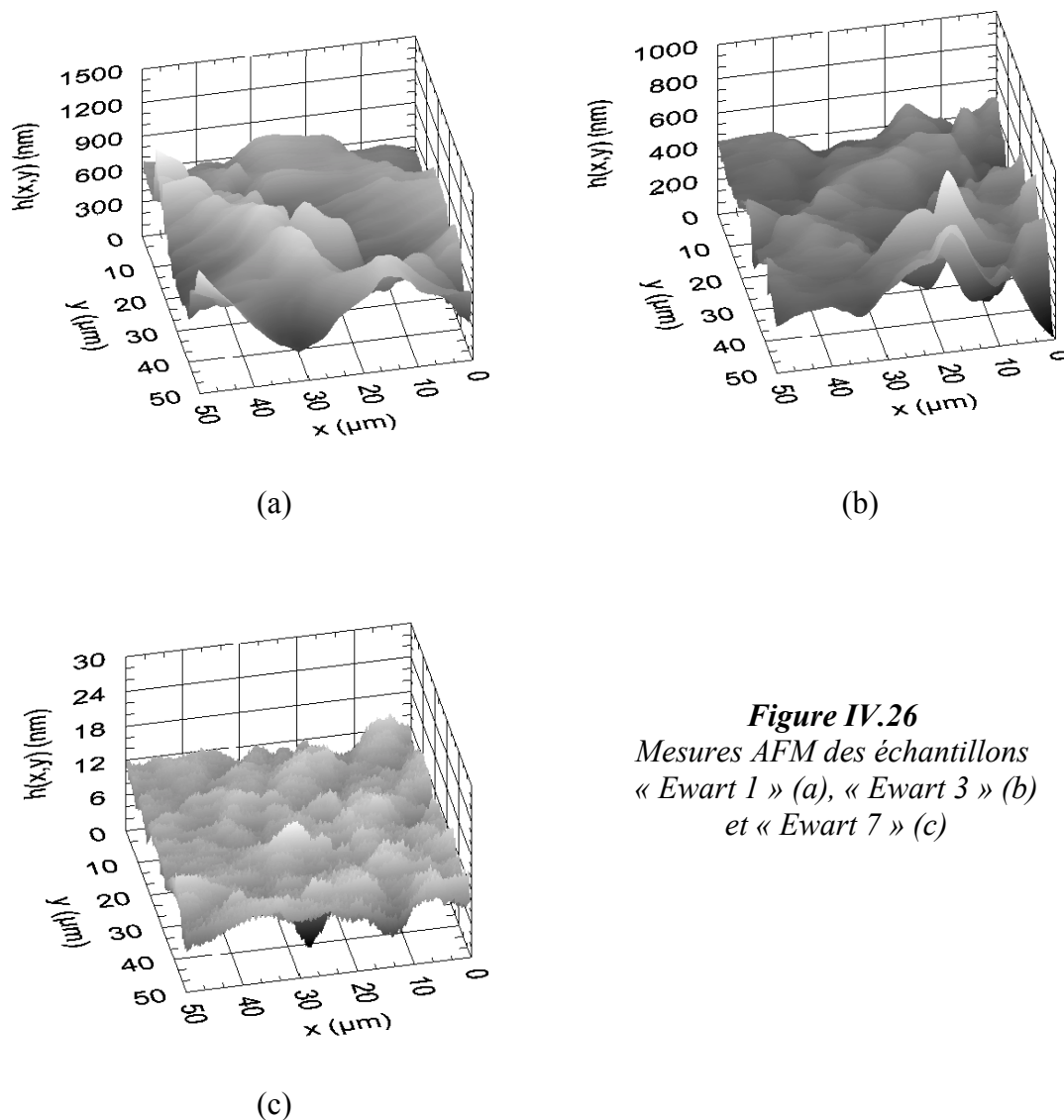


Figure IV.26
 Mesures AFM des échantillons
 « Ewart 1 » (a), « Ewart 3 » (b)
 et « Ewart 7 » (c)

A partir des images AFM, nous avons pu calculer la rugosité de surface δ de chacun de ces échantillons. Elle est de 140 nm pour l'échantillon « Ewart 1 », 80 nm pour l'échantillon « Ewart 3 » et seulement 2 nm pour l'échantillon « Ewart 7 ».

On voit donc que la dynamique du déphasage polarimétrique, ou le taux de dépolarisation, varie de façon monotone avec la rugosité de surface des échantillons. En conséquence, cette mesure pourra fournir une méthode complémentaire de mesure des surfaces.

La figure IV.27 présente une mesure de stationnarité sur l'échantillon « Ewart 1 ». la dynamique des oscillations, de 8° est cohérente avec la figure . Une pseudo-période de 0,5 mm semble se dégager.

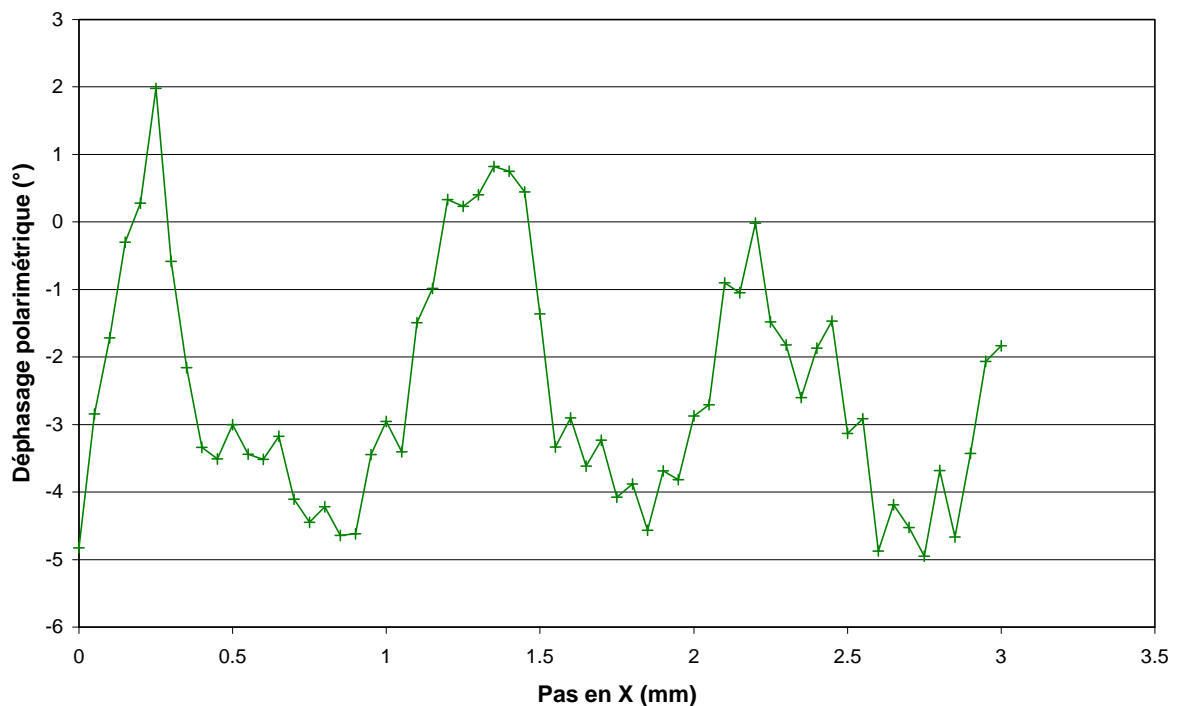


Figure IV.27
*Evolution du déphasage polarimétrique en fonction du déplacement de l'échantillon,
 Pour l'échantillon « Ewart 1 ».*

4. Mesure sur un échantillon de polystyrène

La mesure basse résolution a montré que les oscillations du déphasage polarimétrique étaient d'amplitude moindre que celles du lambertien diélectrique. Nous allons confirmer ce résultat par une mesure à haute résolution (figure IV.28).

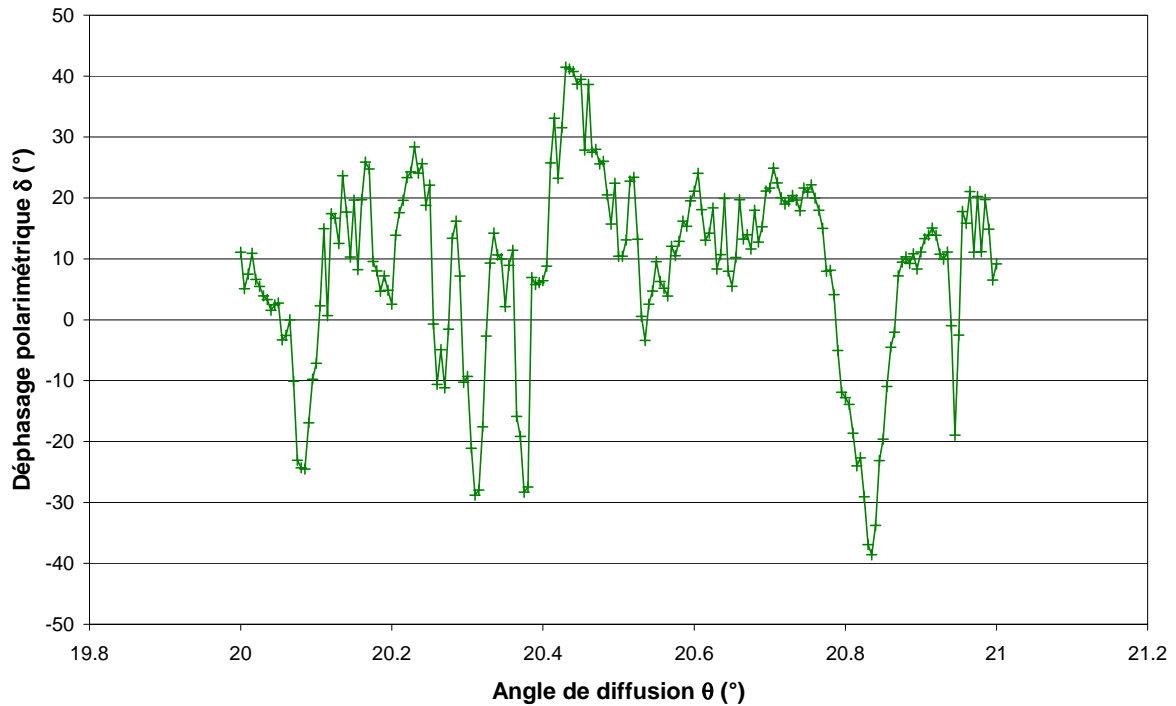


Figure IV.28
*Mesure du déphasage polarimétrique sur l'échantillon de polystyrène.
 La résolution angulaire est de 0.005° .*

Cette mesure est en très bon accord avec la mesure basse résolution. La dynamique du déphasage est de l'ordre de 70° , intermédiaire entre le lambertien diélectrique et le lambertien métallique.

5. Conclusion sur les mesures

Ces résultats décrivent clairement les variations du déphasage polarimétrique dans le speckle résolu de l'onde diffusée, ce qui permet de développer plus avant l'approche déterministe de la polarisation. Sur une sphère de Poincaré par exemple, on obtiendrait un nuage de points donnant accès à la quantification de la dépolarisation.

Cette phase résolue dans le speckle apporte une signature nouvelle qu'il est désormais possible d'exploiter pour une analyse fine des états de surface. En particulier on peut penser à un étalonnage de la rugosité via l'amplitude du déphasage. Par ailleurs, l'exploration de la phase dans un faible domaine angulaire suffit pour une discrimination surface/volume.

CONCLUSION GENERALE

Dans ce travail nous avons mis au point un dispositif de mesure permettant l'enregistrement du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée dans chaque direction de l'espace. L'instrument est basé sur une technique d'ellipsométrie faisant appel à un modulateur de polarisation. Il est aujourd'hui pérenne au laboratoire, installé dans une salle blanche avec 10 axes motorisés. On pourra penser à améliorer l'étalonnage de l'instrument ainsi que la métrologie de la mesure en intensité, en particulier via l'introduction d'une cellule de Pockels. Dans tous les cas la mesure des termes de phase a été entièrement validée, et nous avons pu l'utiliser pour différentes applications :

- Dans une première étape, notre instrument a été appliqué à l'étude des flux spéculaires. On a pu montrer comment détecter une couche de transition à la surface des substrats, sans qu'aucune information ne soit a priori connue sur ce substrat. Cette détection se fait via la distance mesurée entre les 2 pics de Brewster et pseudo-Brewster, qui apparaissent en présence d'une lame déphasante. Les résultats ont été comparés à la tenue au flux de différents types de substrats, dont on sait que les performances sont étroitement liées à l'état de surface.
- Dans une deuxième étape, l'instrument a été réservé à l'étude des flux diffusés par des échantillons faiblement diffusants. Ceci nous a permis de confirmer les prédictions théoriques données par les méthodes perturbatives, à savoir que:
 - Le comportement polarimétrique angulaire de l'onde diffusée ne dépend que de l'origine de la diffusion. Ceci permet de discriminer sans ambiguïté les effets de surface et de volume, et sans qu'aucune information ne soit requise quant aux différentes microstructures.
 - Le résultat précédent s'applique aux surfaces et volumes de substrats, ainsi qu'aux multicouches parfaitement corrélés. Dans le cas d'une décorrélation progressive, le déphasage se met à osciller autour de sa valeur moyenne, avec une sensibilité extrême. Ceci nous offre ainsi une caractérisation plus poussée des filtres optiques.
 - Enfin, d'autres oscillations peuvent apparaître autour de la valeur moyenne du déphasage, qui sont caractéristiques de phénomènes interférentiels entre surfaces et volumes. Ce phénomène original a été clairement observé sur des échantillons de zérodur.

De façon générale pour cette première étape, nous pensons que nos résultats sont uniques et originaux, en regard de notre connaissance de la littérature scientifique.

Nous nous sommes ensuite consacrés à l'étude des fortes diffusions provoquées par des échantillons très hétérogènes. Nous avons montré d'emblée que les résultats précédents permettaient encore de discriminer sans ambiguïté l'origine de la diffusion, ce qui constitue aussi un résultat majeur. Par ailleurs, l'influence de la dépolarisation sur les oscillations des termes de phase a été clairement annoncée et vérifiée. L'exploitation de ces oscillations peut conduire à une nouvelle procédure d'étalonnage de la rugosité, ou d'analyse de la dépolarisation. Enfin, tous ces résultats ont été étendus avec succès pour analyser finement le speckle résolu dans le champ diffus. Cette mesure permet de décrire la polarisation de façon entièrement déterministe, et offre de nouvelles signatures des composants.

Nous pensons ainsi pouvoir conclure que ce travail constitue une valeur ajoutée certaine pour le laboratoire, compte tenu de l'introduction de la technique d'ellipsométrie, de l'instrument pérennisé et des ouvertures affirmées quant à la séparation des effets de surface et volume, à basse et haute résolution angulaire. Enfin, les termes de phase mesurés seront certainement utiles à l'équipe pour les problèmes de reconstruction en champ lointain, qui sont traités par ailleurs, à l'aide d'autres techniques, au sein de l'équipe SEMO de l'Institut Fresnel. Précisons que deux thèses font suite à ce travail au sein de l'équipe MAP2, pour des applications à la microélectronique et aux signatures polarimétriques.

ANNEXES

ANNEXE I : THEORIE PERTURBATIVE

1. Diffusion de surface

a. Hypothèses

On considère l'empilement décrit sur la figure 1. Le composant est constitué de N couches homogènes d'indices n_i et d'épaisseurs e_i . Chaque interface est décrite par son profil de rugosité $h_i(x,y)$.

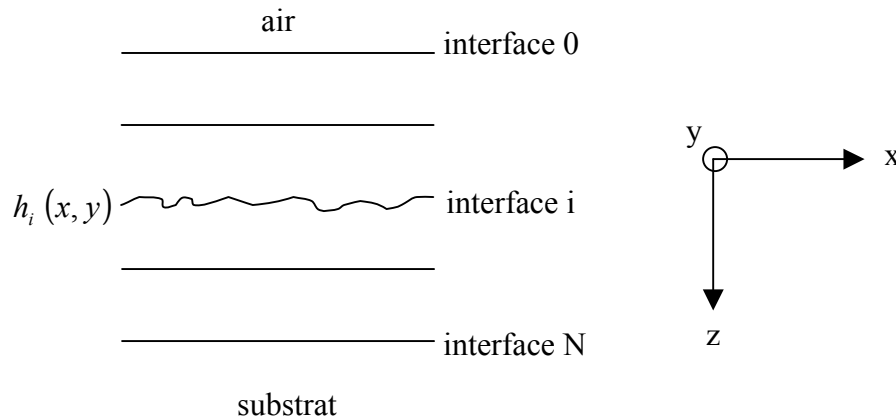


Figure 1

Définition des paramètres opto-géométriques d'un multicouche pour le modèle surfacique. n_i et e_i désignent respectivement l'indice et l'épaisseur de la couche i .

La hauteur des rugosités de chaque interface est supposée très inférieure à la longueur d'onde d'éclairement (hypothèse du 1^{er} ordre) :

$$|h(x,y)| \ll \lambda$$

Dans l'espace de Fourier, ces relations se traduisent par : $\frac{2\pi}{\lambda} |\hat{h}(\vec{\sigma})| \ll 1$

Dans ces conditions, la résolution des équations de Maxwell, pour le champ diffusé, conduit au système d'équations suivant :

$$\begin{aligned}\text{rot}(\mathbf{E}) &= j\omega\mu.\mathbf{H} + \mathbf{M}.\delta(z) \\ \text{rot}(\mathbf{H}) &= -j\omega\varepsilon.\mathbf{E} + \mathbf{J}.\delta(z)\end{aligned}$$

Le problème est donc équivalent à la résolution du champ émis par un empilement parfait (sans rugosité) dans lequel circulent, à chaque interface, des courants magnétiques \mathbf{M} et électriques \mathbf{J} . D'un point de vue théorique, les rugosités sont responsables de ces courants et sont à l'origine du champ diffusé.

b. Solution surfacique

Dans l'espace de Fourier, la solution s'écrit :

$$(Y_i - Y_i').\hat{E}_i^- = \hat{J}_i - Y_i'.\mathbf{z} \wedge \hat{\mathbf{M}}_i = \hat{R}_i^-$$

$$(Y_i - Y_i').\hat{E}_i^+ = \hat{J}_i - Y_i.\mathbf{z} \wedge \hat{\mathbf{M}}_i = \hat{R}_i^+$$

Où \hat{E}_i^\pm désignent les composantes tangentielles du champ diffusé par l'interface i dans l'espace de Fourier. Les symboles $+$ et $-$ désignent respectivement les champs diffusés par transmission et par réflexion. Les termes Y_i et Y_i' correspondant aux admittances complexes de chaque interface, calculées par récurrence sur les indices effectifs \tilde{n}_i de chaque couche.

Les termes source \hat{R}_i^\pm dépendent de la polarisation et sont donnés par :

$$\hat{R}_i^\pm(\text{SS}) = a_i \cdot \cos\phi \cdot A_{yi}^0$$

$$\hat{R}_i^\pm(\text{SP}) = a_i \cdot \sin\phi \cdot A_{yi}^0$$

$$\hat{R}_i^\pm(\text{PS}) = -a_i \cdot \sin\phi \cdot A_{xi}^0$$

$$\hat{R}_i^-(\text{PP}) = a_i \cdot \cos\phi \cdot A_{xi}^0 - Y_i'.b_i \cdot \sigma \cdot A_{zi}^0$$

$$\hat{R}_i^+(\text{PP}) = a_i \cdot \cos\phi \cdot A_{xi}^0 - Y_i.b_i \cdot \sigma \cdot A_{zi}^0$$

où A_i^0 est le champ idéal du champ dans le milieu i à l'interface i et la notation (PS) signifie que le champ diffusé avec la polarisation P est dû à un champ incident polarisé S. Les facteurs a_i et b_i dépendent de l'indice et de la rugosité de chaque interface :

$$a_i = j \frac{2\pi}{\lambda} (n_{i+1}^2 - n_i^2) \hat{h}_i$$

$$b_i = -j \frac{n_{i+1}^2 - n_i^2}{n_{i+1}} \hat{h}_i$$

2. Diffusion de volume

a. Hypothèses

Ici, les interfaces sont supposées rigoureusement planes. Les couches sont supposées inhomogènes. Les variations de la permittivité sont décrites par $p(r, z) = \left| \frac{\Delta\epsilon}{\epsilon} \right|$.

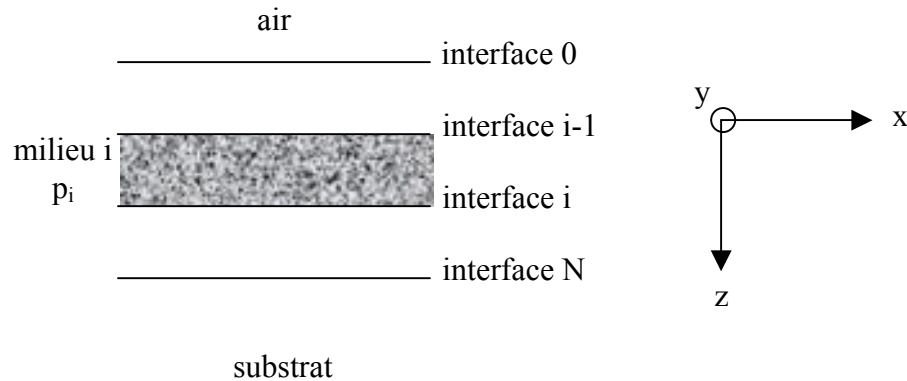


Figure 2

Définition des paramètres opto-géométriques d'un multicouche pour le modèle volumique. p_i désigne l'hétérogénéité de la permittivité du milieu i .

On suppose ici que les variations relatives de permittivité ϵ pour chaque couche sont faibles :

$$\left| \frac{\Delta\epsilon}{\epsilon} \right| = p(r, z) \ll 1$$

Cette condition est généralement vérifiée sauf dans le cas de défaut localisés dans l'empilement, à l'origine de discontinuités fortes de la permittivité. De plus, on supposera que les variations de permittivité sont transverses dans les couches, donc indépendantes de la coordonnée z :

$$p(r, z) = p(r)$$

Dans ces conditions, les équations de Maxwell pour le champ diffusé sont les suivantes :

$$\text{rot}(\mathbf{E}) = j\omega\mu\mathbf{H}$$

$$\text{rot}(\mathbf{H}) = -j\omega\epsilon\mathbf{E} + \mathbf{J}$$

Le problème est cette fois-ci équivalent au calcul du champ diffusé par un empilement parfait dans lequel circulent des courants électriques volumiques.

b. Solution volumique

Dans l'espace de Fourier, la solution est :

$$\begin{aligned} (Y'_{i-1} - Y_{i-1}) \cdot \hat{E}_{i-1} &= \hat{E}_i^*(0) \cdot (\tilde{n}_i + Y'_{i-1}) + \hat{E}_i^*(e_i) \cdot \exp(-j\alpha_i \cdot e_i) \cdot (\tilde{n}_i - Y'_{i-1}) \\ (Y'_i - Y_i) \cdot \hat{E}_i &= \hat{E}_i^*(e_i) \cdot (\tilde{n}_i - Y_i) + \hat{E}_i^*(0) \cdot \exp(-j\alpha_i \cdot e_i) \cdot (\tilde{n}_i + Y_i) \end{aligned}$$

Où \hat{E}_{i-1} et \hat{E}_i sont les composantes tangentielles du champ diffusé par le milieu i aux interfaces $i-1$ et i dans les milieux $i-1$ et $i+1$. n_i et e_i représentent l'indice et l'épaisseur du milieu i et $\alpha_i = \sqrt{k_i^2 - \sigma^2}$ avec $k_i = \frac{2\pi}{\lambda} n_i$ le vecteur d'onde.

Les termes source \hat{E}_i^* sont donnés par :

$$\begin{aligned} \hat{E}_{SS}^*(0) &= \hat{p}'_i \cdot \cos\phi \frac{k_i^2}{2\alpha_i} F_y^i \\ \hat{E}_{SS}^*(e_i) &= \hat{p}'_i \cdot \cos\phi \frac{k_i^2}{2\alpha_i} \exp(j\alpha_i \cdot e_i) \cdot G_y^{i'} \\ \hat{E}_{SP}^*(0) &= \hat{p}'_i \cdot \sin\phi \frac{\alpha_i}{2} F_y^i \\ \hat{E}_{SP}^*(e_i) &= \hat{p}'_i \cdot \sin\phi \frac{\alpha_i}{2} \exp(j\alpha_i \cdot e_i) \cdot G_y^{i'} \\ \hat{E}_{PS}^*(0) &= -\hat{p}'_i \cdot \sin\phi \frac{k_i^2}{2\alpha_i} F_x^i \\ \hat{E}_{PS}^*(e_i) &= -\hat{p}'_i \cdot \sin\phi \frac{k_i^2}{2\alpha_i} \exp(j\alpha_i \cdot e_i) \cdot G_x^{i'} \\ \hat{E}_{PP}^*(0) &= \hat{p}'_i \cdot (\alpha_i^2 \cdot \cos\phi + \sigma\sigma_0) \frac{1}{2\alpha_i} F_x^i + j\hat{p}'_i v_i \frac{\sigma}{2\alpha_i} F_z^i \\ \hat{E}_{PP}^*(e_i) &= \hat{p}'_i \cdot (\alpha_i^2 \cdot \cos\phi + \sigma\sigma_0) \frac{1}{2\alpha_i} \exp(j\alpha_i \cdot e_i) \cdot G_x^i + j\hat{p}'_i v_i \frac{\sigma}{2\alpha_i} \exp(j\alpha_i \cdot e_i) \end{aligned}$$

Où $\sigma_0 = k_i \cdot \sin i = k_0 \cdot \sin i_0$ est la fréquence spatiale. Les termes F^i et G^i sont donnés par :

$$\begin{aligned} F^i &= F_1^+ A_{i-1}^{+0} + F_1^- A_{i-1}^{-0} \\ G^i &= G_1^+ A_{i-1}^{+0} + G_1^- A_{i-1}^{-0} \end{aligned}$$

Les termes A_i^\pm représentent les champs idéaux. Les termes F_i^\pm et G_i^\pm dépendent de termes optiques de l'empilement et des conditions d'éclairement.

3. Intensité diffusée

A l'aide des relations ci-dessus, et en appliquant des coefficients de transfert aux champs calculés, on montre que l'amplitude de l'onde diffusée par l'empilement peut s'écrire sous la forme :

$$A_S^\pm(\theta, \phi) = \sum_{i=0}^N C_i^S \cdot \hat{h}_i$$

$$A_P^\pm(\theta, \phi) = \sum_{i=0}^N C_i^P \cdot \hat{h}_i$$

L'intensité diffusée $I = A \cdot A^*$ peut alors s'écrire de la façon suivante :

$$I_S^\pm(\theta, \phi) = \sum_{i,j} C_{ij}^\pm \cdot \alpha_{ij} \cdot \gamma_j$$

L'intensité diffusée est une combinaison linéaire des profils de chaque interface, corrigés par les termes C_{ij}^\pm où C_{ij}^\pm sont des termes optiques qui dépendent de la polarisation et des conditions d'éclairement et d'observation.

Les γ_{ij} sont appelés spectres. Dans le cas de la diffusion de surface, γ_{ij} est appelé spectre de

rugosité et son expression est : $\gamma_j = \frac{4\pi}{s} |\hat{h}_j(\sigma)|$. s est la surface d'éclairement. Pour la

diffusion de volume, le spectre de permittivité présente une expression similaire :

$$\gamma_j = \frac{4\pi}{s} |\hat{p}_j(\sigma)|.$$

Les coefficients α_{ij} sont appelés coefficients d'intercorrélation. Dans le cas du modèle surfacique, ces coefficients dépendent des fonctions de réplique des surfaces. Dans le cas de surfaces corrélées (identiques), les spectres sont les mêmes et $\alpha_{ij} = 1$. Pour des surfaces décorrélatées, $\alpha_{ij} = 0$. Pour le modèle volumique, seul le cas de corrélation et de décorrélation totale (cas le plus probable) des volumes sont en général envisagés. Pour deux couches composées du même matériau, on prendra $\alpha_{ij} = 1$ et pour deux matériaux différents, $\alpha_{ij} = 0$.

ANNEXE II : PROBLEMES LIES A L'ETALONNAGE DES MESURES D'ELLIPSOMETRIE

Comme nous l'avons vu dans les chapitres II et III, certains problèmes se posent pour étalonner correctement le montage, en ce qui concerne la détermination du coefficient de réflexion ou de diffusion en intensité. Nous allons présenter le cas de la mesure sur flux diffusé (la mesure sur flux spéculaire se traite de la même façon) et montrer que bien que le coefficient de diffusion $N(\theta)$ ne soit connu qu'à un coefficient près, le déphasage polarimétrique $\delta(\theta)$ est, quant à lui, parfaitement déterminé.

Afin de déterminer $\delta(\theta)$ et $N(\theta)$, nous utilisons les six mesures suivantes :

$$\begin{aligned} A &= I_{\Omega} = J_1(\Delta_0(G)) \cdot T_1 \cdot \sin(\alpha_M) \\ B &= I_{2\Omega} = -J_2(\Delta_0(G)) \cdot T_1 \cdot \cos(\alpha_M) \\ C &= I_{\Omega} = -J_1(\Delta_0(G)) \cdot T_1 \cdot T_L \cdot \sin(\alpha_M + \delta_L) \\ D &= I_{2\Omega} = J_2(\Delta_0(G)) \cdot T_1 \cdot T_L \cdot \cos(\alpha_M + \delta_L) \\ E &= I_{\Omega} = -\sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_1(\Delta_0(G)) \sin(\delta + \alpha_M + \delta_L) \\ F &= I_{2\Omega} = \sqrt{N_s N_p} \cdot T_L \cdot J_2(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M + \delta_L) \end{aligned}$$

Nous avons vu que pour tenir compte de la configuration du montage lors des mesures d'étalonnage en transmission, il faut rajouter un terme multiplicatif T_1 aux expressions de A, B, C et D. Dans ces conditions,

$$\begin{aligned} J^2 &= \frac{C^2 - T_L^2 \cdot A^2}{T_L^2 \cdot B^2 - D^2} \\ \tan \alpha_M &= -\frac{1}{J} \cdot \frac{A}{B} \\ \cos(\delta_L) &= \frac{ABT_L^2 + CD}{T_L \cdot [AD + BC]} \\ \sin(\delta_L) &= J \frac{D^2 - B^2 T_L^2}{T_L \cdot [AD + BC]} \end{aligned}$$

Ces formules sont inchangées et les grandeurs J , δ_L et α_M restent donc mesurables. Par contre

$$N^2 = T_1^2 \frac{E^2 + J^2 F^2}{J^2 D^2 + C^2}, \text{ qui est donc inconnu.}$$

On peut aussi écrire :

$$N = T_1 \sqrt{\frac{E^2 + J^2 F^2}{J^2 D^2 + C^2}} = T_1 \cdot \frac{E}{D} \sqrt{\frac{1 + J^2 \frac{F^2}{E^2}}{J^2 + \frac{C^2}{D^2}}} = T_1 \frac{E}{D} N^*$$

Le terme N^* ne dépend que des rapports $\frac{F}{E}$ et $\frac{C}{D}$: il ne fait pas intervenir les facteurs de transmission T_1 ou T_L et est donc connu.

En ce qui concerne le déphasage polarimétrique, les expressions deviennent :

$$\cos(\delta) = \frac{CD \frac{N^2}{T_1^2} + EF}{\frac{N}{T_1} [CF + DE]} \text{ et } \sin(\delta) = J \frac{F^2 - D^2 \frac{N^2}{T_1^2}}{\frac{N}{T_1} [CF + DE]}$$

Développons les expressions de $\cos(\delta)$ et $\sin(\delta)$ en remplaçant N par son expression en fonction de N^* :

$$\cos(\delta) = \frac{CD \frac{E^2}{D^2} N^{*2} + EF}{\frac{E}{D} N^* [CF + DE]} = \frac{\frac{C}{D} N^{*2} + \frac{F}{E}}{N^* \left[\frac{C}{D} \frac{F}{E} + 1 \right]} = f_1 \left(\frac{C}{D}, \frac{F}{E} \right)$$

$$\sin(\delta) = J \frac{F^2 - D^2 \frac{E^2}{D^2} N^{*2}}{\frac{E}{D} N^* [CF + DE]} = J \frac{\frac{F^2}{E^2} - N^{*2}}{N^* \left[\frac{C}{D} \frac{F}{E} + 1 \right]} = f_2 \left(\frac{C}{D}, \frac{F}{E} \right)$$

La mesure du déphasage polarimétrique est donc insensible aux problèmes d'étalonnage puisqu'elle ne nécessite que la connaissance du rapport des harmoniques Ω et 2Ω des mesures en transmission et en diffusion.

Aussi, la résolution du système des six équations permet de connaître sans ambiguïté le déphasage polarimétrique mais pas le coefficient de diffusion ou de réflexion.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] S. N. Jasperson and S. E. Schnatterly, « An Improved Method for High Reflectivity Ellipsometry Based on a New Polarization Modulation Technique », *Rev. Sci., Instrum.*, vol. 40, p. 761-767, 1969.
- [2] R. M. A. Azzam and N. M. Bashara, « Ellipsometry and Polarized Light », North Holland Publishing Company, 1977.
- [3] B. Drevillon, J. Perrin, R. Marbot, A. Violet, and J. L. Dalby, « Fast polarization modulated ellipsometer using a microprocessor system for digital Fourier analysis », *Rev. Sci. Instrum.*, vol 53, p. 969, 1982.
- [4] C. Deumié, « Ellipsométrie sur champ diffus et analyse multi-échelle de la microstructure des multicouches optiques : diffusion lumineuse, microscope à force atomique, microscopie à effet tunnel », thèse de l'université d'Aix-Marseille III, 1997.
- [5] B. Drévillon, « Phase modulated ellipsometry from the ultraviolet to the infrared : in situ application to the growth of semiconductors », *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, Pergamon Press, vol. 27, p. 1-87, 1993.
- [6] E. Compain and B. Drevillon, « High-frequency modulation of the four states of polarization of light with a single phase modulator », *Rev. Sci. Instrum.*, vol 69, p. 1574-1580, 1998.
- [7] B. Kaplan, « Applications métrologiques de l'ellipsométrie de Müller », thèse de doctorat, Laboratoire de Physique des Interfaces et des Couches Minces, Ecole Polytechnique, 2002.
- [8] M. Bardon, « Etude théorique et expérimentale de la polarisation du rayonnement diffusé par une surface rugueuse. Application à la détection de rayures », Laboratoire d'énergétique moléculaire et macroscopique, combustion, Ecole Centrale Paris, 2003.
- [9] S. Huard, « Polarisation de la lumière », Masson, Paris, 1993.
- [10] R. H. Müller, « Definitions and Conventions in Ellipsometry », *Surface Science*, 16, p. 14-33, 1969.
- [11] B. Kaplan and B. Drévillon, « Müller matrix measurements of small spherical particles deposited on a c-Si wafer », *Applied Optics*, vol. 41, n° 19, p. 3911-3918, 2002.
- [12] Vareille, P. Ballet, <http://perso.wanadoo.fr/aime.vareille/pages/ellipsometrie/>.

- [13] N. Destouches, « Mesure de la phase du champ diffracté dans le domaine optique – Contribution à la résolution de problèmes inverses », thèse de l'université d'Aix-Marseille III, 2002.
- [14] C. Deumié, H. Giovannini and C. Amra, « Angle-Resolved ellipsometry of light scattering: discrimination of surface and bulk effects in substrates and optical coatings », *Applied Optics*, vol. 41, n° 16, p. 3362-3369, 2002.
- [15] M. Cathelinaud, F. Lemarquis and C. Amra, « Index determination of opaque and semi transparent metallic films. Application to light absorbers », *Applied Optics*, 41, p. 2546-2554, 2002.
- [16] C. Deumié, O. Gilbert et C. Amra, « Etude de la diffusion lumineuse à haute résolution angulaire : application à la discrimination des rugosités et hétérogénéités, à la caractérisation du degré de perturbation des échantillons », *Colloque Mesures Optiques pour l'Industrie*, Plougastel, France, 2001.
- [17] C. Deumié, O. Gilbert et C. Amra, « High-angle resolved scattering for detection and discrimination of bulks and surfaces », *Optical Interference Coating*, Banff, Canada, 2001.
- [18] H. Giovannini and C. Amra, « Dielectric thin films for maximized absorption with standard quality black surfaces », *Applied Optics*, vol. 37, n° 1, p. 103-105, 1998.
- [19] H. Giovannini, C. Deumié, H. Akhouayri and C. Amra, « Angle-resolved polarimetric phase measurement for the characterization of gratings », *Opt. Lett.*, vol. 21, n° 20, p. 1619-1621, 1996.
- [20] C. Deumié, H. Giovannini, C. Amra, « Ellipsometry of light scattering from multilayer coatings », *Applied Optics*, vol. 35, n° 28, p. 5600-5608, 1996.
- [21] C. Deumié, R. Richier, P. Dumas and C. Amra, « Multiscale roughness in optical multilayers : atomic force microscope and light scattering », *Applied Optics*, vol. 35, n° 28, p. 5583-5594, 1996.
- [22] D. Torricini and C. Amra, « Light scattering to characterize both faces of transparent substrates: relative and embedded light », *SPIE vol. 2253 Part 2*, p. 1117-1130, 1994.
- [23] C. Amra, « Light scattering from multilayer optics. I. Tools of investigation », *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 11, n° 1, p. 197-210, 1994.
- [24] C. Amra, « Light scattering from multilayer optics. II. Application to experiment », *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 11, n° 1, p. 211-226, 1994.
- [25] C. Amra, « From light scattering to the microstructure of thin-film multilayers », *Applied Optics*, vol. 32, n° 28, p. 5481-5491, 1993.
- [26] C. Amra, C. Grèzes-Besset and L. Bruel, « Comparison of surface and bulk scattering in optical multilayers », *Applied Optics*, vol. 32, No. 28, p. 5492-5502, 1993.

- [27] C. Amra, D. Torricini and P. Roche, « Multiwavelength (0.45-10.6 μm) angle-resolved scatterometer or how to extend the optical window », *Applied Optics*, vol. 32, n° 28, p. 5462-5472, 1993.
- [28] C. Amra, « First-order vector theory of bulk scattering in optical multilayers », *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 10, n° 2, p. 365-374, 1993.
- [29] C. Amra, C. Grèzes-Besset and L. Bruel, « Comparison of surface and bulk scattering in optical multilayers », *Applied Optics*, vol. 32, n° 28, p. 5492-5503, 1993.
- [30] C. Amra, J. H. Apfel and E. Pelletier, « Role of interface correlation in light scattering by a multilayer », *Applied Optics*, vol. 31, n° 16, p. 3134-3151, 1992.
- [31] C. Amra and P. Bousquet, « Scattering from surfaces and multilayers coatings : recent advances for a better investigation of experiment », Conference presented at *The International Congress on Optical Science and Engineering*, Hambourg, SPIE Proceedings, vol. 1009, p. 1-16, 1988.
- [32] J. M. Elson, J. P. Rahn and J.M. Bennett, « Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation-length and roughness crosscorrelation properties », *Applied Optics*, vol. 22, p. 3207-3219, 1983.
- [33] J. M. Elson, J. P. Rahn and J. M. Bennett, « Light scattering from multilayer optics: comparison of theory and experiment », *Applied Optics*, vol. 19, n° 5, p. 669-679, 1980.
- [34] O. Acher, E. Bigan, and B. Drévilion, « Improvements of phase-modulated ellipsometry », *Rev. Sci. Instrum.*, vol 60, p. 65-77, 1989.
- [35] L. Gallais « Endommagement laser dans les composants optiques : métrologie, analyse statistique et photo-induite des sites initiateurs », thèse de l'Université d'Aix-Marseille III, 2002.
- [36] J. C. Canit and J. Badoz, « New design for a photoelastic modulator », *Applied Optics*, vol. 22, n° 4, p. 592-594, 1983.
- [37] <http://www.heraeus-amersil.com>.
- [38] M. Abramowitz, I. A. Stegun, « Handbook of Mathematical Functions », Ed. Abramowitz, 1974, 1046 p.
- [39] E. D. Palik, « Handbook of Optical Constants of Solids », Ed. 1985.
- [40] M. Born and E. Wolf, « Principles of optics », Pergamon, Oxford, 1980.
- [41] H. A. Macleod, « Thin optical filters », London Adam Hilger, 1986.

- [42] R. M. A. Azzam and T. F. Thonn, « Pseudo-Brewster and second-Brewster angles of an absorbing substrate coated by a transparent thin film », *Applied Optics*, vol. 22, n° 24, 1983.
- [43] M. Cathelinaud, « Séquences métal-diélectrique pour le filtrage spectral large bande et les absorbeurs de lumière. Détermination d'indice des couches minces métalliques », thèse de l'université d'Aix-Marseille III, 2000.
- [44] J. C. Maxwell Garnett, « Colours in metal glasses and metallic films », *Phil. Trans. A*, 203, p. 385-420, 1904.
- [45] L. Gallais and J.Y. Natoli, "Optimized metrology for laser damage measurement - Application to multiparameter study", *Applied Optics*, vol. 42, n° 6, p. 960-971, 2003.
- [46] Norme ISO 11254, « Détermination of laser-damage threshold of optical surfaces. Part 1 : 1-on-1 test », 2000.
- [47] J.Y. Natoli, L. Gallais, H. Akhouayri and C. Amra, « Laser-induced damage of materials in bulk, thin film and liquid forms », *Applied Optics*, vol. 41, n° 16, p. 3156-3166, 2002.
- [48] C. Amra, « Développement et comparaison de deux théories vectorielles de la diffusion de la lumière par des surfaces peu rugueuses. Application à l'étude des surfaces et des empilements de couches diélectriques », thèse de l'université d'Aix-Marseille III, 1986.
- [49] P. Beckmann and A. Spizzichino, « The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces », Artech House Inc., 2nd edition, 1987.
- [50] J. A. Ogilvy, « Theory of wave scattering from random rough surfaces », IOP Publishing Ltd, London, 1991.
- [51] J. W. Goodman, « Statistical properties of laser speckle patterns », in *Laser speckle and related phenomena*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1984.

Résumé

A partir d'un diffusomètre multi-sources (UV-MIR), nous avons développé au laboratoire un ellipsomètre basé sur une modulation élasto-optique de la polarisation. Le premier objectif, par comparaison au montage *polariseurs/analyseurs tournants*, était d'améliorer les performances du dispositif, aussi bien en terme de précision que de rapidité. Les mesures sur champ spéculaire ont tout d'abord largement validé le banc et nous avons mis en oeuvre une méthode pour détecter la présence de contamination sur un composant, sans avoir besoin de la connaissance préalable son indice de réfraction.

Dans une deuxième étape, nous avons étendu les mesures à la détermination angulaire du déphasage polarimétrique sur champ diffus. Dans le cas de composants faiblement perturbés, pour lesquels une théorie électromagnétique au premier ordre est utilisée, cette mesure permet de discriminer sans ambiguïté l'origine, surfacique ou volumique, de la diffusion. Nous avons également mis en évidence les effets d'interférences entre ondes diffusées par les surfaces et volumes, grâce à la présence d'oscillations autour de la valeur moyenne du déphasage, et la sensibilité aux effets de décorrélation verticale dans les multicouches.

L'étude des composants très hétérogènes est également abordée dans le détail, en tenant compte des effets de dépolarisation. Nous montrons comment les techniques précédentes permettent encore de discriminer les effets de surface et de volume. En particulier le déphasage polarimétrique mesuré dans le speckle résolu du champ diffus, constitue une véritable signature des composants. A l'aide d'une approche phénoménologique, on montre que l'amplitude des oscillations du déphasage permet d'extraire le taux de dépolarisation angulaire. De façon plus générale, la méthode d'ellipsométrie sur champ diffus permet une scrutation approfondie, tout en ouvrant la porte aux problèmes inverses et de reconstruction en champ lointain.

Mots-clés : ellipsométrie, couches minces optiques, diffusion lumineuse, rugosité de surface, inhomogénéité de volume, déphasage polarimétrique, couches de passage, multicouches, speckle, caractérisation, reconstruction, discrimination surface/volume.

Abstract

An ellipsometer based on an elasto optic modulation of polarization has been developed. Compare to a *rotating polarizer* setup, the performances, in term of accuracy and speed, have been significantly improved. Specular measurements make it possible to detect the presence of contamination on a component, without preliminary knowledge of its index of refraction.

The measurement of polarimetric phase has been extended to the scattered field. In the case of components slightly heterogeneous, it is possible to discriminate the source of scattering (surface or bulk). We highlighted the effects of interferences between surfaces and bulks, and the sensitivity to cross-correlation effects in the multilayers.

At last, in the case of very heterogeneous components, which require to take cross-polarization into account, the measurement of the polarimetric phase of the speckle reveals a specific signature of all components.

Key-words : ellipsometry, optical thin films, light scattering, surface roughness, bulk heterogeneity, polarimetric phase, transition layers, multilayers, speckle, characterization, reconstruction, splitting surface/volume.