



HAL
open science

Développement d'un contrôle optique multicritère : application à la détermination d'indice in situ

Dragan Stojcevski

► **To cite this version:**

Dragan Stojcevski. Développement d'un contrôle optique multicritère : application à la détermination d'indice in situ. Optique / photonique. Ecole Centrale Marseille, 2016. Français. NNT : 2016ECDM0003 . tel-01370306

HAL Id: tel-01370306

<https://theses.hal.science/tel-01370306>

Submitted on 22 Sep 2016

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.

École Doctorale : Physique et Sciences de la Matière (ED352)

Institut FRESNEL

THÈSE DE DOCTORAT

pour obtenir le grade de

DOCTEUR de l'ÉCOLE CENTRALE de MARSEILLE

Discipline : Optique, Photonique et Traitement d'Image

**DÉVELOPPEMENT D'UN CONTRÔLE OPTIQUE
MULTICRITÈRE**

Application à la détermination d'indice *in situ*

par

Dragan STOJCEVSKI

Directeur de thèse : Michel LEQUIME

*soutenue le 17 mars 2016
devant le jury composé de*

Franck CHOLLET	Institut FEMTO-ST	Rapporteur
Stéphane LAROUCHE	CMIP, DUKE University	Rapporteur
Thierry BOSCH	LAAS	Examineur
Alfons ZOELLER	BÜHLER	Examineur
Michel LEQUIME	Institut FRESNEL	Directeur de thèse
Catherine GRÈZES-BESSET	CILAS	Co-directeur de thèse

Remerciements

Le présent travail a été réalisé en collaboration entre l'équipe Recherche Couches Minces Optiques de l'Institut FRESNEL et le Département Étude et Réalisation Couches Minces de la Société CILAS.

Je remercie les directeurs successifs de l'Institut FRESNEL, Hugues GIOVANNINI et Stefan ENOCH d'avoir rendu possible la réalisation de ce travail au sein du laboratoire.

Je tiens à remercier ma co-directrice de thèse Catherine GRÈZES-BESSET de m'avoir accordé sa confiance et son soutien.

Je remercie tout particulièrement mon directeur de thèse Michel LEQUIME auprès de qui j'ai beaucoup appris et sans qui cette thèse ne serait pas ce qu'elle est.

Je tiens à exprimer ma gratitude aux membres du jury pour avoir témoigné par leur présence un intérêt pour mes recherches.

Je n'oublie évidemment pas mes collègues de RCMO, Cihan KOC (pour les calages), Fabien LEMARCHAND, Frédéric LEMARQUIS, Lætitia ABEL-TIBERINI, Julien LUMEAU et Thomas BEGOU.

Mes camarades doctorants avec qui j'ai partagé plus qu'un bureau ou qu'une manip, Li-hong GAO, Alexandre JOËRG, Stéphane SORCE, Séverin Landry NADJI, Mael VIGNAUX, Simona LIUKAITYTE.

Je souhaiterais aussi remercier toute l'équipe de la CILAS à Aubagne. Merci aux experts CM1, Didier TORRICINI et Pascal MASSON pour leur sympathie. Merci à Hélène KROL d'avoir bien voulu être ma marraine lors de mon arrivée. Merci aux pilotes de PACA2M Grégory CHAUVEAU, Laurent KIRCHGESSNER, Franck ROUX pour m'avoir autorisé des créneaux de manip large-bande. Merci aussi à Priscilla VIARD, Nathalie VALETTE, Richard PALOMO, Fouzia EL HENCE, Colin BONDET, Bérengère LEYNAUD, Pierre GANDIN, Alexandrine MESSINA, Isabelle DEHAY, Salustiano ALONZO, Anthony PRAZ, Véronique BERTON, Jean-Paul JOUDRAIN, Robert GARCIA pour leur professionnalisme et leur bonne humeur au quotidien.

Je profite de l'opportunité qui m'est offerte pour remercier Nelly BARDET de m'avoir accompagné dans toutes mes démarches durant ces années de thèse. Je remercie vivement Myriam ZERRAD pour son aide et ses conseils avisés en codage.

Merci à Claire GUÉNÉ pour ses étoiles.

À ma famille qui a toujours été à mes côtés.

Je ne saurais oublier Jean-Pierre SPINELLI pour les moments passés ensemble et vers qui vont mes derniers mots : *all-in!*

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Contexte général	2
1.2	Technologies de dépôt sous vide	5
1.2.1	Evaporation classique	5
1.2.2	Evaporation classique avec assistance ionique	7
1.2.3	Pulvérisation ionique assistée	7
1.2.4	Pulvérisation cathodique	8
1.3	Principales fonctions de filtrage	10
1.3.1	Miroir quart d'onde	10
1.3.2	Filtre passe bande	12
1.3.3	Antireflet	13
1.3.4	Filtre bord de bande	14
1.3.5	Filtre de <i>notch</i>	14
1.4	Méthodes de contrôle <i>in situ</i>	15
1.4.1	Contrôle par microbalance à quartz	16
1.4.2	Contrôle au temps	18
1.4.3	Contrôle optique monochromatique	20
1.4.3.1	<i>Turning Point Monitoring</i>	20
1.4.3.2	<i>Trigger Point Monitoring</i>	22
1.4.4	Contrôle optique large bande	24
1.5	Objectifs et démarche	26
2	Propriétés optiques d'un empilement	29
2.1	Approche théorique générale	30
2.1.1	Indice effectif d'un milieu	30
2.1.2	Admittance complexe	31
2.1.3	Coefficient de réflexion	32
2.1.3.1	En amplitude et phase	32
2.1.3.2	En énergie	33
2.1.4	Coefficient de transmission	33
2.1.4.1	En amplitude et phase	33
2.1.4.2	En énergie	33
2.1.5	Substrat d'épaisseur finie	34
2.1.5.1	Approche cohérente	34
2.1.5.2	Approche incohérente	36
2.2	Évolution de la transmission d'un empilement en fonction de l'épaisseur de la dernière couche déposée	38
2.2.1	Remarque liminaire	38

2.2.2	Cas transparent	38
2.2.2.1	Coefficient de transmission	39
2.2.2.2	Lieu des admittances (<i>admittance locus</i>)	39
2.2.2.3	Application au cas particulier de la monocouche	41
2.2.2.4	Application au cas particulier du bicouche	44
2.2.3	Cas absorbant	45
2.2.3.1	Monocouche	46
2.2.3.2	Bicouche	47
2.3	Détermination d'indice	49
2.3.1	Problématique	49
2.3.2	Méthode des enveloppes	51
2.3.3	Optimisation Globale	55
2.3.3.1	Modèle de TAUC-LORENTZ	55
2.3.3.2	Fonction de mérite et optimisation globale	56
2.3.3.3	Application au cas de la monocouche de Ta ₂ O ₅	57
2.3.3.4	Détermination des constantes optiques du SiO ₂	59
2.3.3.5	Détermination des constantes optiques du HfO ₂	61
2.3.4	Mesures <i>in situ</i>	61
3	Contrôle optique <i>in situ</i>	63
3.1	Présentation du bâti	64
3.1.1	Procédé de dépôt	64
3.1.2	Uniformité spatiale	65
3.2	Description du montage	67
3.2.1	Architecture générale	68
3.2.2	Source de lumière	70
3.2.3	Systèmes optiques d'émission-réception	71
3.2.4	Interfaces mécaniques	76
3.2.4.1	Système d'émission	76
3.2.4.2	Système de réception	76
3.2.5	Interface porte-substrat	77
3.2.6	Séparateur de voies (<i>beam splitter</i>)	78
3.2.7	Voie large bande (BBM)	80
3.2.8	Voie monochromatique (MM)	81
3.2.8.1	Monochromateur	81
3.2.8.2	Filtre trieur d'ordre	81
3.2.8.3	Module de détection	83
3.2.9	Acquisition et traitement des données	84
3.2.9.1	Temps d'acquisition	84
3.2.9.2	Synchronisation des acquisitions	85
3.2.9.3	Traitement des données	86
3.2.10	Interfaçage avec le PC de supervision du bâti	86
3.3	Caractérisation optique du montage	87
3.3.1	Bilan de flux	87
3.3.1.1	Transmission du système optique d'émission-réception	87
3.3.1.2	Dépendance spectrale des signaux	91
3.3.1.3	Transmission à vide	93
3.3.1.4	Rapport signal à bruit	93

3.3.2	Calibration spectrale	95
3.3.3	Correction de la non-linéarité de réponse du PDA	96
3.3.4	Fonction d'appareil spectrale	99
3.3.4.1	Problématique	99
3.3.4.2	Principe de la méthode	101
3.3.4.3	Mise en œuvre	103
3.4	Conclusion	107
4	Mesure <i>in situ</i> de l'indice de réfraction	109
4.1	Introduction	110
4.2	Principe de la méthode	110
4.3	Analyse détaillée de mise en œuvre	112
4.3.1	Mesures expérimentales	112
4.3.2	Traitement des signaux	115
4.3.3	Dispersion d'indice	117
4.3.4	Indice de réfraction	120
4.3.5	Coefficient d'extinction	123
4.3.6	Vitesse de dépôt et épaisseur	123
4.3.7	Description récapitulative	124
4.4	Validation numérique de la méthode	126
4.4.1	Définition des données de test	126
4.4.2	Optimisation des paramètres libres	127
4.4.3	Tests de consistance et de justesse	131
4.4.4	Amélioration de l'estimation initiale	135
4.4.4.1	Approximation polynomiale	135
4.4.4.2	Minimisation d'une fonction de mérite	135
4.4.4.3	Utilisation des données monochromatiques	135
4.5	Application au cas de la monocouche de Ta ₂ O ₅	136
4.5.1	Détermination directe	136
4.5.2	<i>Refining</i>	138
4.6	Évolution des constantes optiques de la couche au cours du dépôt	140
4.6.1	Principe de la méthode	140
4.6.2	Mise en œuvre	141
5	Conclusions et Perspectives	145
	Bibliographie	147

Chapitre 1

Introduction

Sommaire

1.1	Contexte général	2
1.2	Technologies de dépôt sous vide	5
1.2.1	Evaporation classique	5
1.2.2	Evaporation classique avec assistance ionique	7
1.2.3	Pulvérisation ionique assistée	7
1.2.4	Pulvérisation cathodique	8
1.3	Principales fonctions de filtrage	10
1.3.1	Miroir quart d'onde	10
1.3.2	Filtre passe bande	12
1.3.3	Antireflet	13
1.3.4	Filtre bord de bande	14
1.3.5	Filtre de <i>notch</i>	14
1.4	Méthodes de contrôle <i>in situ</i>	15
1.4.1	Contrôle par microbalance à quartz	16
1.4.2	Contrôle au temps	18
1.4.3	Contrôle optique monochromatique	20
1.4.4	Contrôle optique large bande	24
1.5	Objectifs et démarche	26

1.1 Contexte général

Grâce à un simple empilement de couches minces, il est possible de modifier les propriétés de transmission et de réflexion optiques d'un substrat. Les exemples de mise en œuvre d'un tel concept sont nombreux (lasers, panneaux photovoltaïques, télescopes d'observation astronomique, multiplexeurs de télécommunications, *etc.*) et mettent tous en évidence une amélioration significative des performances des instruments qui y ont recours.

Ceci explique les efforts importants réalisés, dès le début des années 1980, par la communauté de l'Optique/Photonique pour perfectionner les technologies de fabrication des couches minces et améliorer leurs propriétés, tant optiques que mécaniques.

Aujourd'hui, les moyens de dépôts dits *énergétiques* sont largement utilisés pour la fabrication de composants optiques en couches minces [1]. Ces procédés permettent de fabriquer avec une excellente répétabilité des matériaux en couches minces dont les propriétés optiques sont très proches de celles du matériau massif, ouvrant ainsi la voie à des traitements à hautes performances et, en outre, peu sensibles aux contraintes de l'environnement extérieur.

Dans ce contexte, nos préoccupations sont de deux ordres :

- tirer parti des résultats obtenus pour définir les conditions de réalisation de traitements optiques de surface à très hautes performances,
- approfondir notre connaissance des propriétés des matériaux en couches minces.

Les activités dans ce domaine ont débuté il y a longtemps déjà. Revenons un instant sur les connaissances acquises au cours de ces recherches.

En première approximation, une couche mince déposée en phase physique par évaporation-condensation sur un substrat propre peut être assimilée à une lame continue, homogène, isotrope, à faces planes et parallèles. Du point de vue optique, elle est alors caractérisée par le modèle NKE à trois paramètres, son indice de réfraction complexe (n, κ) et son épaisseur e . À partir de ces trois variables, on calcule facilement les propriétés optiques (facteurs de réflexion R , de transmission T , d'absorption A) de n'importe quel empilement. Malgré sa simplicité, il s'avère que ce modèle présente une très large validité ; nous l'utiliserons donc en grande partie pour nos analyses.

Cette validité présente néanmoins des limites auxquelles nous sommes confrontés lorsque sont mobilisées certaines propriétés de ces couches au niveau microscopique. Des modèles plus avancés sont alors nécessaires pour expliquer, par exemple, une évolution de l'indice de réfraction causée par une inhomogénéité de la couche lors du dépôt, ou encore une évolution des propriétés optiques lors du passage vide-air.

Le travail présenté ici s'appuie essentiellement sur des couches fabriquées par un procédé de pulvérisation ionique avec assistance par faisceau d'ions que l'on désigne habituellement par l'acronyme DIBS, de son appellation anglaise *Dual Ion Beam Sputtering*. Dans ce contexte, le modèle NKE est suffisant.

En empilant un nombre donné de couches minces, d'indices et d'épaisseurs judicieusement choisis, on peut, en principe, modifier à volonté les propriétés optiques d'une surface, et donc résoudre n'importe quel problème de filtrage.

Pour y arriver, il faudra savoir :

- choisir les matériaux adaptés, déterminer le nombre de couches nécessaires, ainsi que l'épaisseur de chacune d'entre elles. C'est ce que nous appellerons la phase de *synthèse* ou de *design* du filtre,
- contrôler avec précision la formation de ce filtre, c'est-à-dire l'épaisseur de chaque couche, pour obtenir effectivement les propriétés optiques désirées. C'est ce que nous appellerons la phase de *fabrication*.

Ceci suppose que l'on ait une connaissance aussi précise que possible de l'indice de réfraction des matériaux utilisés, lorsque ceux-ci sont déposés sous forme de couches minces.

L'indice de réfraction est un paramètre qui ne se mesure pas de manière directe. Pour déterminer la valeur complexe de l'indice de réfraction des matériaux en fonction de la longueur d'onde, on utilise des méthodes d'approximation successives, basées sur la comparaison entre les propriétés optiques R et T mesurées sur une couche mince, et celles déduites du calcul. Les premières méthodes [2, 3] datent de la fin des années 70, mais les techniques de détermination ont été améliorées ces dernières années [4] et permettent d'obtenir une précision accrue sur n et κ , tout en satisfaisant aux contraintes induites par le respect des conditions de causalité (relations de KRAMERS-KRONIG).

Lors des calculs de synthèse, les valeurs des indices de réfraction sont imposées et les seuls paramètres libres sont alors le nombre et les épaisseurs des différentes couches. Dans certains cas, on peut faire le choix de se limiter à des systèmes d'empilements relativement simples, tels que des couches d'épaisseurs optiques égales et d'indices périodiquement alternés. Mais ces systèmes simples ne peuvent pas résoudre tous les problèmes de filtrage et les calculs de synthèse servent justement à concevoir des empilements formés d'un ensemble de couches dont les épaisseurs ne présentent plus entre elles de relation simple.

Des méthodes de contrôles spécifiques ont dû être ainsi développées pour ces différents types d'empilements [5, 6].

Sachant que le but de l'opération est de réaliser un empilement de couches présentant des propriétés optiques définies avec des tolérances très étroites, dans un domaine spectral plus ou moins étendu, il apparaît que seules les méthodes optiques *in situ* permettent d'assurer le contrôle de la formation des couches avec une précision suffisante. De façon générale, on doit suivre l'évolution des propriétés optiques de l'empilement pendant le dépôt de chacune des couches et disposer d'un critère d'arrêt pour apprécier l'instant où l'épaisseur requise est atteinte. Nous verrons aussi que certaines méthodes optiques ont leurs limitations, et le recours à des outils de contrôle non-optique (microbalance à quartz, chronomètre) s'avère parfois nécessaire, ces derniers pouvant aussi être utilisés en complément de la méthode optique, constituant ainsi un *contrôle* du contrôle.

Le contrôle optique de la réalisation d'un empilement peut être monochromatique ou large bande, chaque méthode présentant ses avantages et ses inconvénients, en fonction du type de filtres que l'on souhaite fabriquer [5].

Lorsqu'il s'agit de réaliser des filtres ayant des caractéristiques optiques bien déterminées dans un intervalle spectral peu étendu autour d'une longueur d'onde caractéristique λ_0 ,

tels que les classiques filtres interférentiels à bande étroite ou certains miroirs lasers, il apparaît naturel de contrôler le processus de formation en suivant l'évolution des propriétés optiques à cette longueur d'onde caractéristique.

Dans ce cas, ces empilements périodiques sont formés d'un ensemble de couches dont les épaisseurs optiques sont toutes égales ou multiples de la même valeur $\lambda_0/4$. Le suivi de la transmission optique de l'empilement à cette seule longueur d'onde λ_0 est bien adapté au contrôle de telles structures et permet d'obtenir avec une excellente précision les propriétés optiques recherchées au voisinage de la longueur d'onde de contrôle λ_0 . En utilisant les critères d'arrêts qui sont l'annulation d'une des deux dérivées partielles de la transmission par rapport à la longueur d'onde (DTL), ou par rapport à l'épaisseur déposée (DTE), on bénéficie, avec un contrôle direct sur le substrat à traiter, d'un système auto-correctif qui présente une tolérance remarquable aux erreurs de réalisation.

Par contre, si l'on désire réaliser un filtre devant présenter des propriétés spécifiques sur un intervalle spectral étendu, les méthodes monochromatiques ne suffisent généralement plus.

La méthode large bande, permet de comparer en permanence, sur tout l'intervalle utile, le profil spectral mesuré $T_m^N(\lambda, e)$ que présente l'empilement au cours de la formation de la couche de rang N au profil spectral théorique $T_t^N(\lambda, e_N)$ qu'il doit présenter lorsque l'épaisseur de cette couche atteint la valeur cible e_N . Le critère d'arrêt peut être double : critère d'arrêt sur fonction de mérite ou critère d'arrêt sur épaisseur déterminée. Dans son travail de thèse, Bruno BADOIL a montré [7] que l'erreur de réalisation est fortement réduite lorsque le critère d'arrêt choisi est basé sur l'épaisseur.

Il faut souligner les difficultés rencontrées dans la mise en œuvre de la méthode large bande lorsque le domaine spectral de contrôle devient vraiment étendu (par exemple 250 nm - 2200 nm). Ces difficultés tiennent à l'extrême précision qui est requise sur la détermination des épaisseurs des couches déjà déposées et, plus encore, à la nécessité de connaître et de maîtriser parfaitement les propriétés des matériaux utilisés. Il apparaît donc que la bonne connaissance de l'indice de réfraction *in situ* est primordiale pour le contrôle du procédé de dépôt. Néanmoins, sous vide, durant la formation de l'empilement, certaines propriétés (indice de réfraction, degré d'homogénéité,...) diffèrent plus ou moins de ce que montrent les caractérisations réalisées *ex situ* sur des couches stabilisées.

La méthode spectrophotométrique large bande ouvre ainsi la voie à la maîtrise de multiples paramètres : détermination en temps réel de l'indice de réfraction, diagnostic de la stabilité des matériaux à la transition vide-air, ré-optimisation en temps réel de la formule de l'empilement, *reverse engineering* à tout instant du déroulement du dépôt.

Mais avant de définir en détail les objectifs assignés à ce travail de thèse, il nous a paru utile de rappeler dans ce chapitre introductif quelques éléments de contexte nécessaires à une bonne compréhension de la démarche suivie.

1.2 Technologies de dépôt sous vide

L'équipe de Recherche en Couches Minces Optiques (RCMO) de l'Institut FRESNEL dispose d'un ensemble de machines adressant une grande variété de procédés de dépôt à l'état de l'art. Ainsi, dans les moyens à disposition du Laboratoire, nous trouvons des bâtis de dépôt utilisant des technologies d'évaporation classique (dites *non assistées*) ou de dépôt dense, comme la pulvérisation cathodique ou encore la pulvérisation par faisceau d'ions.

Nous pouvons lister les différentes technologies susceptibles d'être mises en œuvre pour telle ou telle activité de recherche :

- EBD (*Electron Beam Deposition*) : évaporation classique sans assistance,
- IAD (*Ion Assisted Deposition*) : technologie basée sur l'EBD avec addition d'une assistance ionique,
- DIBS (*Dual Ion Beam Sputtering*) : technologie de pulvérisation utilisant deux sources ioniques, respectivement pour le dépôt et l'assistance,
- PARMs (*Plasma Assisted Reactive Magnetron Sputtering*) : pulvérisation cathodique avec assistance plasma.

1.2.1 Evaporation classique

Encore utilisée dans de nombreux domaines d'application, l'évaporation classique reste une technologie robuste et adaptée au dépôt d'une grande variété de matériaux (diélectriques pour les domaines visible et infrarouge, métaux) [8–11]. L'ouverture angulaire de sa plume d'évaporation en fait en outre une technologie de référence pour le traitement uniforme de grandes surfaces.

Dans une enceinte sous vide (10^{-6} mbar), l'application à un filament de tungstène d'un courant sous haute tension permet de générer par échauffement un nuage d'électrons. L'utilisation d'un champ magnétique $\vec{\mathcal{H}}$ et électrique $\vec{\mathcal{E}}$ approprié permet d'appliquer à ces électrons, de charge q , une force de LORENTZ définie par :

$$\vec{F} = q\vec{v} \wedge \vec{\mathcal{H}} \quad (1.1)$$

afin de les confiner et de les focaliser sur le matériau à évaporer. L'interaction entre les électrons et le matériau va provoquer, par chauffage, son passage de l'état solide à l'état gazeux. Le gaz ainsi formé viendra se condenser à la surface du substrat que l'on souhaite traiter. Le dépôt se fera donc par un procédé associant évaporation et condensation de la matière. De ce fait, il existera deux vitesses différentes caractéristiques du dépôt :

- la vitesse d'évaporation,
- la vitesse de condensation, souvent assimilée à la vitesse de dépôt, qui est la vitesse de croissance de la couche sur le substrat.

Dans la majorité des cas, les matériaux à évaporer se présentent sous forme de poudre ou de granulés de différentes tailles. Par conséquent, un creuset rempli d'un matériau donné n'est ni homogène ni uniforme : l'espace résiduel qui subsiste entre les granules va ainsi

générer une instabilité de la vitesse d'évaporation et, par conséquent, une fluctuation de la vitesse de condensation.

La focalisation du faisceau d'électrons sur le matériau va d'autre part créer une surface d'évaporation qui n'est pas ponctuelle, mais plutôt étendue, du fait de l'échauffement de proche en proche de la matière. C'est la raison pour laquelle le cône (ou plume) produit aura une ouverture importante dont on a souligné qu'elle avait pour principal avantage de garantir une très bonne uniformité de l'épaisseur déposée sur une grande surface.

En outre, dans le but de garantir la meilleure uniformité d'épaisseur déposée possible, le porte-substrat sur lequel sont placés les composants est mis en mouvement avec une vitesse de rotation de plusieurs tours par seconde.

Le caractère intrinsèquement exothermique du procédé d'évaporation a un effet sur la température du substrat et, surtout, sur l'évolution de celle-ci au cours du processus de dépôt.

Durant la réalisation d'un filtre constitué d'un empilement de nombreuses couches, la température de l'enceinte de dépôt peut ainsi varier de plusieurs centaines de degrés Celsius. L'impact majeur de cette variation rapide de température dans les premiers instants de formation de la couche sera une évolution de l'indice de réfraction du matériau mis en jeu. Évolution intra-couche mais aussi évolution inter-couche dans un même empilement, provoquant un défaut de reproductibilité des indices de réfraction. Ainsi, dans certains cas, il pourra être nécessaire de chauffer au préalable le substrat à l'intérieur de l'enceinte d'évaporation avant de démarrer le dépôt, ce qui, dans le même temps, améliore l'accroche de la couche sur le substrat.

L'absence d'assistance ne permet pas, dans la plupart des cas où sont utilisés des matériaux diélectriques, d'atteindre des valeurs d'indice de réfraction comparables à celles des mêmes matériaux dont le dépôt a bénéficié d'une assistance. De ce fait, pour un empilement donné, il sera nécessaire d'avoir recours à un plus grand nombre de couches pour atteindre des performances équivalentes à un empilement réalisé avec une technologie utilisant l'assistance.

Des études réalisées à l'échelle microscopique ont d'autre part montré la présence de structures colonnaires dans les couches minces déposées par procédé d'évaporation classique. Cette structuration a pour effet de rendre les couches poreuses, puisqu'une part importante de leur volume est constitué de vide. Par conséquent, une fois le composant fabriqué et mis à pression et température ambiantes, cette structure poreuse va se remplir d'eau, essentiellement par le biais d'un phénomène d'adsorption. La conséquence immédiate sera une variation des performances spectrales de l'empilement induite par les modifications d'indice des couches qui en résultent.

Cette structure poreuse a aussi pour conséquence de réduire la durée de vie du traitement. Les différentes contraintes environnementales (température, humidité, pression) auxquelles sera soumis le composant auront pour effet la fissuration des couches les plus exposées de l'empilement, voire leur délamination complète [12].

Pour les applications relevant du spatial, l'utilisation de filtres produits par EBD n'est donc pas adaptée.

1.2.2 Evaporation classique avec assistance ionique

La technologie de dépôt par procédé IAD (*Ion Assisted Deposition*) couple la configuration de l'évaporation classique par canon d'électrons à la mise en œuvre d'un faisceau d'ions lourds, généralement créés à partir d'un gaz d'argon et accélérés par un champ électrique vers la surface du substrat à traiter [13].

Un gaz est injecté entre deux électrodes alimentées par une tension à variation radio-fréquence afin de produire un plasma. Puis, une tension d'accélération est appliquée afin de diriger le flux d'ions produit avec une haute énergie vers la surface du substrat. Ce canon à ions est couplé à un neutraliseur polarisé positivement dans le but de garantir la neutralité électrique du plasma.

Pendant le processus d'évaporation-condensation, ces ions vont venir bombarder le substrat durant la croissance de la couche, et, grâce à l'énergie apportée, permettre aux atomes du matériau de se ré-arranger de manière relativement ordonnée en rendant ainsi la couche homogène. D'autre part le flux continu des ions émis par le canon d'assistance durant la fabrication du filtre aura pour effet de densifier dans son épaisseur le matériau condensé.

La technologie IAD permet donc de produire des couches ne présentant pas de lacunes comme celles réalisées à l'aide d'une évaporation classique, et dotées de ce fait des caractéristiques optiques très proches de celles du matériau massif.

1.2.3 Pulvérisation ionique assistée

La technologie de dépôt par procédé DIBS (*Dual Ion Beam Sputtering*) utilise deux canons à ions fonctionnant sur le même principe que celui décrit précédemment, un canon haute énergie accélérant les ions vers une cible de matériau à déposer, un canon de plus faible énergie ayant pour rôle d'assister la croissance de la couche [14].

Contrairement à ce qui se passe dans le procédé IAD, la matière n'est pas évaporée mais pulvérisée, c'est-à-dire que l'énergie apportée par les ions va être suffisante pour rompre les liaisons atomiques à la surface de la cible de matériau, et les expulser en direction du substrat. Les atomes pulvérisés sont ensuite susceptibles de se recombinaer dans une atmosphère réactive, par exemple d'oxygène, avant d'atteindre la surface du substrat avec une énergie cinétique élevée qui rend possible un arrangement ordonné et homogène de la couche au fur et à mesure de sa croissance.

Le flux d'ions du canon d'assistance permet là encore d'accroître la densité de la couche, dont les caractéristiques optiques seront alors pratiquement identiques à celles du matériau massif.

Le principal avantage du procédé de dépôt DIBS est de garantir une très bonne stabilité des vitesses de dépôt et une très bonne reproductibilité des constantes optiques (indice de réfraction) des matériaux déposés. L'inconvénient majeur de ce procédé est son manque d'uniformité, directement lié à la faible ouverture de la plume de pulvérisation.

Les caractéristiques particulières de la machine DIBS que nous utiliserons dans le cadre de ce travail de thèse seront présentées plus en détail dans le Chapitre 3 traitant du dispositif expérimental.

1.2.4 Pulvérisation cathodique

Le principe de cette technologie de dépôt est basé sur l'utilisation simultanée d'une électrode polarisée positivement (une cathode) et d'un aimant permettant de générer un champ magnétique intense (magnétron). L'introduction d'un gaz (par exemple, argon ou azote) dans un champ électrique E variable, que ce soit en régime radiofréquence (RF), ou bien autour d'une fréquence intermédiaire (MF) ou encore en configuration continue pulsée (DC pulsé), va donner naissance à un plasma [15–19]. Les ions lourds du plasma accélérés par le champ électrique et dont les trajectoires sont courbées par le champ magnétique, viendront ainsi pulvériser la matière de la cible utilisée.

L'équipe RCMO de l'Institut FRESNEL dispose d'une machine industrielle fabriquée par LEYBOLD Optics/BÜHLER de type HELIOS, qui utilise cette technologie de dépôt désignée dans ce cas par l'acronyme PARMS (*Plasma Assisted Reactive Magnetron Sputtering*) [20].

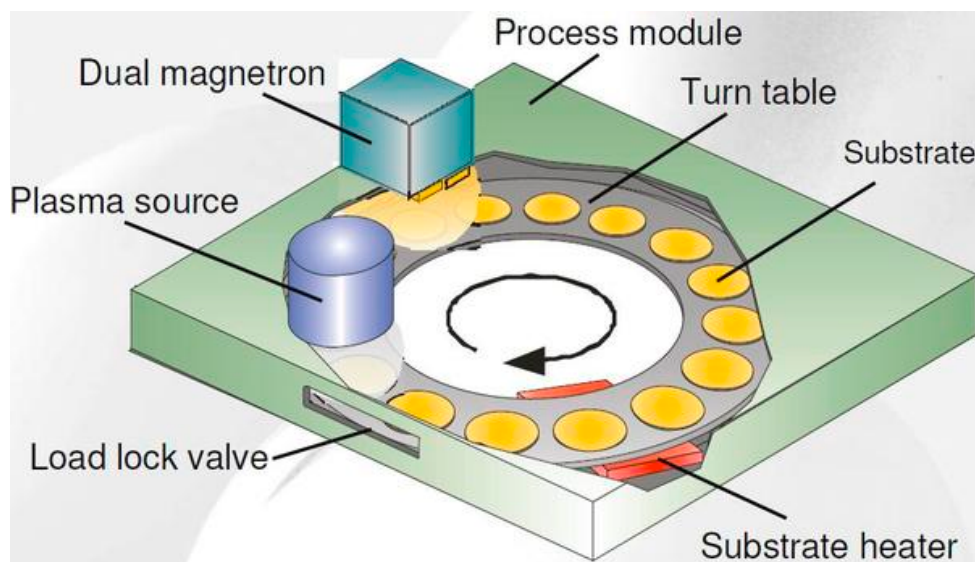


FIGURE 1.1 – Schéma de principe de la machine HELIOS.

Dans ce cas particulier, le dépôt du matériau est réalisé en faisant passer un substrat dans le plasma généré par le magnétron. La vitesse de dépôt sera fonction de la vitesse de passage du substrat sous la cathode et l'épaisseur de la couche la plus fine susceptible d'être déposée sera par conséquent définie par la vitesse maximale atteignable par le système.

Comme représenté sur le schéma de la Figure 1.1, le composant chargé sur un porte-substrat tournant à 240 tours par minute passe alternativement dans le plasma de matériau à déposer puis dans un plasma d'assistance réactif. Ce processus permet d'obtenir des couches denses et de propriétés reproductibles. La réalisation d'empilements de matériaux alternés est obtenue grâce à l'emploi de deux magnétrons distincts, un par matériau. Une telle configuration donne en outre accès au dépôt de mélanges entre deux matériaux (*mixtures*), c'est-à-dire dont la composition est définie par la puissance relative appliquée à chaque magnétron. Cette variante de co-pulvérisation permet de disposer de valeurs d'indice de réfraction qui sont continûment ajustables entre celles des deux matériaux purs.

Cette machine est particulièrement adaptée au dépôt d'empilements complexes à grand nombre de couches sur des substrats de diamètre inférieur à 100 mm.

La Société CILAS a installé sur son site d'Aubagne une très grande machine de dépôt sous vide utilisant cette technologie (chambre de dépôt de 14 m³), appelée PACA2M, pour **P**ulvérisation **C**athodique pour optiques de **2 M**ètres. Cette machine est équipée de 7 magnétrons de 2,5 mètres de long permettant d'adresser des surfaces de traitements pouvant aller jusqu'à 2 mètres par 2 mètres [21, 22].

La Figure 1.2 montre une vue 3D de cette machine, dans laquelle on distingue :

- à l'arrière plan, la chambre de dépôt elle-même (8 mètres de long par 3,6 mètres de large et 2,1 mètres de haut), avec, sur sa face supérieure les cathodes planes de forme rectangulaire, ainsi qu'un portique dédié à leur installation,

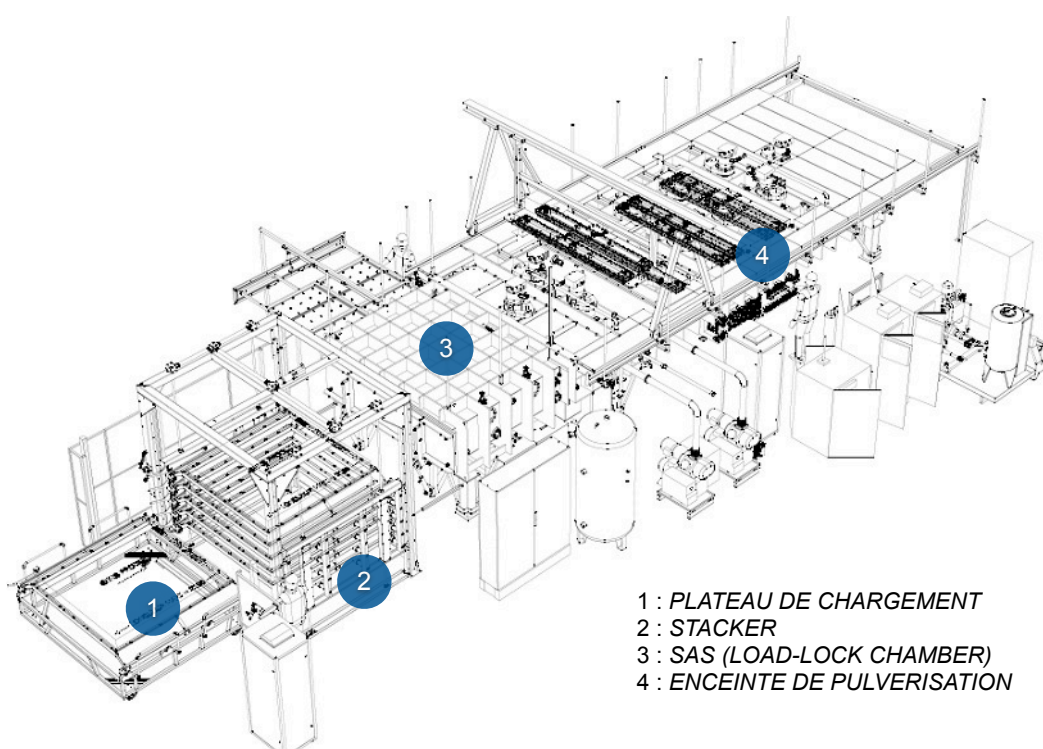


FIGURE 1.2 – Vue 3D de la machine PACA2M.

- au milieu, le sas d'introduction des composants (*load-lock chamber*), qui présente les mêmes dimensions que la chambre de dépôt, à l'exception de la longueur qui est *seulement* de 4 mètres,
- et enfin, à l'avant plan, un système de chargement à plateaux à 5 positions, le *stacker*, qui assure le stockage et le chargement automatique des composants à l'intérieur de la machine de dépôt.

Grâce à une configuration de fonctionnement très polyvalente, la machine PACA2M est susceptible de réaliser le dépôt de couches métalliques (modes DC ou DC pulsé), ainsi que celui d'oxydes diélectriques sous atmosphère réactive d'oxygène ou non (modes MF ou RF).

1.3 Principales fonctions de filtrage

Cette section sera consacrée à une présentation rapide des principales fonctions de filtrage que l'on est susceptible de réaliser à l'aide d'empilements tout diélectriques, à savoir :

- Miroir de BRAGG (ou miroir quart d'onde)
- Filtre passe-bande (ou FABRY-PEROT en couches minces)
- Antireflet (monochromatique ou large bande)
- Filtre bord de bande (passe-haut ou passe-bas)
- Filtre de *notch* (ou filtre inverse)

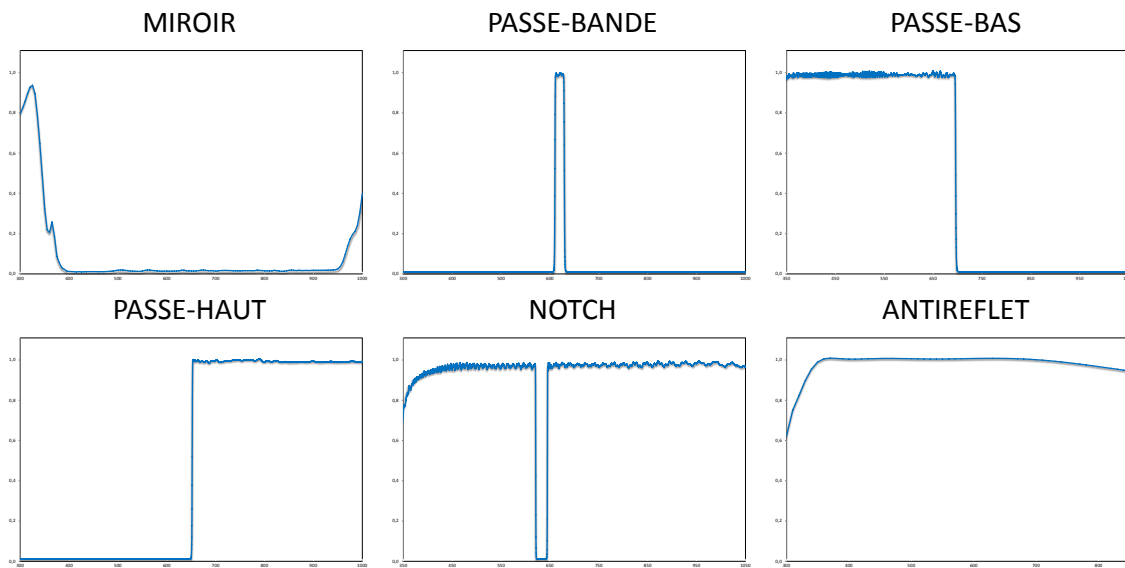


FIGURE 1.3 – *Fonctions de filtrage optique.*

La Figure 1.3 présente la réponse en transmission des principales fonctions citées en fonction de la longueur d'onde. On notera que, dans notre étude, les conditions d'illumination pour une couche ou un empilement donnés correspondent à de la lumière naturelle (*i.e.* non polarisée) pour un faisceau en incidence normale ou quasi-normale d'ouverture inférieure au degré.

1.3.1 Miroir quart d'onde

Le miroir de BRAGG (ou miroir quart d'onde) est constitué d'un empilement alterné de matériaux diélectriques haut indice et bas indice, dont les épaisseurs optiques sont toutes quart d'onde à une longueur d'onde particulière, notée λ_0 et appelée longueur d'onde de centrage. Ceci signifie que pour chacune de ces couches est satisfaite la relation suivante :

$$n(\lambda_0)e = \frac{\lambda_0}{4} \quad (1.2)$$

et que le déphasage accumulé durant la traversée de chacune d'entre elles est donc égal à $\pi/2$.

On a l'habitude de désigner chaque couche quart d'onde par une lettre capitale rappelant les propriétés d'indice du matériau qui la compose : H pour haut indice, B pour bas indice et I (ou M) pour indice intermédiaire (ou médiant).

La structure de base d'un miroir quart d'onde est donc représentée usuellement par la formule suivante :

$$\text{Substrat } |HBHB \dots HBH| \text{ Air}$$

structure que l'on désigne également sous l'appellation M_p , où M rappelle la fonction Miroir et p le nombre de couches de l'empilement. Ainsi, par exemple, un miroir comportant une alternance de 11 couches H et B sera noté M_{11} . On peut en effet montrer que l'efficacité d'un miroir de BRAGG est optimale lorsque le nombre de couches est impair et que la première couche est de type H .

Les miroirs de BRAGG tout diélectriques sont notamment utilisés lorsque les revêtements de type métallique présentent des limitations d'usage liées à la présence d'une absorption (tenue aux flux laser intenses, par exemple), mais aussi lorsque l'on recherche une sélectivité de la réflectivité dans un domaine spectral particulier ou une très forte valeur de réflexion (par exemple 99,95%) au voisinage d'une longueur d'onde donnée.

On peut en effet montrer que le coefficient de réflexion à la longueur d'onde de centrage d'un miroir quart d'onde est donné en première approximation par la formule suivante :

$$R(\lambda_0) \approx 1 - \frac{n_0 n_s}{n_H^2} \left(\frac{n_B}{n_H} \right)^{p-1} \quad (1.3)$$

où n_0 désigne l'indice de réfraction du milieu extérieur et n_s celui du substrat. On constate donc que ce coefficient de réflexion est d'autant plus proche de 1 que le nombre p de couches est important et que le rapport n_H/n_B , appelé *contraste d'indices*, est fort.

De la même manière, on peut également montrer que la largeur de bande $\Delta\lambda$ de ce miroir est définie en première approximation par :

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_0} = \frac{4}{\pi} \arcsin \left(\frac{n_H - n_B}{n_H + n_B} \right) \quad (1.4)$$

ce qui montre que cette largeur de bande est, à nouveau, d'autant plus grande que le contraste d'indices n_H/n_B est fort.

Enfin, il est important de souligner que le miroir de BRAGG, du fait de sa structure périodique, présente des harmoniques à des longueurs d'onde correspondant à des sous-multiples impairs de la longueur d'onde de centrage, c'est-à-dire à $\lambda_0/3$; $\lambda_0/5$; $\lambda_0/7$; *etc.* [23].

Dans certains cas, il peut s'avérer utile d'avoir recours à des traitements tout diélectriques pour obtenir une réflectivité élevée sur un large domaine spectral (par exemple, pour éviter la présence d'absorption). Une première approche consiste à trouver un couple de matériaux H et B présentant un très fort contraste d'indices. Mais ceci s'avère rapidement délicat lorsque la largeur de la bande couverte augmente. Aussi a-t-on souvent recours à l'emploi, dans un même empilement, de plusieurs séquences quart d'onde dont les longueurs d'onde de centrage sont choisies de manière à ce que les bandes de forte réflexion

se recouvrent. La structure de base d'un tel empilement peut être décrite par la formule générale suivante :

$$\text{Substrat } |(M_p)_{\lambda_1} B (M_p)_{\lambda_2} B \dots (M_p)_{\lambda_q}| \text{ Air}$$

Il est important de noter l'adjonction d'une couche bas indice entre chaque groupe miroir, dans le but de conserver l'alternance HB des miroirs juxtaposés. Sans ces couches de *passage*, on verrait en effet apparaître des pics de transmission causés par la synthèse de cavités demi-onde de type FABRY-PEROT à la jonction des domaines spectraux des différents miroirs.

1.3.2 Filtre passe bande

Le filtre passe-bande est, la plupart du temps, construit autour d'une structure FABRY-PEROT (FP) réalisée en couches minces optiques. Il est donc constitué de deux miroirs quart d'onde entourant un *spacer* demi-onde, afin que soit respectée la condition de résonance d'une telle structure à la longueur d'onde de centrage des miroirs.

La formule générique de ce type de filtres est donc de la forme :

$$\text{Substrat } |M_q 2kH M_q| \text{ Air} \quad \text{ou} \quad \text{Substrat } |M_q 2kB M_q| \text{ Air}$$

suivant que le *spacer* utilise un matériau haut indice ou bas indice. Ce choix a évidemment une influence sur la parité de q , qui sera pair en cas de *spacer* H et impair en cas de *spacer* B . Les lois de la réfraction s'appliquant bien évidemment dans un milieu stratifié, les filtres FABRY-PEROT à *spacer* haut indice présentent une meilleure tolérance angulaire que les filtres FP à *spacer* bas indice.

La condition de résonance d'une telle structure s'écrit en toute généralité :

$$\Phi(\lambda) = \frac{4\pi}{\lambda} n_{\text{spacer}}(\lambda) e_{\text{spacer}} + \varphi_u(\lambda) + \varphi_d(\lambda) = 2k\pi \quad (1.5)$$

où k désigne un nombre entier positif et φ_c le déphasage à la réflexion sur le miroir tout diélectrique haut (*up*) ou bas (*down*). Lorsque les déphasages à la réflexion sont nuls, on retrouve la condition habituelle spécifiant que le *spacer* doit être demi-onde.

La transmission $T(\lambda)$ d'un filtre FABRY-PEROT a d'autre part pour expression [10] :

$$T(\lambda) = \frac{T_u T_d}{(1 - \sqrt{R_u R_d})^2} \frac{1}{1 + \frac{4\sqrt{R_u R_d}}{(1 - \sqrt{R_u R_d})^2} \sin^2 \frac{\Phi(\lambda)}{2}} \quad (1.6)$$

où R_u et T_u (respectivement R_d et T_d) désignent les coefficients de réflexion et de transmission du miroir haut (respectivement bas). En l'absence d'absorption, rappelons que l'on a $T_c = 1 - R_c$.

La bande passante $\Delta\lambda$ de ce filtre est donnée par la relation :

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda_0^2}{\pi n e \sqrt{A}} \quad \text{avec} \quad A = \frac{4\sqrt{R_u R_d}}{(1 - \sqrt{R_u R_d})^2} \quad (1.7)$$

Cette bande passante est d'autant plus faible que le coefficient de réflexion des miroirs en couches minces est élevé, et donc que le nombre de couches est grand et leur contraste d'indices fort (cf. paragraphe 1.3.1).

Ce contraste d'indices a également une influence sur la valeur de la transmission dans la zone de réjection du filtre, puisque celle-ci y est donnée en première approximation par la formule :

$$T_{\min} = \frac{1}{1+A} \approx \frac{1}{A} \quad (1.8)$$

Une autre propriété importante que l'on souhaite maîtriser lors de la synthèse d'un filtre FP est le profil spectral de sa bande de transmission, afin de disposer d'une transmission aussi constante que possible sur une fraction aussi grande que possible de sa bande passante. Pour y parvenir, on a recours à des empilements à cavités multiples cascades. Si on note P_q^k la brique élémentaire de l'empilement associant 2 miroirs quart d'onde à q couches et un *spacer* d'ordre k , un filtre à cavités multiples sera décrit par la formule générale suivante :

$$\text{Substrat } |P_q^k B P_q^k B \dots P_q^k B P_q^k| \text{ Air}$$

On retrouve dans cette formule, comme dans le cas des miroirs quart d'onde large bande, la présence de couches de passage bas indice entre chacun des groupes fonctionnels.

Enfin, la plupart du temps, la bande de réjection spontanément délimitée par celle des miroirs n'est pas de largeur suffisante vis-à-vis des contraintes de l'application, et on est conduit à adjoindre au filtre FABRY-PEROT proprement dit des miroirs additionnels de blocage pour étendre la réjection sur la totalité du domaine spectral souhaité.

1.3.3 Antireflet

La fonction d'un traitement antireflet (AR) est de minimiser le coefficient de réflexion de la surface sur laquelle il est déposé. Dans l'absolu, on souhaiterait obtenir $R = 0$, ce qui, en l'absence de toute absorption, signifierait que $T = 1$: toute la lumière incidente serait alors transmise par le composant. Par conséquent, tout se passe comme si la face du substrat sur laquelle est déposé ce traitement AR n'existait plus.

En fonction des applications visées, ce traitement pourra n'être efficace qu'à une seule longueur d'onde (on parlera alors d'antireflet monochromatique), ou sur un domaine spectral plus ou moins important (et on parlera dans ce cas d'antireflet large bande).

On peut montrer qu'une couche unique d'épaisseur et d'indice appropriés permet d'obtenir une réflexion nulle à une longueur d'onde donnée. Il s'agit donc là d'une structure parfaite et réellement minimale. Toutefois, ceci impose que l'indice de la couche en question soit égal à la racine carrée de l'indice du substrat. Or, dans le domaine du visible et du proche infrarouge, les indices des verres sont souvent proches de 1,50 ; ce qui nécessiterait l'emploi d'une couche d'indice voisin de 1,22 ; valeur qu'il n'est pas possible d'atteindre à l'aide de matériaux présentant une structure homogène. C'est la raison pour laquelle de nombreux travaux ont été réalisés pour développer des couches poreuses de très bas indice (jusqu'à 1,05) ou pour réaliser des nano-structurations de la face du substrat permettant d'obtenir

une transition adiabatique entre l'indice de ce substrat et celui du milieu extérieur [24, 25].

Une autre voie possible pour obtenir un antireflet monochromatique consiste à *synthétiser* cette valeur particulière d'indice à l'aide d'un empilement de deux couches de matériaux présentant des indices différents de ceux du substrat et du milieu extérieur et dont les épaisseurs sont optimisées [26, 27].

Pour élargir la plage de longueurs d'onde sur laquelle ce traitement est efficace, on peut soit rajouter des couches demi-ondes à la longueur d'onde de centrage de la première structure, soit introduire un troisième matériau d'indice intermédiaire. On désigne habituellement ce type de traitement antireflet par la lettre qui représente le mieux leur profil spectral de transmission, et on parlera ainsi de *V-coating*, de *W-coating* ou encore de *V-W-coating*, suivant que le comportement antireflet est obtenu sur une, deux ou trois longueurs d'onde différentes.

1.3.4 Filtre bord de bande

Les filtres passe-haut et passe-bas font partie du groupe des fonctions bord de bande, et sont aussi appelés filtres *dichroïques*. La structure de base d'un filtre bord de bande repose sur la répétition d'un empilement symétrique de matériaux haut et bas indice, la brique la plus simple pour la réalisation de ce type de fonction étant de la forme *H 2B H*, les matériaux haut et bas indice pouvant évidemment être intervertis.

Une telle séquence d'empilement symétrique peut être assimilée à une seule couche et est décrite analytiquement par un indice équivalent n_e [28].

Pour réduire les oscillations éventuelles de transmission dans la partie passante du filtre, on complète sa formule avec des structures antireflet permettant d'adapter l'impédance de la couche équivalente avec le milieu incident d'une part et le substrat d'autre part. Par conséquent, la formule optimisée d'un filtre bord de bande composé d'un matériau haut indice *H* et bas indice *B* est définie par :

$$\text{Substrat} |AR_{n_s \rightarrow n_e} (H 2B H)^p AR_{n_e \rightarrow n_0}| \text{ Air}$$

où n_s désigne l'indice du substrat et n_0 celui du milieu extérieur incident (air).

Il est d'autre part possible de montrer que la transmission dans la partie bloquante d'un filtre bord de bande varie en raison inverse du carré du nombre p de couches équivalentes, et que c'est donc en agissant sur ce paramètre que l'on optimisera les performances en réjection du filtre.

1.3.5 Filtre de *notch*

Un filtre de *notch* a pour principale caractéristique de *bloquer* une bande spectrale étroite (typiquement de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres) centrée sur une longueur d'onde particulière λ_0 et de laisser passer toutes les autres longueurs d'onde sur un domaine spectral très étendu (typiquement de 400 nm à 2000 nm). Dans une certaine mesure, il présente un profil spectral complémentaire de celui d'un filtre passe bande, et c'est la raison pour laquelle on le désigne parfois sous l'appellation de *filtre inverse*.

Contrairement au vocabulaire utilisé dans le cas du filtre sélectif reposant sur une architecture FABRY-PEROT, la bande passante est ici définie comme l'intervalle où les propriétés du filtre sont spécifiées (que ce soit en termes de réjection ou de transmission) et la largeur du domaine bloquant est quant à elle appelée bande de *notch*.

Les performances en réjection de ce type de filtre sont usuellement spécifiées en densité optique (ou OD, pour *Optical Density*). Par exemple, un *notch* supérieur à OD5 signifie que la transmission dans la bande de *notch* est inférieure à 10^{-5} . De plus, ils peuvent présenter, sur leur domaine spectral de fonctionnement, plusieurs bandes de réjection, et l'on parlera alors de *Multi Notch Filter* (MNF), par opposition à *Single Notch Filter* (SNF) qui désigne les filtres ne présentant qu'une seule bande de réjection.

Les premiers filtres de *notch* ont fait appel à un design particulier désigné sous l'appellation de *rugate* [29], et dans lequel le profil d'indice du filtre ne varie pas de manière brutale entre les deux valeurs extrêmes correspondant aux matériaux haut et bas indices, mais de manière continue entre ces deux valeurs extrêmes. La méthode de dépôt utilisé dans ce cas fait appel à la co-évaporation de deux matériaux [30] permettant d'obtenir un matériau mixte de formule H_xB_{1-x} dont l'indice $n(x)$ dépend de la fraction x de matériau haut indice.

Plus récemment, il a également été démontré la possibilité de réaliser de tels filtres de *notch* en utilisant la méthode de l'indice équivalent d'une structure élémentaire à trois couches [33]. Cette méthode permet d'utiliser le formalisme quart d'onde habituel, la formule de ce filtre s'écrivant alors :

$$\text{Substrat } |(aH b2B cH)^p| \text{ Air}$$

où a , b et c désignent des coefficients dont les valeurs sont choisies de manière à minimiser l'amplitude des oscillations (*ripples*) apparaissant dans la bande de transmission, et p le nombre de périodes de la couche équivalente. Ainsi, la largeur de bande du *notch* et son niveau de réjection seront respectivement fonction du contraste d'indices entre les deux matériaux et de la valeur de la période p . On peut en effet montrer que la largeur $\Delta\lambda$ de la bande de *notch* est définie par la même expression que celle de la bande passante d'une structure FABRY-PEROT, et que le niveau de réjection est quant à lui défini par :

$$T_m = 2 \frac{n_H}{n_B} \log \frac{n_H}{n_B} - \log \frac{16n_s}{(1 + n_s)^2 + [n_s/(n_H - n_B)]^2} \quad (1.9)$$

où n_s désigne l'indice du substrat, le milieu incident étant de l'air d'indice $n_0 = 1$.

La fabricabilité de ce type de filtre *extrême* a en particulier été démontrée à l'aide du procédé de dépôt PARMS présenté au paragraphe 1.2.4.

1.4 Méthodes de contrôle *in situ*

Nous décrirons dans cette section, d'une part les méthodes dites directes (contrôle optique monochromatique et contrôle optique large bande), et d'autre part les méthodes dites indirectes (contrôle au temps, contrôle par microbalance à quartz), en commençant par ces dernières.

1.4.1 Contrôle par microbalance à quartz

Cette méthode est basée sur la mesure de l'évolution de la fréquence de résonance d'un transducteur en quartz en fonction de la masse de matière déposée à sa surface.

En première approche, nous pouvons considérer ce transducteur en quartz comme une lame d'étendue infinie et d'épaisseur e_q . La vibration de cette lame peut alors se voir comme la propagation d'une onde acoustique de période $\lambda = 2e_q$. Alors la vitesse de propagation de l'onde est donnée par :

$$v_q = \lambda F_q \quad (1.10)$$

où F_q est la fréquence de vibration. L'épaisseur du cristal s'écrit donc :

$$e_q = \frac{v_q}{2 F_q} \quad (1.11)$$

Si on introduit d'autre part la masse par unité de surface m_q de ce cristal de quartz, celle-ci est reliée à la densité volumique ρ_q de ce même cristal par :

$$m_q = \rho_q e_q \quad (1.12)$$

d'où, d'après (1.10) et (1.11) :

$$m_q = \frac{\rho_q v_q}{2 F_q} \quad (1.13)$$

En calculant la dérivée logarithmique de la relation (1.13), on a :

$$\frac{dm_q}{m_q} = \frac{d\rho_q}{\rho_q} + \frac{dv_q}{v_q} - \frac{dF_q}{F_q} \quad (1.14)$$

Si l'on suppose que le dépôt de matériau ne modifie ni la densité du quartz, ni la vitesse de propagation de l'onde acoustique, on peut en déduire :

$$\frac{\Delta m_q}{m_q} = \frac{m_c}{m_q} = -\frac{\Delta F_q}{F_q} \quad (1.15)$$

où l'on a identifié la variation de la densité surfacique de masse du cristal avec celle de la couche déposée.

On en déduit aussitôt, en utilisant (1.11) :

$$\frac{\Delta F_q}{F_q} = -\frac{2 F_q}{\rho_q v_q} m_c \quad (1.16)$$

Soit enfin :

$$m_c = -\frac{\rho_q v_q}{2} \frac{\Delta F_q}{F_q^2} \quad (1.17)$$

Si les valeurs de ρ_q et v_q sont prises comme constantes, alors la quantité $A = \rho_q v_q / 2$ est également constante et la densité surfacique de masse associée au dépôt de la couche a pour expression :

$$m_c = -A \frac{\Delta F_q}{F_q^2} \quad (1.18)$$

Nous obtenons finalement une relation simple entre l'épaisseur de la couche déposée e_c et la variation ΔF_q de la fréquence du quartz, soit :

$$e_c = -\frac{A}{\rho_c} \cdot \frac{\Delta F_q}{F_q^2} \quad (1.19)$$

Cette relation simple est confirmée par l'expérience si le rapport de la masse déposée à la masse du quartz m_c/m_q n'excède pas 2%. Au-delà le comportement devient non-linéaire.

Le cristal de quartz est par ailleurs sensible à la température. D'une manière générale, un élément de volume taillé dans le cristal brut a une dépendance quadratique de sa fréquence d'oscillation F_q en fonction de la variation de température δT , telle que :

$$\delta F_q = -\alpha F_0 \delta T^2 \quad (1.20)$$

F_0 étant la fréquence propre d'oscillation du quartz. Toutefois, il existe une coupe particulière pour laquelle le cristal présente une plus faible dérive de sa fréquence d'oscillation. Dans cette configuration, la variation de $\delta F_q/F_0$ en fonction de la variation de température est de type cubique. Dans ce cas, une variation de température de 1°C se traduit par une variation de fréquence de 5 Hz lorsque le cristal de quartz oscille spontanément à 5 MHz. Il est aisé d'imaginer que si la température n'est pas constante, cette variation de fréquence sera interprétée comme une variation de masse (et donc d'épaisseur). Le dispositif de contrôle par balance à quartz est par conséquent stabilisé en température par un système de refroidissement à circulation d'eau.

Reprenons l'expression de la masse (1.18). Celle-ci montre que, pour une très faible variation de la masse, ΔF_q et m_c sont proportionnels, car F_q varie peu. On peut donc définir un coefficient de sensibilité s de la microbalance à partir de cette relation en écrivant :

$$\Delta F_q = -s m_c \quad \text{avec} \quad s = \frac{F_q^2}{A} \quad (1.21)$$

Pour un quartz résonant à 5 MHz au départ du dépôt, on aura : $s_1 = (5.10^6)^2/A$, alors que, lorsque cette fréquence de résonance aura évolué de 1 kHz par exemple, la nouvelle sensibilité s'écrira : $s_2 = (5.10^6 - 1.10^3)^2/A$, soit une variation de sensibilité Δs définie par :

$$\frac{\Delta s}{s} = \frac{s_1 - s_2}{s_1} = 4.10^{-4} \quad (1.22)$$

La sensibilité du transducteur varie donc en fonction de la masse déposée. Plus il y aura de matériau déposé à la surface de la microbalance, et plus il sera difficile de détecter de faibles variations d'épaisseur.

Pour se rendre compte de la sensibilité de cette méthode de contrôle, nous pouvons effectuer un calcul rapide de cette dernière. Une variation de la fréquence d'oscillation de 1 Hz correspond à une variation de masse de $1,9.10^{-8}$ g. La surface traitée étant typiquement de 1 cm², la sensibilité s est donc de $0,5.10^8$ Hz cm² g⁻¹. Si on suppose que cette variation de 1 Hz est produite par le dépôt d'une couche homogène de SiO₂ de densité 2,65; alors l'épaisseur de cette couche aura pour valeur typique 0,4 Å. De tels chiffres montrent tout l'intérêt théorique du contrôle par microbalance à quartz.

Mais ce contrôle par microbalance à quartz étant un contrôle indirect, il ne constitue pas une copie parfaite de ce qui se passe à la surface du substrat à traiter. En effet, l'échantillon et le cristal ne se trouvent jamais sur le même axe et, suivant les techniques de dépôt utilisées, la géométrie de l'inductrice d'émission aura une influence sur le ratio Q entre la quantité de matière déposée sur le substrat et celle déposée sur le quartz de contrôle. Par conséquent, comme lors du dépôt la matière n'est pas émise de façon identique dans toutes les directions, la connaissance des positions relatives des différents éléments (sources, cibles, substrats, quartz, *etc.*) dans l'enceinte apparaît comme une donnée importante pour la détermination de l'épaisseur.

Si on suppose que la cible (ou le creuset) se comporte comme une source ponctuelle, ce rapport Q aura pour expression :

$$Q = \frac{H^2[(h^2 + r^2 + \rho^2)^2 - 4r^2\rho^2]^{3/2}}{h^2(H^2 + R^2)^2(h^2 + r^2 + \rho^2)} \quad (1.23)$$

où H désigne la distance entre les plans source et quartz ; R la distance entre les axes source et quartz ; h la distance entre les plans source et substrat ; r la distance entre les axes source et substrat ; et ρ la distance entre les axes porte-échantillon et échantillon [31].

Si $Q = 1$, le quartz *voit* la même quantité de matière déposée que le verre témoin. Cependant, l'expérience montre que ce n'est en général pas le cas et que, la plupart du temps, on a $Q \geq 1,5$. Autre différence par rapport à une méthode de contrôle qui s'effectuerait directement sur le verre témoin, la température à la surface du quartz ne sera pas la même que celle de l'échantillon traité.

1.4.2 Contrôle au temps

Le *contrôle au temps* d'un procédé de dépôt fait partie des méthodes de contrôle indirect. En effet, il consiste à réaliser le dépôt d'une ou de plusieurs couches d'un même empilement en arrêtant leur dépôt à l'aide d'une horloge sur une simple indication de durée. L'utilisation d'un tel critère d'arrêt nécessitera que soit réalisée durant le même *run* une calibration de la vitesse de dépôt du ou des matériaux concernés effectuée sur la base d'un monitoring optique direct.

Le procédé de traitement DIBS nous permet heureusement d'obtenir des vitesses de dépôt très stables durant un même *run*, et même sur plusieurs *runs* consécutifs. Les facteurs susceptibles d'affecter cette vitesse de dépôt sont bien évidemment la puissance appliquée au canon de pulvérisation, mais aussi la qualité du vide à l'intérieur de l'enceinte et sa stabilité durant le dépôt, ou encore la *propreté* du canon de pulvérisation qui se dégrade spontanément en fonction de l'épaisseur cumulée de matière déposée.

On peut être conduit à avoir recours à un contrôle au temps dans certaines situations particulières, comme par exemple le suivi du dépôt d'un miroir de BRAGG à grand nombre de couches à sa longueur d'onde de centrage ou le contrôle du dépôt d'une couche d'adaptation (ou de couplage) entre deux cavités résonnantes FABRY-PEROT empilées en cascade.

Dans la première situation, ce sera la diminution progressive du signal de contrôle causée par l'augmentation de la réflectivité de l'empilement en fonction du nombre de couches

déposées qui rendra nécessaire le passage d'un contrôle optique à un contrôle au temps. Considérons à titre d'exemple le cas d'un miroir de BRAGG à 21 couches alternées haut et bas indice, et désignons par p le rang de la couche à partir duquel le bruit de détection devient supérieur ou égal au signal mesuré à la longueur d'onde de centrage λ_0 , soit :

$$T(\lambda_0, p)P_0 = [1 - R(\lambda_0, p)]P_0 \geq \sigma_P \quad (1.24)$$

où P_0 désigne le flux détecté lorsque la transmission de l'empilement est de 100%, et σ_P la puissance équivalente au bruit. Sachant que la réflectivité du miroir en fonction du rang p a pour expression approchée [10] :

$$R(\lambda_0, p) \approx 1 - 4 \frac{n_0 n_s}{n_H^2} \left(\frac{n_B}{n_H} \right)^{p-1} \quad (1.25)$$

on peut, en faisant l'hypothèse que le milieu extérieur est de l'air ($n_0 = 1$) et que le matériau B a un indice proche de celui du substrat ($n_B \simeq n_s$), reformuler la condition (1.24) de la manière suivante :

$$4 \frac{n_B^p}{n_H^{p+1}} \geq \frac{\sigma_P}{P_0} \quad (1.26)$$

Reprenons à titre d'exemple le cas d'un miroir de BRAGG réalisé à partir de couches de pentoxyde de tantale ($n_H = 2,13$) et de silice ($n_B = 1,45$). Le nombre p de couches qui pourront être contrôlées par voie optique dépendra de la longueur d'onde de centrage du miroir et de la valeur minimale assignée au rapport signal à bruit, comme illustré sur la Figure 1.4. Pour un rapport signal à bruit de 2, ce nombre p ne pourra excéder 12. Pour terminer la fabrication du miroir M_{21} au-delà de la couche de rang p , il ne sera plus possible d'avoir recours à un suivi optique à la longueur d'onde de centrage.

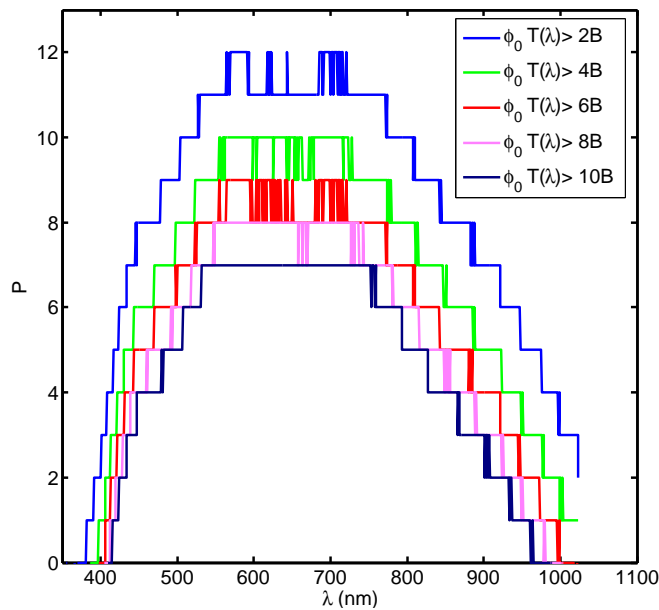


FIGURE 1.4 – Évolution du nombre maximal de couches pouvant être contrôlées par voie optique en fonction de la longueur d'onde et de la valeur minimale assignée au rapport signal à bruit.

L'une des stratégies possibles consiste alors à noter les durées de dépôt de chaque matériau H et B jusqu'à la couche de rang p , puis de réaliser le dépôt des couches restantes au temps, en utilisant les valeurs moyennes \bar{t}_H et \bar{t}_B de ces durées.

Dans la seconde situation que nous avons évoquée (réalisation d'une couche d'adaptation bas indice entre deux cavités successives), ce sont les variations intrinsèques de la transmission $T(\lambda_0, t)$ qui sont trop faibles pour rendre possible l'emploi d'un suivi optique à cette longueur d'onde. La stratégie adoptée sera identique à celle que nous venons de décrire dans la cas du miroir de BRAGG : la durée de dépôt de la couche d'adaptation sera définie à partir des valeurs moyennes des temps de dépôts des premières couches de l'empilement FABRY-PEROT.

Bien évidemment, la robustesse de ce type de stratégie n'est garantie que si l'on dispose d'une technologie de dépôt stable telle que le DIBS.

1.4.3 Contrôle optique monochromatique

On désigne par contrôle optique monochromatique (en anglais, MM pour *Monochromatic Monitoring*) tout contrôle réalisé à partir de la mesure de l'évolution de la transmission d'une couche à une longueur d'onde unique en fonction du temps ou, ce qui revient au même si la vitesse de dépôt est constante, de l'épaisseur. Nous distinguerons ici la longueur d'onde de *centrage* notée λ_0 de la longueur d'onde de *contrôle* notée λ_c .

Dans la majorité des cas, lorsque l'empilement est composé de couches quart d'onde, la longueur d'onde de contrôle est identique à la longueur d'onde de centrage. Mais parfois, lorsque l'empilement n'est pas composé de couches exactement quart d'onde ou demi onde à λ_0 , il arrive que l'on utilise autant de longueurs d'onde de contrôle λ_c que de couches.

On a coutume de distinguer deux variantes principales de contrôle optique monochromatique, suivant que l'information utilisée pour l'arrêt de couche est la dérivée de la transmission à la longueur d'onde de contrôle (*Turning Point Monitoring*) ou la coïncidence entre la valeur de cette transmission et une valeur prédéfinie (*Trigger Point Monitoring*).

1.4.3.1 *Turning Point Monitoring*

Considérons une couche mince d'épaisseur e et d'indice de réfraction n , différent de celui n_s du substrat sur lequel elle est déposée. En utilisant le formalisme des couches minces optiques, il est possible de montrer (cf. Chapitre 2) que la transmission de la structure {substrat + couche} à la longueur d'onde λ_0 est égale à celle du substrat nu lorsque l'épaisseur optique ne de cette couche est un multiple entier de $\lambda_0/2$. On parle alors de couche *absente* à la longueur d'onde λ_0 . A l'inverse, lorsque l'épaisseur optique de cette couche est un multiple entier impair de $\lambda_0/4$, la transmission de la structure {substrat + couche} est minimale et d'autant plus faible que le rapport n/n_s est grand.

Ainsi, durant la croissance de la couche mince, son épaisseur optique passera alternativement par des états quart d'onde correspondant à des minima de transmission et par des états demi-onde correspondant à des maxima de cette même transmission. La façon la plus simple et la plus efficace de détecter le passage par un extremum de la transmission

consiste à suivre l'évolution de sa dérivée première par rapport à l'épaisseur optique ne , ou ce qui revient au même dans le cas d'un procédé comme le DIBS où vitesse de dépôt et indice sont très stables, par rapport au temps. En effet :

$$\frac{dT}{dne} = \frac{1}{n} \frac{dT}{de} = \frac{1}{n} \frac{dT}{n \, dv} = \frac{1}{nv} \frac{dT}{dt} \quad (1.27)$$

Cette méthode de suivi est usuellement désignée par l'acronyme DTE, pour *Dérivée de la Transmission par rapport à l'Épaisseur*. Dans l'ensemble de la littérature anglophone, on verra apparaître le terme de *Turning Point Monitoring*.

A partir du moment où l'on va s'intéresser à la réalisation d'empilements plus complexes qu'une simple alternance périodique de couches toutes exactement quart d'onde à une même longueur d'onde λ_0 , il sera évidemment nécessaire d'adapter cette procédure, en déterminant l'ensemble des longueurs d'onde $\lambda_c^{(p)}$ situées dans la gamme spectrale du système de contrôle *in situ*, et pour lesquelles la couche p de l'empilement est quart d'onde [32]. Dans ce cas, il existera autant de longueurs d'onde de contrôle que de couches. De plus, lorsque plusieurs longueurs d'ondes de contrôle seront envisageables pour une même couche, on sélectionnera celle qui présente le meilleur rapport signal à bruit.

A titre d'illustration, considérons un traitement antireflet centré à $\lambda_0 = 1064$ nm et uniquement composé de deux couches, la première étant du HfO_2 ($n_H = 1,97$) et la seconde du SiO_2 ($n_B = 1,45$). La formule de cet empilement s'écrit :

$$\text{Substrat } |1,5608H \ 0,7162B| \text{ Air} \quad (1.28)$$

le substrat étant ici de la silice. L'évolution de la transmission à la longueur d'onde de centrage est représentée sur la partie gauche de la Figure 1.5.

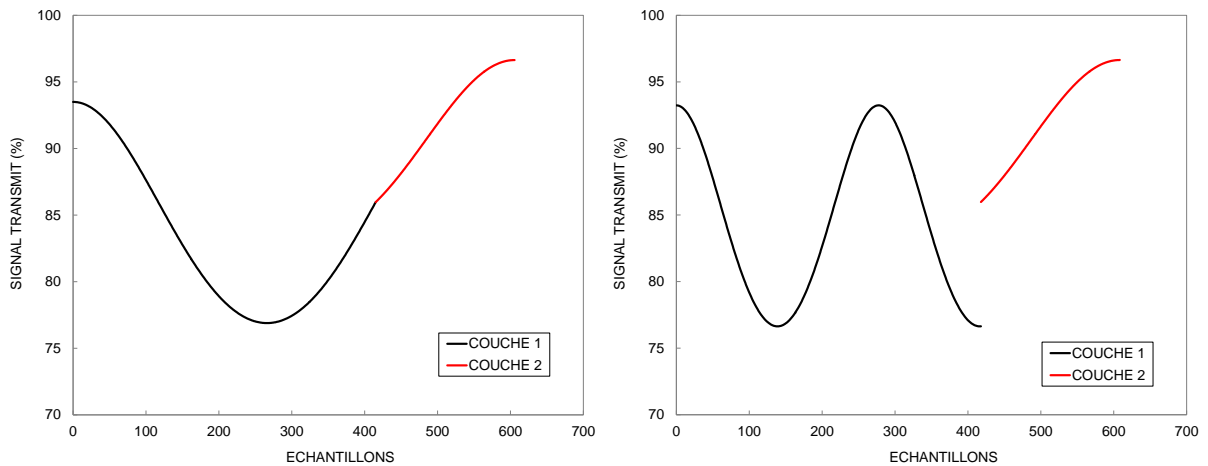


FIGURE 1.5 – Contrôle optique monochromatique de la réalisation d'un antireflet à deux couches centré à 1064 nm par méthode DTE. À gauche : contrôle de toute les couches à la longueur d'onde de 1064 nm. À droite : utilisation d'une longueur d'onde spécifique de contrôle pour chacune des couches de l'empilement (555 nm pour la première, 1064 nm pour la seconde).

On constate qu'à cette longueur d'onde, il n'est pas possible d'arrêter le dépôt de la première couche en employant le critère DTE. En effet, la valeur de la transmission à

achèvement de son dépôt ne correspond pas à un extremum, et par voie de conséquence, la dérivée par rapport à l'épaisseur ne s'y annule pas.

Néanmoins, dans l'intervalle spectral 400 nm - 1100 nm, nous pouvons trouver une autre longueur d'onde (555 nm) pour laquelle la dérivée à terminaison s'annule. Par conséquent, dans ce cas particulier de design, les longueurs d'ondes de contrôle seront $\lambda_c^{(1)} = 555$ nm et $\lambda_c^{(2)} = 1064$ nm. Le graphe de droite de la Figure 1.5 illustre les conséquences de ce changement de stratégie de contrôle.

Il peut toutefois arriver qu'un empilement contienne une ou plusieurs couches dont l'épaisseur optique n'est jamais quart d'onde dans le domaine spectral d'intérêt. Cela peut notamment se produire dans le cas de certains traitements antireflet, où le recours à des couches très fines est nécessaire à l'obtention des performances recherchées. Si aucune autre solution de synthèse n'existe à partir des matériaux disponibles, l'utilisateur devra donc avoir recours à un critère de contrôle mieux adapté, comme par exemple un contrôle au temps ou au quartz.

1.4.3.2 *Trigger Point Monitoring*

L'un des principaux inconvénients du contrôle DTE est qu'il utilise non pas le signal directement accessible à la mesure, mais sa dérivée. Or on sait qu'une opération de dérivation a un impact négatif sur le rapport signal à bruit d'une mesure. Un traitement de signal approprié (par exemple une régression linéaire appliquée aux valeurs de la dérivée au voisinage de son annulation) permet de corriger en majeure partie ce problème, sans lui apporter toutefois de solution complète et définitive.

Il semblerait donc souhaitable d'avoir recours à une stratégie de contrôle basée sur une mesure directe de transmission d'une part, et réalisée au voisinage d'un point qui maximise le rapport signal à bruit d'autre part. Cela nous conduit à rechercher non pas un zéro de la dérivée de la transmission, mais au contraire un extremum de cette même fonction, et à effectuer une comparaison directe entre la valeur mesurée de la transmission à la longueur d'onde de contrôle et celle prédite par une simulation théorique. On appelle cette technique le *Level Monitoring* ou encore le *Trigger Point Monitoring*.

Il est possible de mettre en œuvre cette méthode de manière **passive** (les longueurs d'ondes de contrôle sont dans ce cas fixées une fois pour toutes avant le démarrage du dépôt) ou **adaptative** (le jeu de longueurs d'ondes de contrôle et/ou la valeur des niveaux de déclenchement sont progressivement mis à jour pour tenir compte des erreurs réalisées sur l'arrêt des couches précédentes).

La structure de l'empilement peut conduire à ce que les variations de transmission entre le début et le fin du dépôt de certaines couches soient insuffisantes pour rendre possible leur arrêt par *Level Monitoring*. Dans ce cas, comme dans celui du *Turning Point*, il faudra alors avoir recours à d'autres stratégies de contrôle, comme le contrôle au temps ou le contrôle optique large bande.

Une autre approche possible consiste à modifier le design de l'empilement, pour, à performances terminales identiques, ne pas rencontrer ce type de problème lors de la définition des longueurs d'onde de contrôle et des niveaux d'arrêt associés. Dans le même état d'esprit, on peut faire en sorte de disposer d'un design à couches *épaisses*, de manière à ce que

l'on puisse procéder à une actualisation des niveaux de déclenchement à partir de valeurs extrémales de transmission effectivement mesurées.

Afin d'illustrer la méthodologie associée à ce mode de contrôle, reprenons l'exemple du traitement antireflet introduit au paragraphe précédent, en commençant notre analyse par la première couche. La valeur de la transmission mesurée à achèvement de son dépôt s'écrit en tout généralité :

$$T_{mes}^{(1)} = T_{th}^{(1)} + \frac{\partial T_{th}^{(1)}}{\partial e_1} \delta e_1 + \delta T_{mes}^{(1)} \quad (1.29)$$

où $T_{th}^{(1)}$ désigne la transmission théorique à achèvement, δe_1 l'erreur réalisée sur l'épaisseur de la première couche et $\delta T_{mes}^{(1)}$ l'erreur de mesure. Pour que le résultat de la mesure soit le plus proche possible de celui prédit par la théorie, il faut minimiser le second membre de l'équation (1.29), et donc satisfaire la condition suivante :

$$\frac{\partial T_{th}^{(1)}}{\partial e_1} \delta e_1 = -\delta T_{mes}^{(1)} \quad \Rightarrow \quad \delta e_1 = -\frac{1}{\partial T_{th}^{(1)}/\partial e_1} \delta T_{mes}^{(1)} \quad (1.30)$$

On constate, comme prévu, que le choix de $\lambda_c^{(1)}$ doit viser à maximiser la valeur de la dérivée de la transmission théorique par rapport à l'épaisseur de la première couche, ce qui s'écrit :

$$\left. \frac{\partial T_{th}^{(1)}}{\partial e_1} \right|_{\lambda_c^{(1)}} \quad \text{maximale} \quad (1.31)$$

Supposons maintenant que l'on soit en mesure d'estimer l'erreur de réalisation δe_1 . Alors la transmission mesurée à achèvement du dépôt de la seconde couche a pour expression :

$$T_{mes}^{(2)} = T_{th}^{(2)} + \frac{\partial T_{th}^{(2)}}{\partial e_2} \delta e_2 + \delta T_{mes}^{(2)} + \frac{\partial T_{th}^{(2)}}{\partial e_1} \delta e_1 \quad (1.32)$$

On en déduit l'expression de δe_2 , dans le cas où l'on cherche à minimiser l'erreur de réalisation :

$$\delta e_2 = -\frac{1}{\partial T_{th}^{(2)}/\partial e_2} \left(\delta T_{mes}^{(2)} + \frac{\partial T_{th}^{(2)}}{\partial e_1} \delta e_1 \right) \quad (1.33)$$

On voit que l'on a à nouveau intérêt à maximiser la valeur de la dérivée de la transmission à achèvement par rapport à l'épaisseur de la seconde couche, mais que l'on doit en outre respecter une seconde condition, à savoir :

$$\frac{\partial T_{th}^{(2)}}{\partial e_2} \gg \frac{\partial T_{th}^{(2)}}{\partial e_1} \quad (1.34)$$

sauf à se trouver confronté à un phénomène d'amplification progressive de l'erreur de réalisation.

La Figure 1.6 présente les variations de transmission enregistrées par le système de contrôle optique monochromatique lors du dépôt des deux couches de l'empilement antireflet. On notera d'une part que les arrêts correspondent l'un et l'autre à des points maximisant la dérivée de la transmission par rapport au temps, et que le choix des longueurs d'onde effectué rend possible une éventuelle actualisation des niveaux d'arrêt grâce à la présence d'extrema de la transmission durant le dépôt de chacune des couches.

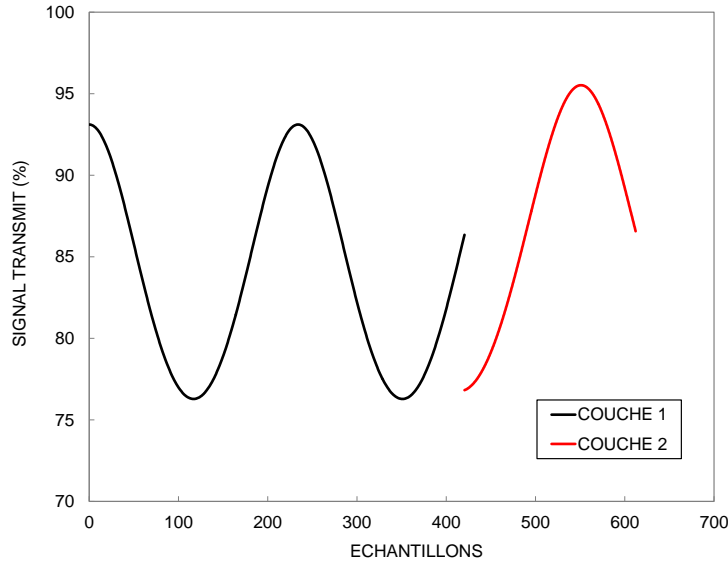


FIGURE 1.6 – Contrôle optique monochromatique de la réalisation d’un antireflet à deux couches centré à 1064 nm par *Level Monitoring*. Longueurs d’onde de contrôle : 468 nm pour la première couche, 543 nm pour la seconde.

1.4.4 Contrôle optique large bande

On appelle contrôle optique large bande (en anglais BBM, pour *Broad Band Monitoring*) une méthode permettant de suivre l’évolution des propriétés optiques d’un empilement au fur et à mesure de sa croissance sur un nombre important de longueurs d’onde acquises simultanément.

La Figure 1.7 montre, à titre d’exemple, l’évolution de la transmission spectrale d’une structure {substrat + empilement} en fonction de l’épaisseur totale déposée, lorsque l’empilement est constitué par une cavité FABRY-PEROT double centrée à 520 nm. Le suivi large bande, ici sur le domaine de longueurs d’onde compris entre 460 nm et 610 nm, permet de se rendre compte de la façon dont évolue la dépendance spectrale du flux transmis au fur et à mesure de la construction du filtre. Ceci montre clairement la puissance d’un tel outil pour le pilotage et la caractérisation *in situ* d’un empilement en cours de dépôt.

L’avènement de cette méthode est directement lié à celle des réseaux linéaires de détecteurs bas bruit, que ce soit des capteurs de type CCD (*Charge Coupled Device*) ou des réseaux de photodiodes (PDA, *PhotoDiode Array*). Alors que les méthodes de contrôle monochromatique sont basées sur la détection par une photodiode unique du flux filtré par un monochromateur, la méthode large bande utilise la diffraction de ce même flux par un réseau et sa projection sur une matrice de détecteurs pour rendre possible la mesure échantillonnée de sa densité spectrale en un grand nombre de longueurs d’onde régulièrement réparties sur un domaine spectral défini conjointement par les caractéristiques du réseau de diffraction, celles du système optique de projection et enfin, celles du réseau linéaire de détecteurs.

Le nombre de points de mesure est usuellement compris entre 256 et 4096, tandis que les matériaux utilisés pour les détecteurs sont habituellement du silicium (Si) pour la bande

300 nm - 1100 nm, ou de l'arséniure d'indium et de gallium (InGaAs) pour la bande 900 nm - 1700 nm (avec extension possible jusqu'à 2200 nm). Les temps d'intégration peuvent aller de plusieurs secondes (dans le cas de détecteurs refroidis) à quelques milli-secondes.

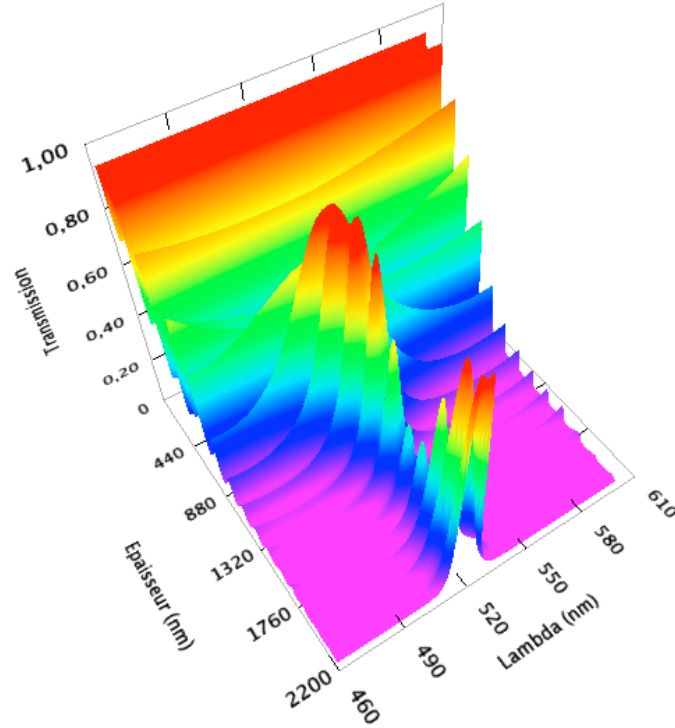


FIGURE 1.7 – Évolution large bande de la transmission d'un filtre passe-bande de type double cavités FABRY-PEROT centré à la longueur d'onde de 520 nm.

L'algorithme de contrôle optique large bande repose sur la minimisation d'une fonction de mérite entre une réponse spectrale issue d'une acquisition et une réponse spectrale calculée à partir d'un modèle. Plus la mesure expérimentale sera proche de la théorie et plus la fonction de mérite tendra vers 0. Dans le cas où l'on suit la variation de la transmission d'une couche, alors, l'écart quadratique moyen entre la valeur mesurée $T_{\text{mes}}(\lambda_i)$ et la réponse théorique $T_{\text{th}}(\lambda_i, n, e)$ sera défini par la fonction de mérite χ pour une épaisseur e et un indice n donnés :

$$\chi(n, e) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [T_{\text{mes}}(\lambda_i, t) - T_{\text{th}}(\lambda_i, n, e)]^2} \quad (1.35)$$

où N désigne le nombre d'échantillons spectraux utilisés pour la comparaison.

L'approche décrite par la relation (1.35) peut être utilisée de plusieurs manières :

- à tout instant t du dépôt, on dispose d'un jeu de N mesures de transmission, et on recherche, pour une dépendance spectrale de l'indice de réfraction définie *a priori*, la valeur de l'épaisseur e qui minimise la fonction de mérite $\chi(e)$. Ceci donne accès à un suivi temps réel de l'épaisseur $e(t)$ et à une mesure de la valeur instantanée de la vitesse de dépôt $v(t)$. On dispose ainsi d'un véritable *quartz optique*, mais aussi d'un moyen de réactualiser en temps réel la valeur de la vitesse moyenne de dépôt de chaque matériau, quelle que soit l'épaisseur de la couche déposée (il

n'est pas nécessaire qu'elle soit quart d'onde).

Ceci rend également possible le déclenchement de l'arrêt de la couche lorsque la valeur de l'épaisseur est en accord avec celle définie par le design.

- une fois achevé le dépôt d'une couche, on est capable de déterminer la valeur effective de l'épaisseur déposée et d'introduire cette valeur, ainsi que celles correspondant aux couches déjà déposées, dans un logiciel de design, et de prédire ainsi la performance prévisionnelle du filtre, à achèvement complet du dépôt. Soit le résultat ainsi prédit est satisfaisant, et le dépôt peut se poursuivre en l'état, soit les erreurs cumulées sont trop importantes et on peut envisager de rechercher les évolutions d'épaisseur des couches restant à déposer qui permettent de récupérer une performance à achèvement en accord avec les spécifications du filtre.

Dans tous les cas, il est possible de procéder à une actualisation des critères d'arrêt des couches restant à déposer, quelle que soit la nature des méthodes de contrôle utilisées (temps, monochromatique ou large bande).

- on peut dédier le dépôt d'une couche à la détermination de ses constantes optiques, dans des conditions aussi représentatives que possible de celles d'un dépôt réel. Dans ce cas, la couche sera d'épaisseur relativement importante (par exemple entre 5 et 7 épaisseurs quart d'onde) afin de pouvoir disposer de données suffisamment discriminantes en termes de détermination d'indice et d'épaisseur.

Lorsque les épaisseurs des couches d'un filtre sont suffisamment importantes, il est également envisageable de réaliser cette détermination d'indice au cours de la fabrication de ce filtre, et d'identifier ainsi une éventuelle dérive de la base d'indice utilisée.

1.5 Objectifs et démarche

Maintenant que nous avons une meilleure perception de l'ensemble du contexte, il nous est possible de définir les objectifs, tant généraux qu'immédiats, de ce travail de thèse.

Les deux types de contrôle optique que nous avons décrits au paragraphe 1.4 présentent chacun des limitations que leur *emploi simultané* permettrait de contourner. Ainsi le contrôle optique large bande rend possible, sous hypothèse d'indice, une détermination temps réel de l'épaisseur de chaque couche, et donc, une réoptimisation en ligne de la stratégie de contrôle des couches restant à déposer. Ceci rendrait également possible l'abandon complet du contrôle au quartz, qui pourrait être avantageusement remplacé par ce même contrôle large bande (*quartz optique*).

On conçoit ainsi l'intérêt qu'il y aurait à développer un **contrôle multicritère à dominante optique**, associant contrôle optique monochromatique, contrôle optique large bande et contrôle au temps. C'est l'objectif général dans lequel notre travail s'inscrit.

Mais tout ceci repose, comme indiqué plus haut, sur une hypothèse de connaissance aussi précise que possible des constantes optiques des matériaux utilisés. Il s'avère donc de la première importance de montrer comment l'utilisation de ce même contrôle optique est susceptible de donner accès d'abord à leur mesure, dans des conditions variées de dépôt (épaisseurs notamment), puis éventuellement à leur suivi temps réel. Voici formulé notre objectif immédiat.

Une fois ces objectifs connus, la structure de cette thèse en découle : nous allons commencer (**Chapitre 2**) par rappeler les concepts de base qui permettent de décrire les propriétés optiques d'un empilement réduit à une ou deux couches (c'est en effet la situation qui correspond à la phase de détermination d'indice des matériaux en couches minces), puis présenter en détail (**Chapitre 3**) la structure et les performances du système de contrôle que nous avons tout d'abord développé, puis implanté sur la machine DIBS de l'Institut FRESNEL, en accordant une attention toute particulière à l'étude de la cohérence des données acquises en parallèle par les deux types de contrôle optique, et enfin utiliser ce nouveau moyen pour déterminer *in situ* (**Chapitre 4**) les propriétés d'indice de matériaux en couches minces (nous nous sommes dans un premier temps concentrés sur le pentoxyde de tantale). Il sera alors temps pour nous de conclure et de définir les perspectives ouvertes par ce travail (**Chapitre 5**).

Chapitre 2

Propriétés optiques d'un empilement

Sommaire

2.1	Approche théorique générale	30
2.1.1	Indice effectif d'un milieu	30
2.1.2	Admittance complexe	31
2.1.3	Coefficient de réflexion	32
2.1.4	Coefficient de transmission	33
2.1.5	Substrat d'épaisseur finie	34
2.2	Évolution de la transmission d'un empilement en fonction de l'épaisseur de la dernière couche déposée	38
2.2.1	Remarque liminaire	38
2.2.2	Cas transparent	38
2.2.3	Cas absorbant	45
2.3	Détermination d'indice	49
2.3.1	Problématique	49
2.3.2	Méthode des enveloppes	51
2.3.3	Optimisation Globale	55
2.3.4	Mesures <i>in situ</i>	61

2.1 Approche théorique générale

2.1.1 Indice effectif d'un milieu

Considérons deux milieux semi-infinis, d'indices de réfraction respectivement égaux à n_0 (milieu incident) et n_s (substrat) et dont l'interface frontière est constituée par le plan xOy . Cette interface est éclairée par une onde plane monochromatique, de longueur d'onde λ , dont le vecteur d'onde \vec{k} fait un angle θ_0 avec l'axe z , comme représenté à la Figure 2.1.

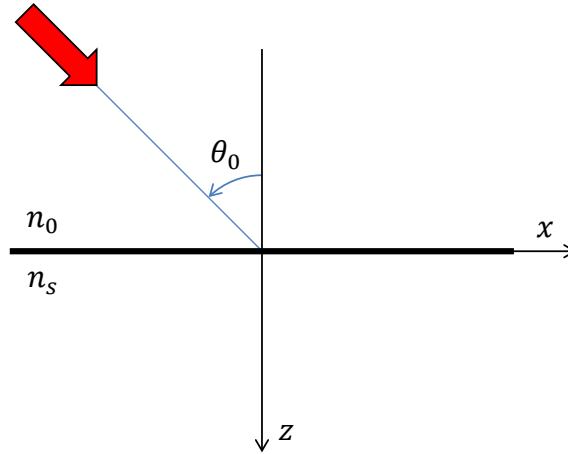


FIGURE 2.1 – Onde plane monochromatique arrivant sous incidence θ_0 sur une interface plane entre deux milieux semi-infinis, d'indices de réfraction n_0 et n_s .

En l'absence de charges et de courants de surface, les composantes tangentielles des champs électrique $\vec{\mathcal{E}}^+$ et magnétique $\vec{\mathcal{H}}^+$ associés à cette onde plane progressive sont continues à la traversée de cette interface et reliées dans chacun des milieux semi-infinis par la relation de proportionnalité suivante [34] :

$$\vec{\mathcal{H}}_{\text{tg}}^+ = \tilde{n} \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg}}^+ \quad (2.1)$$

où \tilde{n} désigne l'**indice effectif** du milieu considéré.

Cet indice effectif est fonction de l'état de polarisation de la lumière et défini par la relation générale suivante :

$$\tilde{n} = \frac{1}{\eta_0 \mu_r} \begin{cases} n\alpha/k & \text{en polarisation TE} \\ nk/\alpha & \text{en polarisation TM} \end{cases} \quad (2.2)$$

où η_0 désigne l'impédance du vide ($\eta_0 = \sqrt{\mu_0/\epsilon_0}$), μ_r la perméabilité magnétique relative du milieu considéré, n son indice de réfraction, k le module du vecteur d'onde dans ce milieu ($k = 2\pi n/\lambda$) et α une quantité définie par :

$$\alpha^2 = k^2 - \sigma^2 \quad \text{avec} \quad \sigma = k_0 \sin \theta_0 = \frac{2\pi}{\lambda} n_0 \sin \theta_0 \quad (2.3)$$

Si l'onde plane considérée était à l'inverse rétrograde (propagation dans la direction des $z < 0$), le coefficient de proportionnalité entre composantes tangentielles des champs

électrique et magnétique serait de même module, mais de signe opposé à celui introduit dans le cas d'une onde progressive, soit :

$$\vec{\mathcal{H}}_{\text{tg}}^- = -\tilde{n} \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg}}^- \quad (2.4)$$

2.1.2 Admittance complexe

On suppose maintenant que l'interface entre milieu extérieur et substrat est recouvert par un empilement de p couches minces optiques d'épaisseurs e_j et d'indices de réfraction n_j ($j = 1$ à p), comme représenté à la Figure 2.2.

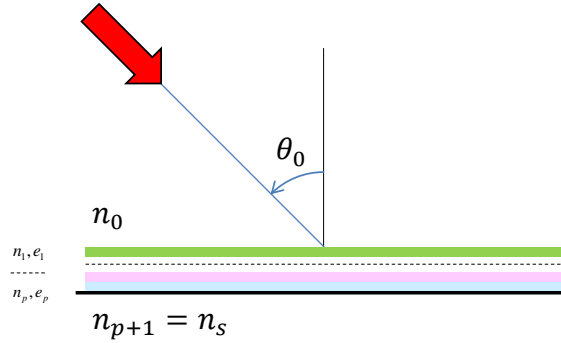


FIGURE 2.2 – Onde plane monochromatique arrivant sous incidence θ_0 sur un empilement de couches minces optiques déposées sur une interface plane entre deux milieux semi-infinis, d'indices de réfraction n_0 et n_s .

Les multiples interfaces associées à ce milieu stratifié génèrent une multitude d'ondes progressives et rétrogrades, et donc la création d'ondes stationnaires dans l'épaisseur de chaque couche élémentaire.

On est ainsi amené à généraliser la notion d'indice effectif à la situation ainsi créée [34], en introduisant pour ce faire la notion d'**admittance complexe** de l'interface de rang j , c'est-à-dire le coefficient de proportionnalité entre composantes tangentielles des champs électrique et magnétique sur cette interface, soit :

$$\vec{\mathcal{H}}_{j,\text{tg}} = Y_j \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{j,\text{tg}} \quad (2.5)$$

Les admittances complexes des différentes interfaces peuvent être calculées en utilisant la relation de récurrence suivante :

$$Y_{j-1} = \frac{Y_j \cos \delta_j - i\tilde{n}_j \sin \delta_j}{\cos \delta_j - i(Y_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j} \quad (2.6)$$

où δ_j correspond au déphasage accumulé lors de la traversée de la couche de rang j :

$$\delta_j = \alpha_j e_j \quad \text{avec} \quad \alpha_j^2 = k_j^2 - \sigma^2 \quad (2.7)$$

Cette relation nous permet de calculer l'admittance de l'interface $j - 1$ connaissant celle de l'interface j . Il nous reste donc à initialiser cette relation de récurrence, et pour cela, il nous faut une admittance connue. Celle-ci est donnée par le substrat, qui est le seul

milieu où l'onde est progressive (et donc non stationnaire). L'admittance du substrat est donc égale à son indice effectif ($Y_p = \tilde{n}_{p+1} = \tilde{n}_s$).

L'application de la relation de récurrence (2.6) nous permet ensuite de remonter jusqu'à la valeur Y_0 de l'admittance de la première interface du multicouche, dont la connaissance est nécessaire au calcul du coefficient de réflexion de l'empilement.

On notera que la valeur de ces admittances complexes dépend de la manière dont on initialise la relation de récurrence, et donc des conditions d'illumination de l'empilement. Nous serons conduits à y revenir lorsque nous nous intéresserons au cas d'un substrat d'épaisseur finie (paragraphe 2.1.5.2).

2.1.3 Coefficient de réflexion

2.1.3.1 En amplitude et phase

La composante tangentielle du champ électrique à l'interface entre milieu incident et première couche a pour expression :

$$\vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}} = \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ + \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^- = \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ + r^+ \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ = (1 + r^+) \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ \quad (2.8)$$

tandis que celle du champ magnétique associée est définie par :

$$\vec{\mathcal{H}}_{0,\text{tg}} = \vec{\mathcal{H}}_{0,\text{tg}}^+ + \vec{\mathcal{H}}_{0,\text{tg}}^- \quad (2.9)$$

soit encore, en utilisant la définition de l'indice effectif et celle de l'admittance complexe :

$$Y_0 \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}} = \tilde{n}_0 \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ - \tilde{n}_0 \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^- \quad (2.10)$$

En regroupant (2.8) et (2.10), il vient aussitôt :

$$Y_0 \vec{z} \wedge (1 + r^+) \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ = \tilde{n}_0 \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ - r^+ \tilde{n}_0 \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{0,\text{tg}}^+ \quad (2.11)$$

soit encore :

$$Y_0(1 + r^+) = \tilde{n}_0(1 - r^+) \quad (2.12)$$

Le coefficient de réflexion d'une onde électromagnétique progressive sur l'empilement de p couches minces optiques déposé à la surface du substrat est donc donné par l'expression générale suivante :

$$r^+ = \frac{\tilde{n}_0 - Y_0}{\tilde{n}_0 + Y_0} \quad (2.13)$$

La quantité Y_0 étant en toute généralité une grandeur complexe, le coefficient de réflexion r^+ prend également ses valeurs dans \mathbb{C} et peut donc être mis sous la forme :

$$r^+ = |r^+| e^{i\rho^+} \quad (2.14)$$

où ρ^+ désigne le déphasage à la réflexion de l'onde progressive sur l'empilement considéré.

2.1.3.2 En énergie

Le coefficient de réflexion en énergie R^+ est égal au rapport entre le flux réfléchi Φ_0^- et le flux incident Φ_0^+ , soit [34] :

$$R^+ = \frac{\Phi_0^-}{\Phi_0^+} = \frac{\frac{1}{2}\Re[\tilde{n}_0] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^-|^2}{\frac{1}{2}\Re[\tilde{n}_0] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^+|^2} = \frac{|\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^-|^2}{|\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^+|^2} = |r^+|^2 = \left| \frac{\tilde{n}_0 - Y_0}{\tilde{n}_0 + Y_0} \right|^2 \quad (2.15)$$

L'équation (2.14) s'écrit donc au final :

$$r^+ = \sqrt{R^+} e^{i\rho^+} \quad (2.16)$$

2.1.4 Coefficient de transmission

2.1.4.1 En amplitude et phase

On peut montrer que les composantes tangentielles du champ sur les interfaces d'ordre j et $j - 1$ sont liées par la relation suivante [34] :

$$\vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},j-1} = [\cos \delta_j - i(Y_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j] \cdot \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},j} \quad (2.17)$$

On en déduit aussitôt une relation entre les grandeurs $\vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}$ et $\vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},s}$, à savoir :

$$\vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0} = \prod_{j=1}^p [\cos \delta_j - i(Y_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j] \cdot \vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},s} \quad (2.18)$$

Il ne nous reste plus qu'à diviser les deux membres de cette égalité par la quantité $\vec{z} \wedge \vec{\mathcal{E}}_0^+$ associée au champ incident pour obtenir l'expression du coefficient de transmission t^+ de l'empilement :

$$t^+ = \frac{1 + r^+}{\prod_{j=1}^p [\cos \delta_j - i(Y_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j]} \quad (2.19)$$

Comme le coefficient de réflexion r^+ , le coefficient de transmission t^+ est une quantité complexe et peut donc être mis sous la forme générale suivante :

$$t^+ = |t^+| e^{i\tau^+} \quad (2.20)$$

où τ^+ désigne le déphasage accumulé par une onde plane progressive lors de sa traversée de l'empilement.

2.1.4.2 En énergie

Le coefficient de transmission en énergie T^+ est égal au rapport entre le flux transmis Φ_s^+ et le flux incident Φ_0^+ [34], soit :

$$T^+ = \frac{\Phi_s^+}{\Phi_0^+} = \frac{\frac{1}{2}\Re[\tilde{n}_s] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},s}^-|^2}{\frac{1}{2}\Re[\tilde{n}_0] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^+|^2} = \frac{\Re[\tilde{n}_s] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},s}^+|^2}{\Re[\tilde{n}_0] |\vec{\mathcal{E}}_{\text{tg},0}^+|^2} = \frac{\Re[\tilde{n}_s]}{\Re[\tilde{n}_0]} |t^+|^2 \quad (2.21)$$

L'équation (2.20) s'écrit donc au final :

$$t^+ = \sqrt{T^+} e^{i\tau^+} \quad (2.22)$$

2.1.5 Substrat d'épaisseur finie

Jusqu'à présent, nous nous sommes intéressés au cas où les deux milieux extrêmes (milieu incident et substrat) étaient semi-infinis. Mais cette situation ne correspond bien évidemment pas à la réalité, et il est donc nécessaire d'examiner comment nous allons pouvoir tenir compte de l'existence d'un substrat d'épaisseur finie e_s , comme représenté à la Figure 2.3.

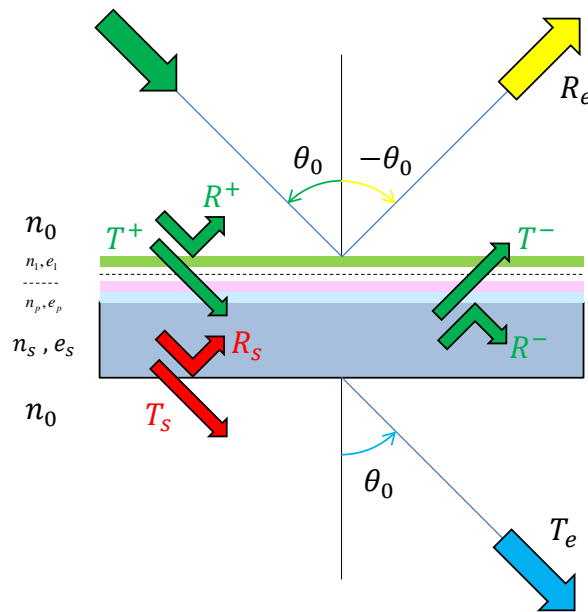


FIGURE 2.3 – Onde plane monochromatique arrivant sous incidence θ_0 sur un empilement de couches minces optiques déposées à la surface d'un substrat à faces planes et parallèles d'épaisseur e_s .

La présence de la face arrière du substrat va essentiellement avoir deux effets : d'une part, générer l'apparition dans le substrat d'une onde rétrograde (coefficient de réflexion en énergie R_s) et d'autre part, atténuer l'onde progressive transmise (coefficient de transmission en énergie T_s). Le substrat sera donc, à son tour, le siège d'une onde stationnaire.

Pour traiter ce nouveau problème, deux approches sont en fait possibles, même si elles conduisent, au final, à des résultats identiques : il s'agit de l'approche dite *cohérente* et de celle que l'on qualifie d'*incohérente*.

2.1.5.1 Approche cohérente

Dans cette approche cohérente, on assimile le substrat à une couche constitutive de l'empilement et on considère le milieu extérieur final d'indice n_0 comme le substrat effectif de la nouvelle configuration ainsi constituée. L'empilement contient donc maintenant

$p + 1$ couches, la dernière étant d'une épaisseur très largement supérieure à toutes les autres. Ceci a pour conséquence de rendre le déphasage δ_{p+1} qui lui est associé très rapidement variable avec la longueur d'onde. En effet, nous pouvons écrire, sous incidence normale :

$$\delta_{p+1} = \alpha_{p+1} e_{p+1} = \frac{2\pi}{\lambda} n_s e_s = \delta_s \quad (2.23)$$

Si, pour fixer les idées, on considère un substrat de silice ($n_s \sim 1,5$) d'épaisseur $e_s = 1$ mm, la période de la modulation spectrale qui est associée à sa traversée est de 0,24 nm lorsque la longueur d'onde est prise égale à 600 nm. La visibilité de ce phénomène d'interférence *parasite* sera donc essentiellement fonction de la **résolution spectrale du moyen de mesure** utilisé. On rappelle en effet que l'approche que nous avons développée dans tout ce chapitre correspond au régime harmonique, ce qui revient à dire que les ondes considérées sont de cohérence infinie, puisque monochromatiques, et que les phénomènes d'interférence qui s'y produisent sont donc toujours de visibilité unitaire, quelles que soient les différences de marche mises en jeu.

Cependant, nous ne pouvons évidemment garantir que les deux faces du substrat soient parfaitement parallèles. Ce défaut résiduel de parallélisme α aura pour effet de diminuer la visibilité effective de ce phénomène d'interférences, sauf si la variation de la différence de marche associée à la traversée du substrat n'excède pas, dans l'étendue du faisceau, $\lambda/10$. Si D désigne la dimension transverse de ce faisceau, cette condition s'écrit :

$$n_s D \alpha < \frac{\lambda}{10} \quad (2.24)$$

soit un parallélisme meilleur que $4 \cdot 10^{-6}$ radians (0,8 secondes d'arc), lorsque le diamètre D du faisceau est pris égal à 10 mm. Les substrats que nous utilisons présentant des défauts de parallélisme typiques de l'ordre de la minute d'arc, la visibilité effective de cet effet cohérent sera donc très réduite, quelle que soit la résolution spectrale du moyen de mesure utilisé. Nous pourrions rendre compte de ce phénomène en moyennant la valeur de cette transmission cohérente sur une période du déphasage associé à la traversée du substrat, soit :

$$T_e(\lambda_0) = \frac{1}{2\pi} \int_{\delta_s - \pi}^{\delta_s + \pi} T_{\text{coh}}(\lambda, \delta) d\delta \quad (2.25)$$

Il nous reste à calculer le coefficient de transmission cohérent T_{coh} qui apparaît dans la relation (2.25). Pour ce faire, nous devons utiliser le jeu d'équations suivant :

- initialisation de la relation de récurrence entre admittances complexes

$$Y_{p+1} = \tilde{n}_0 \quad (2.26)$$

- calcul de proche en proche de l'admittance complexe Y_0 de l'empilement

$$\begin{aligned} Y_p &= \frac{\tilde{n}_0 \cos \delta_s - i \tilde{n}_s \sin \delta_s}{\cos \delta_s - i(\tilde{n}_0/\tilde{n}_s) \sin \delta_s} \\ &\dots \\ Y_0 &= \frac{Y_1 \cos \delta_1 - i \tilde{n}_1 \sin \delta_1}{\cos \delta_1 - i(Y_1/\tilde{n}_1) \sin \delta_1} \end{aligned} \quad (2.27)$$

— calcul des coefficients de réflexion

$$r = \frac{\tilde{n}_0 - Y_0}{\tilde{n}_0 + Y_0} \quad \text{et} \quad R_e = |r|^2 \quad (2.28)$$

— calcul des coefficients de transmission

$$t = \frac{1 + r}{\prod_{j=1}^{p+1} [\cos \delta_j - i(Y_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j]} \quad \text{et} \quad T_{\text{coh}} = |t|^2 \quad (2.29)$$

2.1.5.2 Approche incohérente

Dans cette seconde approche, dite incohérente, on va considérer que les différentes ondes présentes dans l'ensemble {empilement + substrat}, et notamment celles générées par la face arrière de ce dernier, n'interfèrent pas de manière *cohérente* et qu'il est donc possible de sommer leurs contributions en énergie (et non en amplitude et phase).

Comme illustré par la Figure 2.3, nous désignerons désormais par :

- R^+ le coefficient de réflexion d'une onde progressive sur l'empilement initialement considéré (milieu incident semi-infini d'indice n_0 , substrat semi-infini d'indice n_s),
- T^+ le coefficient de transmission d'une onde progressive au travers de cette même structure,
- R^- le coefficient de réflexion d'une onde rétrograde sur l'empilement initialement considéré (milieu incident semi-infini d'indice n_s , substrat semi-infini d'indice n_0),
- T^- le coefficient de transmission d'une onde rétrograde au travers de cette même structure,
- R_s le coefficient de réflexion d'une onde progressive sur la face arrière du substrat (milieu incident semi-infini d'indice n_s , substrat semi-infini d'indice n_0),
- T_s le coefficient de transmission d'une onde progressive au travers de cette même face arrière.

En sommant de manière incohérente les différentes contributions aux flux réfléchis et transmis, on obtient aussitôt :

— la valeur du coefficient de réflexion en énergie de l'ensemble {empilement + substrat} d'épaisseur finie

$$\begin{aligned} R_e &= R^+ + T^+ T_s T^- + T^+ R_s R^- R_s T^- + \dots \\ &= R^+ + T^+ R_s T^- (1 + R_s R^- + \dots) \\ &= R^+ + \frac{T^+ T^- R_s}{1 - R_s R^-} \end{aligned} \quad (2.30)$$

— la valeur du coefficient de transmission en énergie de ce même ensemble

$$\begin{aligned} T_e &= T^+ T_s + T^+ R_s R^- T_s + \dots \\ &= T^+ T_s (1 + R_s R^- + \dots) \\ &= \frac{T^+ T_s}{1 - R_s R^-} \end{aligned} \quad (2.31)$$

Les expressions analytiques des coefficients R^+ et T^+ ont déjà été établies aux paragraphes 2.1.3 et 2.1.4. Celles des coefficients R^- et T^- s'en déduisent en renversant le sens de propagation de la lumière (les ondes considérées sont en effet rétrogrades) et en échangeant les rôles des milieux d'indices n_0 et n_s (le milieu initialement incident devient le substrat et réciproquement). Il vient donc :

- initialisation de la relation de récurrence entre admittances complexes

$$Y'_0 = -\tilde{n}_0 \quad (2.32)$$

la notation Y'_0 est ici introduite de manière à éviter toute confusion entre expressions des admittances complexes en configuration d'illumination progressive (Y_j) ou rétrograde (Y'_j),

- transformation de la relation de récurrence (2.6) pour l'adapter au cas d'une onde incidente rétrograde

$$Y'_j = \frac{Y'_{j-1} \cos \delta_j + i\tilde{n}_j \sin \delta_j}{\cos \delta_j + i(Y'_{j-1}/\tilde{n}_j) \sin \delta_j} \quad (2.33)$$

- calcul de proche en proche de l'admittance complexe Y'_p de l'empilement

$$\begin{aligned} Y'_1 &= \frac{Y'_0 \cos \delta_1 + i\tilde{n}_1 \sin \delta_1}{\cos \delta_1 + i(Y'_0/\tilde{n}_1) \sin \delta_1} \\ &\dots \\ Y'_p &= \frac{Y'_{p-1} \cos \delta_p + i\tilde{n}_p \sin \delta_p}{\cos \delta_p + i(Y'_{p-1}/\tilde{n}_p) \sin \delta_p} \end{aligned} \quad (2.34)$$

- calcul des coefficients de réflexion

$$r^- = \frac{(-\tilde{n}_s) - Y'_p}{(-\tilde{n}_s) + Y'_p} \quad \text{et} \quad R^- = |r^-|^2 \quad (2.35)$$

- calcul des coefficients de transmission

$$t^- = (1 + r^-) \prod_{j=1}^p [\cos \delta_j - i(Y'_j/\tilde{n}_j) \sin \delta_j] \quad \text{et} \quad T^- = \frac{\Re[\tilde{n}_0]}{\Re[\tilde{n}_s]} |t^-|^2 \quad (2.36)$$

Il nous reste enfin à établir les expressions analytiques des coefficients de réflexion R_s et de transmission T_s de la face arrière du substrat, soit :

$$r_s = \frac{\tilde{n}_s - \tilde{n}_0}{\tilde{n}_s + \tilde{n}_0} \quad \Rightarrow \quad R_s = \left| \frac{\tilde{n}_s - \tilde{n}_0}{\tilde{n}_s + \tilde{n}_0} \right|^2 \quad (2.37)$$

$$t_s = 1 + r_s = \frac{2\tilde{n}_s}{\tilde{n}_s + \tilde{n}_0} \quad \Rightarrow \quad T_s = \frac{\Re[\tilde{n}_0]}{\Re[\tilde{n}_s]} \left| \frac{2\tilde{n}_s}{\tilde{n}_s + \tilde{n}_0} \right|^2 \quad (2.38)$$

Nous disposons donc maintenant de l'ensemble des relations nécessaires au calcul de la transmission spectrale $T_e(\lambda)$ d'un empilement, que ce soit au cours du dépôt ou à achèvement de celui-ci. Dans le paragraphe qui suit, nous allons analyser l'évolution de cette transmission durant le dépôt d'une ou plusieurs couches et définir le lieu des points alors parcourus par l'admittance dans le plan complexe.

2.2 Évolution de la transmission d'un empilement en fonction de l'épaisseur de la dernière couche déposée

2.2.1 Remarque liminaire

Dans les montages expérimentaux que nous serons conduits à utiliser, le milieu extérieur correspondra toujours à l'air ou au vide ($n_0 = 1$). Nous pouvons donc assurer que la quantité α sera un réel dans tous les milieux. En effet :

$$\alpha_j^2 = k_j^2 - k_0^2 \sin^2 \theta_0 = k_0^2 (n_j^2 - \sin^2 \theta_0) \geq 0 \quad \Rightarrow \quad \alpha_j \in \mathbb{R} \quad (2.39)$$

Par ailleurs, la composante tangentielle du vecteur d'onde est un invariant du problème, soit :

$$\sigma = k_0 \sin \theta_0 = k_j \sin \theta_j \quad (2.40)$$

ce qui nous permet d'écrire :

$$\alpha_j = k_j \cos \theta_j \quad (2.41)$$

Tous les milieux optiques que nous serons amenés à considérer ici ne présentant pas d'activité magnétique, leur perméabilité magnétique relative μ_r sera toujours égale à 1. Par ailleurs, l'impédance η_0 du vide va apparaître en facteur de toutes les quantités intermédiaires que nous serons amenés à calculer et comme les grandeurs finales que nous recherchons (réflexion, transmission) correspondent toujours à des **rappports** et sont **sans dimension**, son écriture pourra être partout omise.

En conséquence, par abus **justifié** de langage, l'indice effectif \tilde{n}_j aura désormais pour expression :

$$\tilde{n}_j = \begin{cases} n_j \cos \theta_j & \text{en polarisation TE} \\ n_j / \cos \theta_j & \text{en polarisation TM} \end{cases} \quad (2.42)$$

ce qui montre qu'il s'identifie avec l'indice de réfraction n_j sous incidence nulle.

2.2.2 Cas transparent

Considérons un empilement constitué de p couches alternées haut et bas indices, toutes transparentes ($n_j \in \mathbb{R}$) et déposées sur un substrat semi-infini. On désignera par $Y_{j-1}(e)$ la valeur instantanée de l'admittance complexe de cet empilement au moment du dépôt de la couche j , à l'instant où l'épaisseur de cette couche est égale à e .

La relation générale de récurrence entre admittances complexes (2.6) nous permet d'écrire :

$$Y_{j-1}(e) = \frac{Y_j \cos \delta - i \tilde{n}_j \sin \delta}{\cos \delta - i (Y_j / \tilde{n}_j) \sin \delta} \quad \text{avec} \quad \delta = \alpha_j e \quad (2.43)$$

Nous nous placerons désormais sous incidence nulle. L'expression (2.43) peut être alors mise sous la forme :

$$Y_{j-1}(\delta) = \frac{Y_j \cos \delta - in_j \sin \delta}{\cos \delta - i(Y_j/n_j) \sin \delta} \quad \text{avec} \quad \delta = \frac{2\pi}{\lambda} n_j(\lambda)e \quad (2.44)$$

où nous avons remplacé l'épaisseur e par la variable effective δ .

Cette fonction $Y_{j-1}(\delta)$ est une fonction périodique, de période π , qui satisfait en outre la condition initiale $Y_{j-1}(0) = Y_j$.

2.2.2.1 Coefficient de transmission

Le coefficient de réflexion en amplitude r^+ de l'empilement est, à tout instant du dépôt de la couche j , défini par la relation :

$$r^+(\delta) = \frac{n_0 - Y_{j-1}(\delta)}{n_0 + Y_{j-1}(\delta)} = \frac{n_j(n_0 - Y_j) \cos \delta - i(n_0 Y_j - n_j^2) \sin \delta}{n_j(n_0 + Y_j) \cos \delta - i(n_0 Y_j + n_j^2) \sin \delta} \quad (2.45)$$

ce qui donne directement accès à l'expression du coefficient de transmission en énergie T^+ de ce même empilement dans le cas du substrat semi-infini :

$$T^+(\delta) = 1 - |r^+(\delta)|^2 \quad (2.46)$$

Dans le cas du substrat d'épaisseur finie, nous avons montré au paragraphe 2.1.5.2 que le coefficient de transmission T_e de l'ensemble {empilement + substrat} était donné par :

$$T_e = \frac{T^+ T_s}{1 - R_s R^-} \quad (2.47)$$

ce qui, avec notre hypothèse d'absence d'absorption ($R^- = R^+$), peut également s'écrire :

$$T_e(\delta) = \frac{T^+(\delta) T_s}{1 - R_s R^+(\delta)} = \frac{T^+(\delta) T_s}{1 - R_s(1 - T^+(\delta))} = \frac{T^+(\delta)}{1 + \frac{R_s}{1 - R_s} T^+(\delta)} \quad (2.48)$$

2.2.2.2 Lieu des admittances (*admittance locus*)

En désignant par (x, y) les coordonnées du point représentatif de l'admittance $Y_{j-1}(\delta)$ dans le plan complexe et par (x_j, y_j) celles de l'admittance de départ Y_j , la relation (2.44) s'écrit :

$$x + iy = n_j \frac{(x_j + iy_j) \cos \delta - in_j \sin \delta}{n_j \cos \delta - i(x_j + iy_j) \sin \delta} = n_j \frac{x_j \cos \delta + i(y_j \cos \delta - n_j \sin \delta)}{(n_j \cos \delta + y_j \sin \delta) - ix_j \sin \delta} \quad (2.49)$$

soit encore, en identifiant parties réelles et parties imaginaires [10] :

$$\begin{cases} x(n_j \cos \delta + y_j \sin \delta) + yx_j \sin \delta = n_j x_j \cos \delta \\ y(n_j \cos \delta + y_j \sin \delta) - xx_j \sin \delta = n_j (y_j \cos \delta - n_j \sin \delta) \end{cases} \quad (2.50)$$

Il suffit alors d'éliminer $\cos \delta$ et $\sin \delta$ pour faire apparaître l'équation du lieu des points décrit par l'admittance complexe (*admittance locus*) de l'empilement au cours du dépôt de la couche j , soit :

$$x^2 + y^2 - \frac{x}{x_j}(x_j^2 + y_j^2 + n_j^2) + n_j^2 = 0 \quad (2.51)$$

En réarrangeant légèrement cette dernière équation sous la forme suivante :

$$\left(x - \frac{x_j^2 + y_j^2 + n_j^2}{2x_j}\right)^2 + y^2 = \frac{(x_j^2 + y_j^2 + n_j^2)^2}{4x_j^2} - n_j^2 \quad (2.52)$$

On voit que cette courbe est un **cercle** de centre C_j et de rayon R_j définis par :

$$C_j \left(\frac{x_j^2 + y_j^2 + n_j^2}{2x_j}; 0 \right) \quad \text{et} \quad R_j = \sqrt{\frac{(x_j^2 + y_j^2 + n_j^2)^2}{4x_j^2} - n_j^2} \quad (2.53)$$

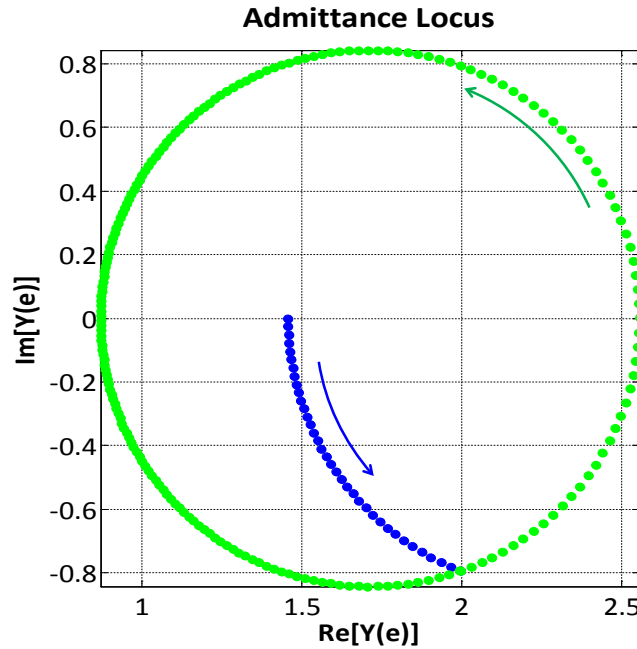


FIGURE 2.4 – Lieu des points parcouru par l'admittance complexe d'un empilement $0,5H2B$ à 600 nm au cours de son dépôt sur un substrat de silice (avec $n_H = 2,15$ et $n_B = 1,50$).

Nous avons représenté à la Figure 2.4 cet *admittance locus* dans le cas particulier d'un empilement réduit à deux couches, la première étant de type $0,5H$ (points bleus) et la seconde de type $2B$ (points verts). Compte tenu des conventions de signe adoptées pour la définition des indices, ces courbes sont ici parcourues dans le sens rétrograde (sens inverse des aiguilles d'une montre).

On notera que la densité des points le long de ces courbes n'est pas uniforme (les points sont, par exemple, beaucoup plus resserrés sur la partie gauche du cercle vert que sur sa partie droite), alors que deux points consécutifs sont toujours séparés par le dépôt d'un nanomètre de matériau, haut ou bas indice. Ceci montre que les cercles ne sont pas parcourus à vitesse angulaire constante ou que l'angle azimutal θ décrivant cette trajectoire dans le plan complexe, soit :

$$Y_{j-1}(\delta) = C_j + R_j e^{i\theta(\delta)} \quad (2.54)$$

n'est pas une fonction linéaire de δ .

2.2.2.3 Application au cas particulier de la monocouche

Substrat semi-infini. Pour obtenir l'évolution du coefficient de réflexion r^+ en fonction de l'épaisseur e de cette monocouche, il nous suffit de remplacer, dans la relation (2.45) l'admittance complexe Y_j par l'indice n_s du substrat, soit :

$$r^+(\delta) = \frac{n_1(n_0 - n_s) \cos \delta - i(n_0 n_s - n_1^2) \sin \delta}{n_1(n_0 + n_s) \cos \delta - i(n_0 n_s + n_1^2) \sin \delta} \quad (2.55)$$

on en déduit aussitôt le coefficient de réflexion en énergie :

$$R^+(\delta) = \frac{n_1^2(n_0 - n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s - n_1^2)^2 \sin^2 \delta}{n_1^2(n_0 + n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s + n_1^2)^2 \sin^2 \delta} \quad (2.56)$$

puis celui de transmission en énergie :

$$T^+(\delta) = 1 - R^+(\delta) = \frac{4n_0 n_s n_1^2}{n_1^2(n_0 + n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s + n_1^2)^2 \sin^2 \delta} \quad (2.57)$$

La forme de ces deux dernières relations appelle quelques commentaires :

- pour que la couche soit antireflet, il faut que ses caractéristiques d'indice et d'épaisseur permettent d'annuler le coefficient de réflexion R^+ , ce qui impose :

$$\begin{aligned} \cos \delta = 0 &\Rightarrow \delta = (2m + 1) \frac{\pi}{2} \Rightarrow n_1 e = (2m + 1) \frac{\lambda}{4}, \quad m \in \mathbb{N} \\ n_1^2 = n_0 n_s &\Rightarrow n_1 = \sqrt{n_0 n_s} \end{aligned} \quad (2.58)$$

- lorsque l'épaisseur de la couche est nulle ($\delta = 0$), on retrouve les coefficients de réflexion et de transmission du substrat nu, soit :

$$R_0 = \frac{(n_0 - n_s)^2}{(n_0 + n_s)^2} \quad \text{et} \quad T_0 = \frac{4n_0 n_s}{(n_0 + n_s)^2} \quad (2.59)$$

Dans la perspective de l'utilisation finale que nous aurons à faire de toutes ces notions, nous avons développé, sous MATLAB[®], un programme de simulation permettant de calculer l'ensemble de ces grandeurs et choisi de représenter sur la Figure 2.5 la variation de la transmission $T^+(\lambda_0, e)$ à la longueur d'onde $\lambda_0 = 600$ nm en fonction de l'épaisseur e de la couche supposée en Ta₂O₅ ($n_1 = 2,15$ à 600 nm), lorsque celle-ci varie entre 0 et 7 fois l'épaisseur d'une couche quart d'onde ($7H$), soit environ 488 nm, ainsi que la dépendance spectrale de cette transmission $T^+(\lambda)$ à achèvement du dépôt de cette couche, entre 350 nm et 1050 nm.

Pour l'une ou l'autre de ces deux courbes, les extrema de transmission sont définis par :

$$\frac{\partial T^+}{\partial \delta} = 0 \Rightarrow (n_1^2 - n_s^2)(n_1^2 - n_0^2) \sin 2\delta = 0 \Rightarrow n_1 e_m = m \frac{\lambda}{4} \quad (2.60)$$

les maxima correspondant ici aux valeurs paires de m et les minima aux valeurs impaires.

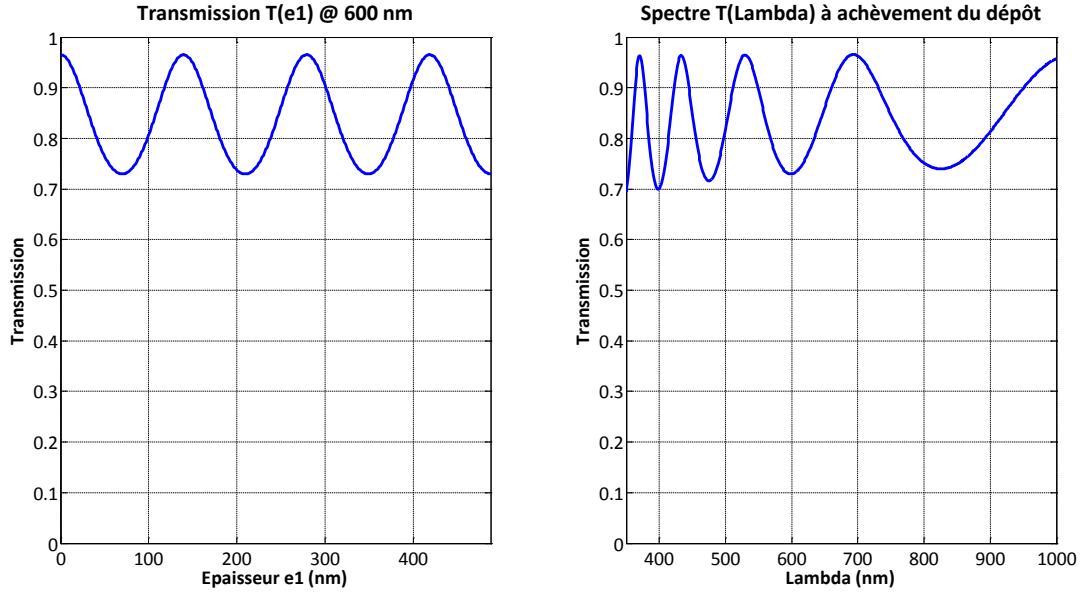


FIGURE 2.5 – Transmission d'une monocouche de Ta_2O_5 déposée sur un substrat semi-infini de silice. À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 600 nm en fonction de l'épaisseur e de la monocouche. À droite : spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt.

Dans le cas des maxima ($m = 2p$), c'est-à-dire lorsque l'épaisseur e de la couche déposée est demi-onde à la longueur d'onde considérée, soit :

$$n_1(\lambda_{2p})e_{2p} = 2p \frac{\lambda_{2p}}{4} = p \frac{\lambda_{2p}}{2} \quad (2.61)$$

la transmission a pour expression :

$$T_{2p}^+ = \frac{4n_0n_s}{(n_0 + n_s)^2} \quad (2.62)$$

ce qui correspond à la transmission du substrat nu : c'est la raison pour laquelle la couche est dite *absente*.

Dans le cas des minima ($m = 2p+1$), c'est-à-dire lorsque l'épaisseur e de la couche déposée est quart d'onde à la longueur d'onde considérée, soit :

$$n_1(\lambda_{2p+1})e_{2p+1} = (2p+1) \frac{\lambda_{2p+1}}{4} \quad (2.63)$$

la transmission a pour expression :

$$T_{2p+1}^+ = \frac{4n_0n_s n_1^2}{(n_1^2 + n_0n_s)^2} \quad (2.64)$$

Substrat d'épaisseur finie. Approche cohérente. On tient maintenant compte de l'épaisseur finie du substrat de silice (que l'on supposera ici égale à 1 mm), de sorte que l'empilement à considérer dans cette approche cohérente comprend maintenant deux couches et que le milieu extérieur, c'est-à-dire l'air, tient lieu de substrat.

En utilisant le même programme MATLAB[®] que celui employé précédemment dans la cas du substrat semi-infini, nous pouvons calculer, dans cette approche cohérente, l'évolution

du coefficient de transmission T_{coh} à la longueur d'onde de 600 nm avec l'épaisseur e de la couche de Ta_2O_5 ainsi que la dépendance spectrale de ce coefficient de transmission cohérente à achèvement du dépôt de cette couche ($e = e_1$). Les résultats obtenus sont regroupés à la Figure 2.6.

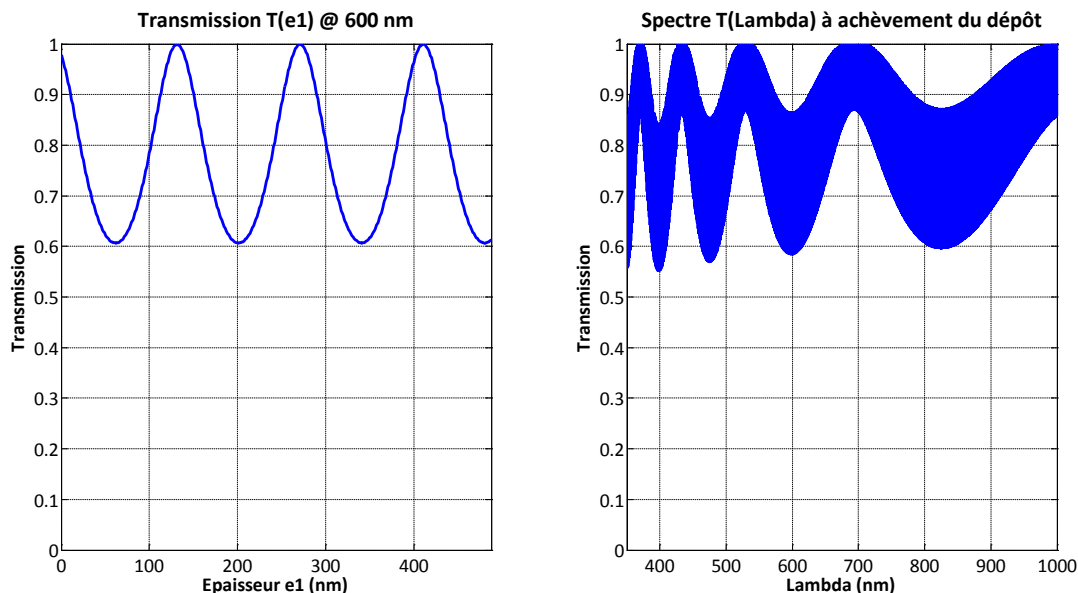


FIGURE 2.6 – Transmission cohérente d'une monocouche de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm (substrat à faces parfaitement parallèles et résolution spectrale du moyen de mesure infinie). À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 600 nm en fonction de l'épaisseur e de la monocouche. À droite : spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt.

On peut noter que ce coefficient présente des variations extrêmement rapides avec la longueur d'onde (ceci est directement lié à l'importance du rapport entre épaisseur du substrat de silice et longueur d'onde), et que la transmission à 600 nm passe par un maximum de 100% pour des valeurs particulières d'épaisseur de la couche haut indice. Pour ces valeurs en effet, deux conditions se trouvent simultanément remplies : la couche haut indice est *absente* et le FABRY-PEROT formé par le substrat de silice est passant. Or, la transmission maximale d'un FABRY-PEROT symétrique est toujours égale à 1.

Si nous tenons maintenant compte du parallélisme imparfait de ce substrat et évaluons donc la valeur moyenne définie par l'intégrale de la relation (2.25), les résultats obtenus sont assez sensiblement différents, notamment en termes de valeurs maximales de transmission, de ceux obtenus précédemment. Ils sont représentés à la Figure 2.7 sous forme de points rouges.

Substrat d'épaisseur finie. Approche incohérente. Si nous adoptons maintenant l'approche incohérente décrite au paragraphe 2.1.5.2, et adaptons en conséquence notre programme de simulation, nous constatons que les résultats obtenus, représentés à la Figure 2.7 sous forme de courbes bleues, sont parfaitement identiques à ceux définis par l'approche cohérente *moyennée* (points rouges). C'est la raison pour laquelle on a pris l'habitude d'avoir recours à cette approche incohérente, plus simple de mise en oeuvre pour décrire les performances d'un empilement déposé sur un substrat d'épaisseur finie.

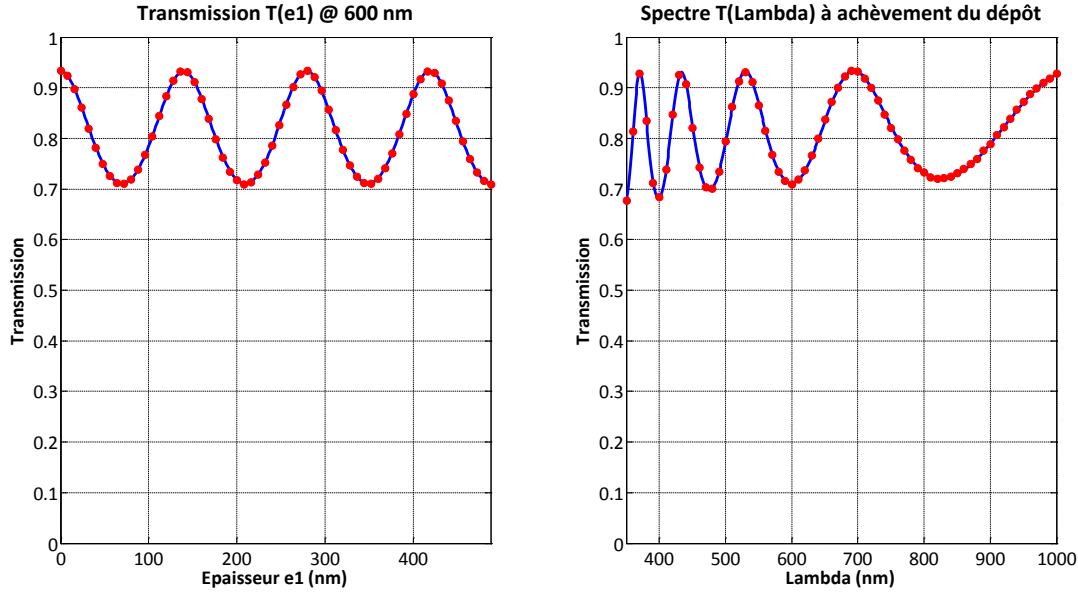


FIGURE 2.7 – Transmission incohérente d'une monocouche de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm. À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 600 nm en fonction de l'épaisseur e de la monocouche. À droite : spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt (points rouges, approche cohérente moyennée sur une période de la modulation associée au substrat ; courbes bleues, approche incohérente).

En utilisant les relations (2.48), (2.59), (2.62) et (2.64), nous pouvons en déduire les valeurs particulières prises par la transmission T_e lorsque l'épaisseur e de la couche déposée est demi-onde ou quart d'onde à la longueur de contrôle. Il vient :

— cas demi-onde (maximum de transmission)

$$e_{2p} = 2p \frac{\lambda_{2p}}{4n_1(\lambda_{2p})} \quad ; \quad T_{e,2p} = \frac{2n_0n_s}{n_0^2 + n_s^2} \quad (2.65)$$

— cas quart d'onde (minimum de transmission)

$$e_{2p+1} = (2p + 1) \frac{\lambda_{2p+1}}{4n_1(\lambda_{2p+1})} \quad ; \quad T_{e,2p+1} = \frac{4n_0n_s n_1^2}{(n_s^2 + n_1^2)(n_0^2 + n_1^2)} \quad (2.66)$$

2.2.2.4 Application au cas particulier du bicouche

On suppose maintenant que la couche haut indice $7H$ prise en compte au paragraphe 2.2.2.3 est recouverte par une couche bas indice d'épaisseur optique $6B$, que l'on supposera être de la silice ($n_{SiO_2} = 1,49$ à 600nm), et on se propose de tracer (*cf.* Figure 2.8) l'évolution de la transmission à la longueur d'onde de 600 nm de l'ensemble {substrat + empilement} au cours du dépôt de ces deux couches, ainsi que la dépendance spectrale de cette transmission à achèvement complet du dépôt.

Sur le graphique de droite de la Figure 2.8 présentant l'évolution de la transmission à 600 nm en fonction de l'épaisseur totale déposée, nous avons choisi, d'une part, de différencier par un code de couleur le dépôt de la couche haut indice (en bleu, comme précédemment) de celui de la couche bas indice (en vert), et d'autre part d'ajouter une

courbe additionnelle, de couleur noire, correspondant à la transmission du substrat nu. Cette courbe, agissant comme un repère, permet de mettre en évidence un phénomène, au premier abord un peu surprenant, à savoir que la transmission de l'ensemble {substrat + empilement} remonte au-delà de la transmission du substrat nu lorsque l'épaisseur du matériau bas indice est quart d'onde à la longueur d'onde de contrôle. En fait, ceci met simplement en évidence le comportement légèrement *antireflet* d'un empilement de formule $7H(2p + 1)B$ à la longueur d'onde de design.

Ce comportement antireflet apparaît de manière encore plus marquée sur le graphique de droite de la Figure 2.8 qui présente la transmission spectrale à achèvement du dépôt, en particulier aux environs de 550 nm et 670 nm. On constate en effet qu'à ces deux longueurs d'onde, la transmission de l'ensemble {substrat + empilement} devient nettement supérieure à celle du substrat nu et approche même la transmission d'une simple face de ce substrat (courbe de couleur cyan).

Enfin, on notera la structure assez complexe du spectre en transmission à achèvement du dépôt de ces deux seules couches, et la forte différence avec celui enregistré à la fin du dépôt de la couche haut indice (*cf.* Figure 2.7).

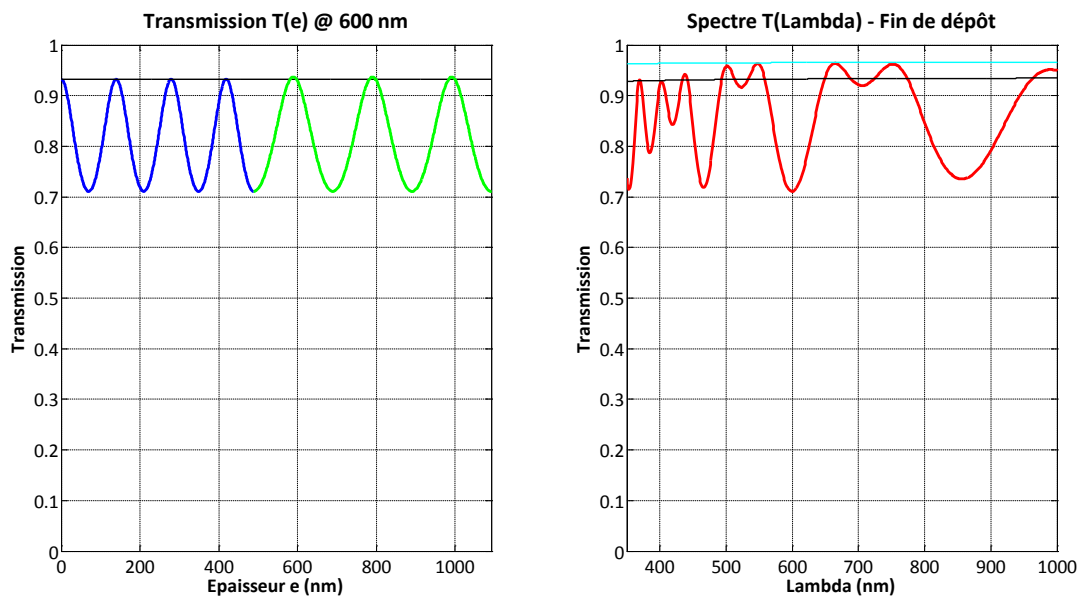


FIGURE 2.8 – Transmission incohérente du bicouche Ta_2O_5/SiO_2 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm. À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 600 nm en fonction de l'épaisseur totale déposée (courbe bleue, dépôt du Ta_2O_5 ; courbe verte, dépôt du SiO_2). À droite : en rouge, le spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt ; en noire, le spectre de transmission du substrat nu ; en cyan, le spectre de transmission d'une seule face du substrat.

2.2.3 Cas absorbant

On supposera dans cette section que la couche haut indice utilisée aux paragraphes 2.2.2.3 et 2.2.2.4 présente maintenant de l'absorption, ce qui signifie que son indice de réfraction n_1 est un nombre complexe que l'on écrira sous la forme :

$$n_1(\lambda) = n_1'(\lambda) + in_1''(\lambda) \quad (2.67)$$

où $n_1''(\lambda)$ est une quantité positive. On utilise également pour cette expression complexe l'écriture $n_1(\lambda) + i\kappa_1(\lambda)$, avec toutefois le risque dans ce cas de confondre l'indice de réfraction avec sa partie réelle.

Cette modification a pour conséquence de rendre également complexe le déphasage δ , ce qui nous conduit à écrire : $\delta = \delta' + i\delta''$.

Dans l'expression générique décrivant l'évolution de l'admittance complexe en fonction du déphasage, soit pour mémoire :

$$Y_0(\delta) = \frac{n_s \cos \delta - in_1 \sin \delta}{\cos \delta - i(n_s/n_1) \sin \delta} \quad \text{avec} \quad \delta = \delta' + i\delta'' = \frac{2\pi}{\lambda} [n_1'(\lambda) + in_1''(\lambda)] e$$

toutes les quantités sont maintenant des complexes, ce qui rend évidemment plus délicat le calcul littéral de l'évolution des transmissions T^+ et T_e . Notons simplement que les expressions faisant intervenir des fonctions sinus et cosinus peuvent être aisément transformées à l'aide des relations constitutives suivantes :

$$\begin{aligned} \sin(\delta' + i\delta'') &= \sin \delta' \cos(i\delta'') + \sin(i\delta'') \cos \delta' = \sin \delta' \operatorname{ch} \delta'' + i \operatorname{sh} \delta'' \cos \delta' \\ \cos(\delta' + i\delta'') &= \cos \delta' \cos(i\delta'') - \sin \delta' \sin(i\delta'') = \cos \delta' \operatorname{ch} \delta'' - i \sin \delta' \operatorname{sh} \delta'' \end{aligned}$$

où l'on voit apparaître les variantes hyperboliques de ces mêmes fonctions.

Nous avons donc choisi d'utiliser ici notre programme MATLAB[®] de simulation pour étudier l'impact de cette absorption sur l'évolution de la transmission effective de l'empilement en fonction de l'épaisseur de la couche et sur la forme du spectre de transmission à achèvement de ce dépôt.

Pour ce faire, nous avons besoin de définir la dépendance spectrale de la quantité n_1'' et avons adopté ici la loi suivante :

$$n_{\text{Ta}_2\text{O}_5}''(\lambda) = \kappa_{\text{Ta}_2\text{O}_5}(\lambda) = a_1 10^{-b_1 \lambda} \quad (2.68)$$

avec $a_1 = 20$ et $b_1 = 0,01 \text{ nm}^{-1}$, ce qui conduit à un coefficient d'extinction de 0,002 à 400 nm et de $2 \cdot 10^{-5}$ à 600 nm.

2.2.3.1 Monocouche

Nous avons représenté à la Figure 2.9 les caractéristiques en transmission d'une monocouche absorbante de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice de 1 mm d'épaisseur, telles que déterminées par une approche incohérente.

La courbe en bleu montre l'évolution de la transmission de l'ensemble {substrat + monocouche} en fonction de l'épaisseur de Ta_2O_5 déposée, à la longueur d'onde de 350 nm. Cette longueur d'onde a été choisie en lieu et place de celle de 600 nm habituellement utilisée, car elle permet de mieux visualiser l'influence de l'absorption, qui se traduit ici par une décroissance régulière des maxima (et des minima) de cette transmission. On notera également la diminution de la période de la modulation qui affecte cette même transmission : celle-ci n'est pas due à l'absorption, mais simplement au changement de longueur d'onde de contrôle (350 nm au lieu de 600 nm).

La courbe de couleur magenta représente le résultat d'un calcul littéral permettant de relier, en première approximation, les valeurs des maxima de transmission ($\delta' = p\pi$) aux

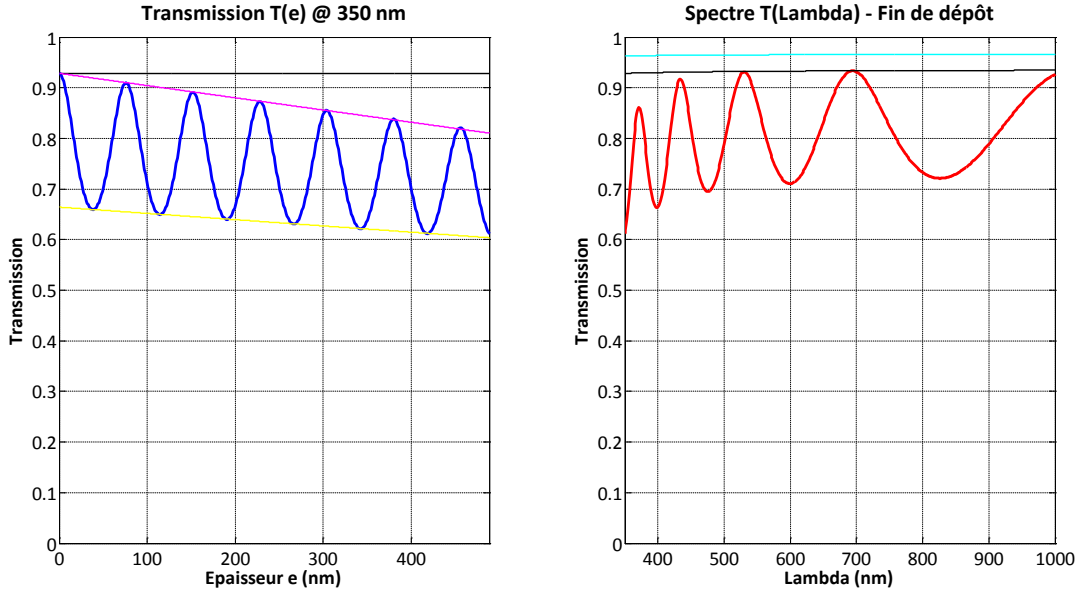


FIGURE 2.9 – Transmission incohérente d'une monocouche absorbante de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm. À gauche : courbe bleue, évolution de la transmission de l'empilement à 350 nm en fonction de l'épaisseur de Ta_2O_5 déposée ; courbe magenta, dépendance linéaire de la valeur des maxima avec l'épaisseur déposée ; courbe jaune, dépendance linéaire de la valeur des minima avec l'épaisseur déposée. À droite : courbe rouge, spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt ; courbe noire, spectre de transmission du substrat nu ; courbe cyan, spectre de transmission d'une seule face du substrat.

épaisseurs e_{2p} pour lesquelles ils interviennent. Cette courbe est définie par la relation linéaire suivante :

$$T_{e,2p} \simeq \frac{2n_0n_s}{n_0^2 + n_s^2} \left\{ 1 - \kappa_{Ta_2O_5} \frac{(n_0 + n_s)(n_1^2 + n_0n_s)}{n_1(n_0^2 + n_s^2)} \frac{2\pi}{\lambda} e_{2p} \right\} \quad (2.69)$$

La courbe de couleur jaune représente le même type de résultat, mais dans le cas, cette fois, des minima de transmission tel que $\delta' = (2p + 1)\pi/2$. Elle est définie par la relation linéaire suivante :

$$T_{e,2p+1} \simeq \frac{4n_0n_s n_1^2}{(n_s^2 + n_1^2)(n_1^2 + n_0^2)} \left\{ 1 - \kappa_{Ta_2O_5} \frac{2n_1(n_0 + n_s)(n_1^2 + n_0n_s)}{(n_s^2 + n_1^2)(n_1^2 + n_0^2)} \frac{2\pi}{\lambda} e_{2p+1} \right\} \quad (2.70)$$

On retrouve le même type de comportement, c'est-à-dire une décroissance régulière des maxima et des minima de la transmission, sur la partie gauche de la courbe rouge (courtes longueurs d'onde) qui montre l'évolution en fonction de la longueur d'onde de la transmission de l'ensemble {substrat + monocouche} à achèvement du dépôt. C'est en effet dans ce domaine spectral que le coefficient d'extinction de la couche prend des valeurs réellement significatives.

2.2.3.2 Bicouche

Nous avons conservé les mêmes hypothèses que celles utilisées au paragraphe 2.2.2.4 et supposé simplement que la couche de Ta_2O_5 était maintenant absorbante et caractérisée

par le coefficient d'extinction introduit au paragraphe 2.2.3.1. La Figure 2.10 présente les résultats fournis dans ce cas par notre programme de simulation. Ils sont en tout point identiques à ceux obtenus au paragraphe précédent pour la partie correspondant au dépôt de la couche de Ta_2O_5 (courbe bleue), et simplement translatés vers un niveau de transmission plus faible pour la partie correspondant au dépôt de la couche de SiO_2 (courbe verte), à la valeur près de la fréquence de modulation de la transmission (due au choix d'une longueur d'onde de 350 nm comme longueur d'onde de contrôle).

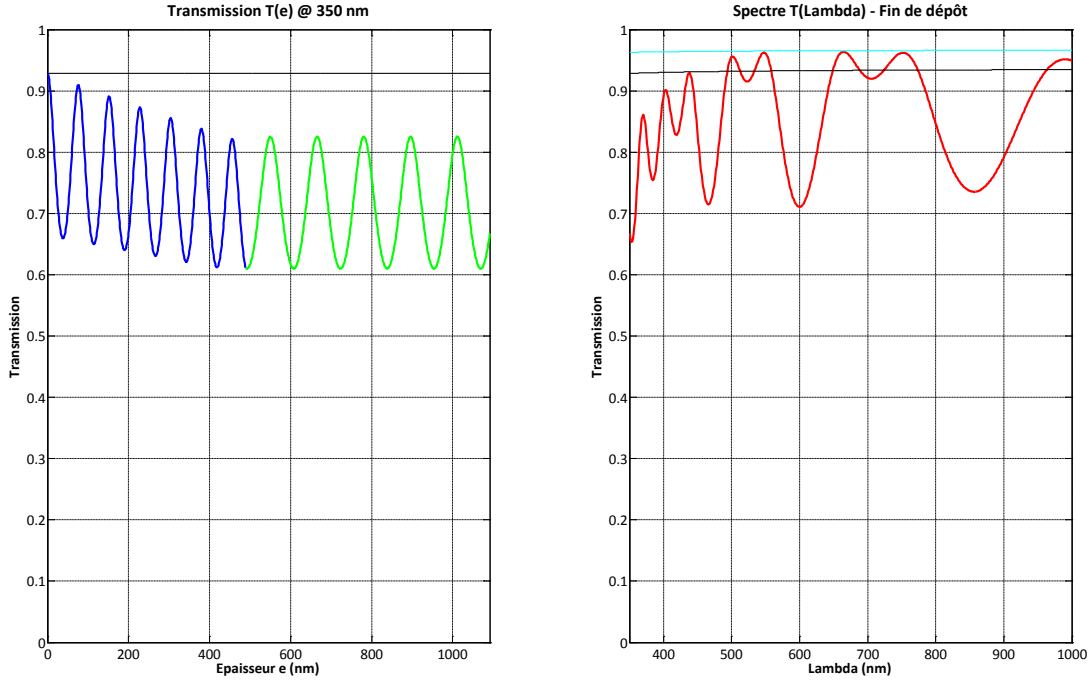


FIGURE 2.10 – Transmission incohérente d'un bicouche Ta_2O_5/SiO_2 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm, seule la couche de Ta_2O_5 étant absorbante. À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 350 nm en fonction de l'épaisseur totale déposée (courbe bleue, dépôt du Ta_2O_5 ; courbe verte, dépôt du SiO_2). À droite : courbe rouge, spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt.

Introduisons maintenant une absorption au niveau de la couche de SiO_2 , avec pour dépendance spectrale une expression analogue à celle utilisée pour le Ta_2O_5 , soit :

$$n''_{SiO_2}(\lambda) = \kappa_{SiO_2}(\lambda) = a_2 10^{-b_2 \lambda} \quad (2.71)$$

avec $a_2 = 5$ et $b_2 = 0,01 \text{ nm}^{-1}$, ce qui conduit à un coefficient d'extinction de $5 \cdot 10^{-4}$ à 400 nm et de $5 \cdot 10^{-6}$ à 600 nm.

On notera la légère décroissance qui affecte maintenant la valeur des maxima de transmission de la courbe verte, l'ensemble des autres caractéristiques de ces courbes restant identiques. À l'inverse, l'introduction de cette faible absorption, uniquement dans la partie bleue et proche UV du spectre, n'a pas de conséquences réellement décelables sur le spectre de transmission de ce bicouche.

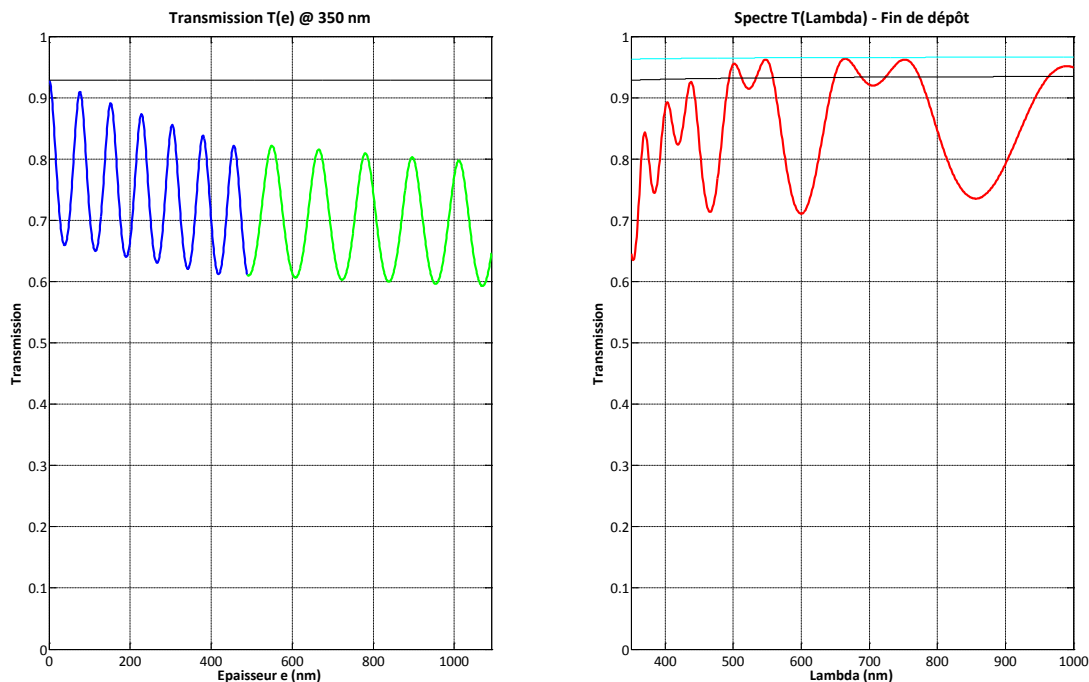


FIGURE 2.11 – Transmission incohérente d'un bicouche Ta_2O_5/SiO_2 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm, les deux couches étant absorbantes. À gauche : évolution de la transmission de l'empilement à 350 nm en fonction de l'épaisseur totale déposée (courbe bleue, dépôt du Ta_2O_5 ; courbe verte, dépôt du SiO_2). À droite : courbe rouge, spectre de transmission de l'empilement à achèvement du dépôt.

2.3 Détermination d'indice

2.3.1 Problématique

Les principales méthodes de contrôle optique utilisées pour le dépôt de filtres interférentiels nécessitent une connaissance précise des propriétés optiques des matériaux utilisés. Ainsi, la mise en œuvre d'un contrôle large bande repose sur la disponibilité d'une base de données d'indices caractérisés en pré-processing. Le contrôle monochromatique de type *trigger point* fera lui aussi appel à une connaissance *a priori* de l'indice de réfraction pour le calcul des points d'arrêt. Et ce sera aussi le cas du contrôle multi-longueurs d'onde de type *turning point*. Par conséquent, on comprend bien que la précision des arrêts de couche réalisés au travers de ces différents types de contrôle optique sera la plupart du temps liée à la précision avec laquelle seront connus les indices de réfraction des matériaux utilisés.

De le cas de procédés de dépôt stables comme la pulvérisation DIBS, cette détermination des constantes optiques des matériaux peut être en général faite une fois pour toutes, compte tenu justement de la très bonne reproductibilité des conditions de dépôt. D'autre part, le caractère énergétique de ce procédé de pulvérisation garantit que les couches déposées présentent une absence totale de porosité, et donc une insensibilité de leurs constantes optiques aux transitions vide-air ou air-vide.

Il est donc ici possible d'utiliser uniquement des déterminations d'indice basées sur l'emploi de mesures réalisées *ex situ* à l'aide de moyens à l'état de l'art comme le spectropho-

tomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050, dont est dotée l'équipe Couches Minces Optiques de l'Institut FRESNEL.

Nous disposons donc de deux informations, à savoir les dépendances spectrales de la transmission $T(\lambda)$ et de la réflexion $R(\lambda)$ d'une monocouche déposée sur un substrat de caractéristiques connues (la plupart du temps, une lame de silice à faces planes et parallèles). Et nous devons parvenir à déterminer, à partir de ces seules informations, l'épaisseur e de la couche et la dépendance spectrale $n(\lambda)$ et $\kappa(\lambda)$ des constantes optiques du matériau qui la compose.

Pour réduire le nombre de données associées à ce problème d'inversion (on parlera souvent ici de *Reverse Engineering*), on a coutume d'utiliser des lois mathématiques permettant de décrire la dépendance spectrale de ces constantes optiques. Ces lois mathématiques sont en fait de deux types :

- soit elles sont purement descriptives, et visent uniquement à *fitter* correctement l'allure de ces dépendances spectrales : on citera ainsi les lois de type CAUCHY ou SELLMEIER pour la partie réelle $n(\lambda)$, ou de type exponentiel pour la partie imaginaire $\kappa(\lambda)$,
- soit elles présentent une réelle signification physique, et, dans ce cas, la dépendance spectrale de ces deux constantes optiques doit tenir compte de l'existence de relations mathématiques, les relations de KRAMERS-KRONIG, que la causalité impose entre les parties réelle et imaginaire des composantes fréquentielles de la susceptibilité électrique $\tilde{\chi}$ du matériau considéré. Ces relations s'écrivent [34] :

$$\begin{cases} \tilde{\chi}'(f) = \tilde{\epsilon}'_r(f) - 1 = -\frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\tilde{\chi}''(u)}{f-u} du \\ \tilde{\chi}''(f) = \tilde{\epsilon}''_r(f) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\tilde{\chi}'(u)}{f-u} du \end{cases} \quad (2.72)$$

où le symbole d'intégration barré désigne la *valeur principale au sens de CAUCHY*. Moyennant quelques transformations mathématiques, ces relations peuvent être également mises sous la forme suivante [4] :

$$n(E) = n_\infty + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{\xi \kappa(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi \quad (2.73)$$

$$\tilde{\epsilon}'_r(E) = \tilde{\epsilon}'_{r,\infty} + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{\xi \tilde{\epsilon}''_r(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi \quad (2.74)$$

où l'on voit clairement que les parties réelle et imaginaire de l'indice de réfraction ne peuvent être traitées de manière indépendante. Différents modèles sont susceptibles d'être utilisés dans ce cadre, parmi lesquels on citera notamment le modèle de FOROUHI-BLOOMER [35] ou le modèle de TAUC-LORENTZ [36].

Nous allons illustrer ces différentes approches au travers de la présentation de deux méthodes différentes de détermination de l'indice de réfraction. La première (paragraphe 2.3.2) repose sur la construction de deux courbes enveloppes passant par les extrema de la transmission spectrale d'une monocouche déposée sur un substrat de silice, tandis que la seconde (paragraphe 2.3.3) met en œuvre une optimisation globale et s'inscrit dans le cadre du modèle de TAUC-LORENTZ.

2.3.2 Méthode des enveloppes

Dans le cas d'un matériau diélectrique présentant une très faible absorption, c'est-à-dire lorsque $\kappa^2 \ll n^2$, SWANEPOEL a proposé en 1983 une méthode de détermination de l'indice de réfraction [37] reposant sur la construction de deux enveloppes respectivement tangentes aux maxima T_M et aux minima T_m des franges apparaissant dans la mesure de transmission d'une monocouche déposée sur un substrat de caractéristiques connues. Ainsi, plus la monocouche étudiée présentera de franges d'interférences dans la plage spectrale accessible à la mesure et plus précise sera la détermination d'indice réalisée.

En reprenant l'approche détaillée par SWANEPOEL, nous pouvons considérer la transmission spectrale d'une monocouche 6H de Ta₂O₅ comme décrite par la relation générale suivante :

$$T(n, x) = \frac{Ax}{B - Cx \cos \phi + Dx^2} \quad (2.75)$$

avec :

$$\begin{aligned} A &= 16 n^2 n_s \\ B &= (n + 1)^3 (n + n_s^2) \\ C &= 2(n^2 - 1)(n^2 - n_s^2) \\ D &= (n - 1)^3 (n - n_s^2) \\ \phi &= \frac{4\pi n e}{\lambda} \\ x &= e^{-4\pi \kappa e / \lambda} \end{aligned}$$

Ceci nous donne directement accès aux expressions analytiques des courbes enveloppes correspondant aux maxima et aux minima, soit :

$$\phi = 2k\pi \Rightarrow T_M = \frac{Ax}{B - Cx + Dx^2} \quad (2.76)$$

$$\phi = (2k + 1)\pi \Rightarrow T_m = \frac{Ax}{B + Cx + Dx^2} \quad (2.77)$$

Compte tenu de l'allure particulière de nos données (cf. Figure 2.12), nous avons recherché pour les courbes enveloppes des *fits* de la forme :

$$T(\lambda) = a e^{-b(\lambda-c)} \quad (2.78)$$

$$\begin{aligned} \text{avec : } a_M &= 0,9320; & b_M &= 0,02381 \text{ nm}^{-1}; & c_M &= 244,3 \text{ nm} \\ a_m &= 0,7221; & b_m &= 0,01332 \text{ nm}^{-1}; & c_m &= 193,8 \text{ nm} \end{aligned}$$

L'accord entre *fits* et données est tout-à-fait satisfaisant, comme le montrent les courbes reportées sur la Figure 2.12.

Pour déterminer la dépendance spectrale de l'indice de réfraction, il nous suffit maintenant de remarquer que :

$$\frac{1}{T_m} - \frac{1}{T_M} = \frac{2C}{A} = \frac{(n^2 - 1)(n^2 - n_s^2)}{4n^2 n_s} \quad (2.79)$$

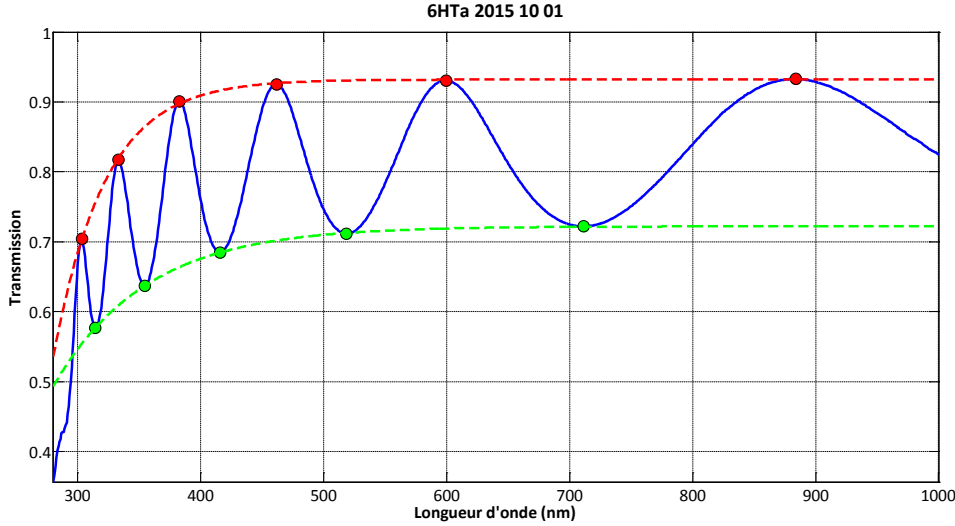


FIGURE 2.12 – Transmission d'une monocouche 6H de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice d'épaisseur 1 mm. Courbe bleue : mesure expérimentale ; points rouges : maxima de transmission ; courbe tiretée rouge : courbe enveloppe T_M ; points verts : minima de transmission ; courbe tiretée verte : courbe enveloppe T_m .

ce qui nous permet d'exprimer $n(\lambda)$ en fonction des valeurs correspondantes des courbes enveloppes $\{T_M(\lambda), T_m(\lambda)\}$ et de celle de l'indice de réfraction du substrat $n_s(\lambda)$, soit :

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - n_s^2}} \quad (2.80)$$

où N est définie par l'expression suivante :

$$N = 2n_s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{1 + n_s^2}{2} \quad (2.81)$$

On notera que ces formules ne font intervenir ni l'épaisseur e de la couche, ni son coefficient d'extinction $\kappa(\lambda)$. Le résultat obtenu est présenté sur la partie gauche de la Figure 2.13. Il est à l'évidence erroné en-deçà de 350 nm, car l'hypothèse de faible absorption n'y est plus satisfaite. À 600 nm, l'indice de réfraction est de 2,123.

La connaissance de $n(\lambda)$ nous permet maintenant de calculer x , d'une part aux longueurs d'onde des extrema, en utilisant les valeurs effectives de transmission, mais également à toutes les autres longueurs d'onde, en utilisant les valeurs associées aux courbes enveloppes. Si l'on utilise la relation (2.76), il vient ainsi :

$$x_M = \frac{(A/T_M) + C - \sqrt{[(A/T_M) + C]^2 - 4BD}}{2D} \quad (2.82)$$

De la même manière, en partant cette fois de la relation (2.77), nous obtenons :

$$x_m = \frac{(A/T_m) - C - \sqrt{[(A/T_m) - C]^2 - 4BD}}{2D} \quad (2.83)$$

Les résultats obtenus sont regroupés sur le graphe placé en partie droite de la Figure 2.13. On constate que les deux déterminations x_M et x_m sont parfaitement cohérentes et mettent en évidence une absence d'absorption au-delà de 500 nm. On rappelle en effet que :

$$x = e^{-4\pi\kappa e/\lambda}$$

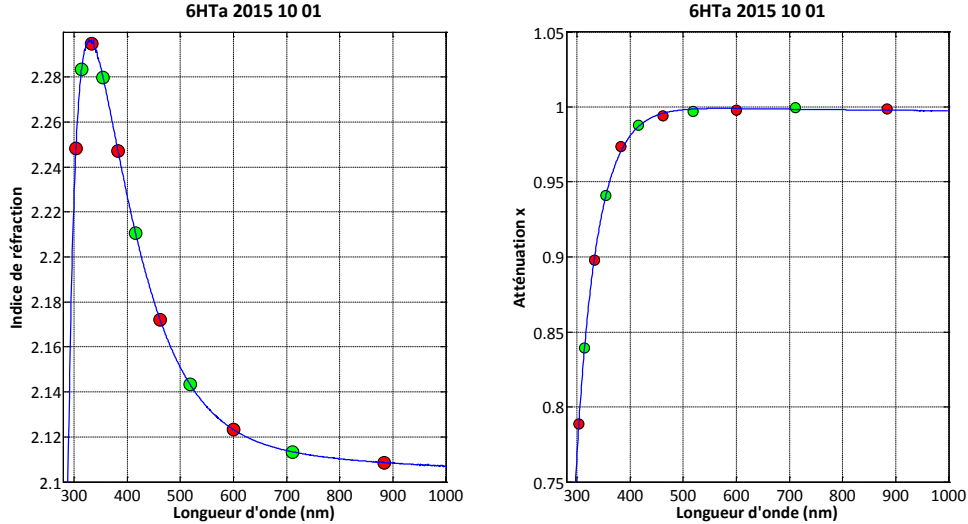


FIGURE 2.13 – Propriétés optiques du Ta_2O_5 déterminées par la méthode des enveloppes. À gauche : indice de réfraction $n(\lambda)$. À droite : coefficient d'atténuation $x(\lambda)$ (points rouges, maxima de transmission ; points verts, minima de transmission ; courbe bleue, fonctions enveloppes).

Une valeur nulle de κ correspondant donc à $x = 1$. Pour en déduire la valeur du coefficient d'extinction, nous avons maintenant besoin de connaître l'épaisseur e de la monocouche.

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour déterminer ce paramètre. Celle qui nous semble la plus pertinente consiste à tirer parti de la relation définissant la position des extrema de la transmission, soit :

$$n(\lambda)e = (m_1 + l)\frac{\lambda}{4} \quad l = 0, 1, 2, \dots \quad (2.84)$$

où m_1 est entier ou demi-entier suivant que l'extremum correspondant à la longueur d'onde la plus grande est un maximum ou un minimum, puis à reformuler cette expression de la manière suivante :

$$l = 4e\frac{n(\lambda)}{\lambda} - m_1 \quad (2.85)$$

ce qui montre que, si l'on trace l'ordre l de l'extremum en fonction de $n(\lambda)/\lambda$, les points doivent s'organiser le long d'une droite de pente $4e$ et d'abscisse à l'origine $-m_1$.

C'est ce que représente le tracé de gauche de la Figure 2.14, la régression linéaire étant ici restreinte aux points dont les longueurs d'onde sont supérieures à 500 nm (absence d'absorption).

On notera que l'abscisse à l'origine de la droite de régression correspond bien à un entier négatif (égale à -4), comme attendu. La valeur d'épaisseur qui se déduit directement de celle de la pente de cette droite est de 421,1 nm.

Comme indiqué plus haut, ce résultat nous permet de calculer les valeurs du coefficient d'extinction κ , tout d'abord aux longueurs d'onde des extrema, puis, à l'aide des courbes enveloppes, à toutes les longueurs d'onde (*cf.* graphique situé en partie droite de la Figure 2.14).

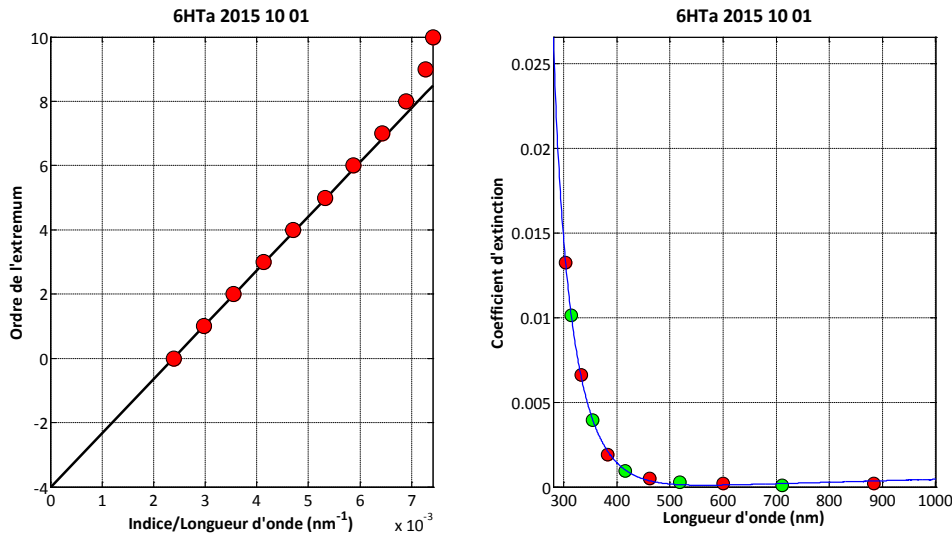


FIGURE 2.14 – Épaisseur e et coefficient d'extinction $\kappa(\lambda)$. À gauche : variation de l'ordre d'interférences l en fonction du rapport $n(\lambda)/\lambda$; points rouges, données issues de la mesure; courbe noire, fit linéaire; À droite : coefficient d'extinction $\kappa(\lambda)$; points rouges, maxima de transmission; points verts, minima de transmission; courbe bleue, fonctions enveloppes.

Nous disposons donc maintenant de toutes les informations nécessaires à une modélisation des propriétés optiques de la structure {substrat + monocouche}. Ceci va nous permettre de faire une comparaison directe entre le résultat de cette modélisation et les données expérimentales dont elles sont issues (*cf.* Figure 2.15). On constate que l'accord obtenu est convenable et qu'il se dégrade dans la partie bleue du spectre. Si on se limite au domaine 350 nm - 1000 nm, la valeur de l'écart quadratique moyen entre modèle et expérience ressort à près de 3%.

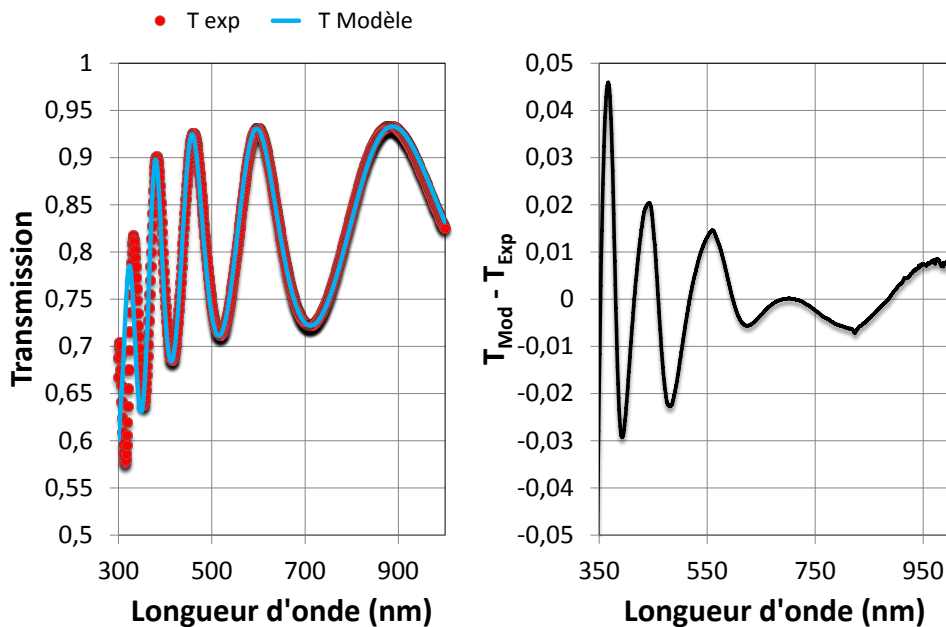


FIGURE 2.15 – Comparaison Modèle/Expérience. À gauche : dépendance spectrale de la transmission; points rouges, mesures expérimentales; courbe bleu clair, modèle. À droite : écart modèle-expérience.

2.3.3 Optimisation Globale

Bien que relativement simple à mettre en œuvre, l'extraction des propriétés optiques d'un matériau déposé en couche mince par la méthode des enveloppes présente un certain nombre de limitations, parmi lesquelles on citera notamment :

- elle n'est applicable qu'à une monocouche, et devient donc inutilisable dès que l'on s'intéresse à un simple bicouche, comme nous l'avons fait au paragraphe 2.2,
- sa précision est directement fonction de la qualité du *fit* réalisé par les courbes enveloppes, et surtout de la justesse des données que celles-ci génèrent entre deux extrema de même nature.
- elle ne satisfait pas de manière explicite au principe de causalité.

C'est la raison pour laquelle cette méthode, malgré sa simplicité, n'est finalement que peu utilisée, car les écarts RMS auxquels elle conduit sont souvent supérieurs au pour cent.

On lui préférera donc des méthodes d'optimisation dans lesquelles le critère de convergence est justement constitué par la minimisation de cet écart quadratique moyen entre transmission modélisée et transmission mesurée sur la totalité du domaine spectral (on parlera alors de *fonction de mérite*). Les travaux réalisés par Lihong GAO durant sa thèse sous la direction de Fabien LEMARCHAND [38] ont permis de comparer de manière objective la qualité des résultats fournis par différents modèles de description des constantes optiques de matériaux faiblement absorbants [4], tels que le modèle de FOROUHI-BLOOMER [35], le modèle de DRUDE modifié [39] ou encore le modèle de TAUC-LORENTZ [36].

Nous allons maintenant décrire de manière synthétique les principales caractéristiques de ce dernier modèle, avant d'appliquer la méthode GAO-LEMARCHAND à la détermination des constantes optiques de couches de Ta₂O₅ et de SiO₂ déposées à l'aide de la machine DIBS dont nous disposons.

2.3.3.1 Modèle de Tauc-Lorentz

Proposé par JELLISON et MODINE en 1996 [36], ce modèle est depuis largement utilisé pour décrire les propriétés optiques de nombreux matériaux amorphes. Le point de départ est ici constitué par une formulation, au sens de l'oscillateur de LORENTZ, de la partie imaginaire ε_2 de la permittivité électrique prenant en compte la densité d'états définie par TAUC, soit :

$$\varepsilon_2(E) = \begin{cases} \frac{AE_0C(E - E_g)^2}{(E^2 - E_0^2)^2 + C^2E^2E} \frac{1}{E} & \text{si } E > E_g \\ 0 & \text{si } E \leq E_g \end{cases} \quad \text{avec } E = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.86)$$

où E_g désigne le gap du matériau, E_0 l'énergie du pic de la transition, C son facteur d'élargissement et A un paramètre relié aux éléments de la matrice de transition du milieu. La dépendance de la partie réelle ε_1 de la permittivité diélectrique en fonction de l'énergie E s'en déduit aussitôt par application de la relation de KRAMERS-KRONIG, soit :

$$\varepsilon_1(E) = \varepsilon_\infty + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{\xi \varepsilon_2(\xi)}{\xi^2 - E^2} d\xi \quad (2.87)$$

On peut montrer que l'expression analytique de $\varepsilon_1(E)$ s'écrit [4] :

$$\begin{aligned}
\varepsilon_1(E) = \varepsilon_\infty & - \frac{AE_0C}{\pi\zeta_4E} \frac{E^2 + E_g^2}{E_g + E} \ln \frac{|E_g - E|}{E_g + E} \\
& + \frac{2AE_0CE_g}{\pi\zeta_4} \ln \frac{|E_g - E|(E_g + E)}{\sqrt{(E_0^2 - E_g^2)^2 + c^2E_g^2}} \\
& + \frac{ACa_L}{2\pi\zeta_4\alpha E_0} \ln \left[\frac{E_0^2 + E_g^2 + \alpha E_g}{E_0^2 + E_g^2 - \alpha E_g} \right] \\
& - \frac{Aa_A}{\pi\zeta_4E_0} \left[\pi - \arctan \frac{2E_g + \alpha}{C} - \arctan \frac{2E_g - \alpha}{C} \right] \\
& + 4AE_0E_g \frac{E^2 - \gamma^2}{\pi\zeta_4\alpha} \left[\frac{\pi}{2} - \arctan \frac{2(E_g^2 - \gamma^2)}{\alpha C} \right] \tag{2.88}
\end{aligned}$$

où les variables de (2.88) sont exprimées tel que :

$$\begin{aligned}
a_L & = (E_g^2 - E_0^2) E^2 + E_g^2 C^2 - E_0^2 (E_0^2 + 3E_g^2) \\
a_A & = (E^2 - E_0^2) (E_0^2 + E_g^2) + E_g^2 C^2 \\
\gamma & = \sqrt{E_0^2 - \frac{C^2}{2}} \\
\alpha & = \sqrt{4E_0^2 - C^2} \\
\zeta_4 & = (E^2 - E_0^2)^2 + C^2 E^2
\end{aligned}$$

À partir de ces expressions analytiques de ε_1 et de ε_2 , on peut calculer n et κ en utilisant la relation générique entre indice complexe et permittivité électrique, à savoir :

$$(n + i\kappa)^2 = (n^2 - \kappa^2) + 2in\kappa = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 \quad \text{avec } \kappa > 0 \tag{2.89}$$

Le modèle que nous venons de présenter correspond à un oscillateur simple. Lorsque les données le requièrent, il est possible de le généraliser à N oscillateurs, mais cela ne sera pas nécessaire dans notre cas.

2.3.3.2 Fonction de mérite et optimisation globale

Pour un jeu donné de paramètres E_g , E_0 , C et A , nous sommes donc en mesure de calculer l'indice $n(\lambda)$ et le coefficient d'extinction $\kappa(\lambda)$ du matériau de la monocouche, puis d'en déduire, à l'aide du formalisme décrit au paragraphe 2.1, la dépendance spectrale des coefficients de transmission $T_{\text{th}}(\lambda)$ et de réflexion $R_{\text{th}}(\lambda)$ qui leur sont associés pour une valeur particulière de l'épaisseur e de cette couche.

Nous pouvons alors comparer ces fonctions calculées $T_{\text{th}}(\lambda)$ et $R_{\text{th}}(\lambda)$ aux mesures expérimentales $T_{\text{exp}}(\lambda)$ et $R_{\text{exp}}(\lambda)$ en quantifiant la distance qui les sépare à l'aide d'une fonction de mérite $M(\mathbf{X}, e)$ définie par :

$$M(\mathbf{X}, e) = p \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [T_{\text{th}}(\mathbf{X}, e, \lambda_i) - T_{\text{exp}}(\lambda_i)]^2} + (1-p) \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [R_{\text{th}}(\mathbf{X}, e, \lambda_i) - R_{\text{exp}}(\lambda_i)]^2}$$

où \mathbf{X} désigne un vecteur ligne contenant les 4 paramètres descriptifs du modèle de TAUC-LORENTZ, N le nombre de données expérimentales de transmission sur lesquelles la comparaison va porter, et p un paramètre permettant d'ajuster le poids relatif attribué à la prise en compte des données de transmission et de réflexion.

À l'aide d'un ordinateur, on peut calculer les valeurs prises par cette fonction de mérite sur un large domaine de variation du vecteur \mathbf{X} , et rechercher le minimum de cette fonction sur le domaine de variations exploré. Mais, compte tenu de la complexité du modèle de TAUC-LORENTZ et du nombre de paramètres impliqués dans sa description, on ne peut évidemment être sûr que ce minimum corresponde au minimum absolu de cette fonction de mérite. Il est donc nécessaire de mettre en œuvre une méthode d'optimisation globale, et le choix de Fabien LEMARCHAND s'est porté sur la méthode CGO (*Cluster Global Optimization*) [40].

La méthode CGO peut être vue comme une variante améliorée de la procédure d'optimisation dite *Multistart* dans laquelle une recherche locale de minimum est effectuée à partir de plusieurs points de départ répartis sur l'ensemble du domaine de variations considéré comme pertinent, mais en évitant, par un choix convenable de ces points de départ, de retrouver plusieurs fois le même minimum local.

2.3.3.3 Application au cas de la monocouche de Ta_2O_5

En appliquant la méthode d'extraction proposée par GAO-LEMARCHAND aux mêmes données que celles utilisées au paragraphe 2.3.2, lors de la présentation de la méthode des enveloppes, nous obtenons les dispersions des constantes optiques $n(\lambda)$ et $\kappa(\lambda)$ représentées sur la Figure 2.16, associées à une épaisseur physique de 421,2 nm.

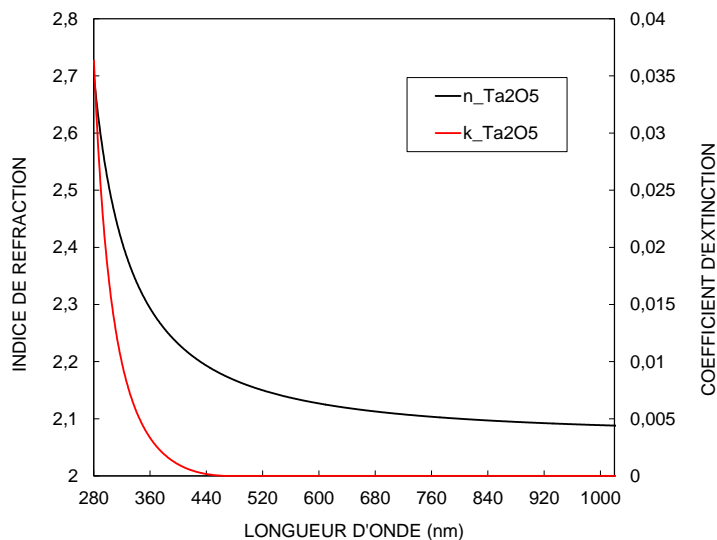


FIGURE 2.16 – Dépendances spectrales de l'indice de réfraction $n(\lambda)$ et du coefficient d'extinction $\kappa(\lambda)$ de la monocouche de Ta_2O_5 déterminées par la méthode GAO-LEMARCHAND.

À la longueur d'onde référence de 600 nm, l'indice de réfraction est ici égal à 2,134.

Il nous a paru utile de confronter les résultats obtenus par cette méthode d'optimisation globale à ceux que fournit le programme OPTICAR, module faisant partie de la suite logiciel OPTILAYER développée par Alexander TIKHONRAVOV et dédiée à la détermination

des constantes optiques de matériaux en couches minces à partir de mesures spectrophotométriques ou ellipsométriques [41]. Le programme OPTILAYER repose sur la minimisation d'une fonction de mérite dans laquelle la dépendance spectrale de l'indice de réfraction est décrite par une loi de CAUCHY d'ordre 4, soit :

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} \quad (2.90)$$

Le résultat fourni par ce logiciel est proche de celui obtenu avec la méthode GAO-LEMARCHAND et se trouve notamment caractérisé par une épaisseur physique de 420,1 nm et un indice de 2,139 à 600 nm.

Comme pour la méthode des enveloppes, il nous est maintenant possible de comparer les mesures expérimentales de transmission aux résultats fournis par notre logiciel de simulation pour les constantes optiques déterminées à l'aide de ces deux dernières méthodes. C'est l'objet de la Figure 2.17.

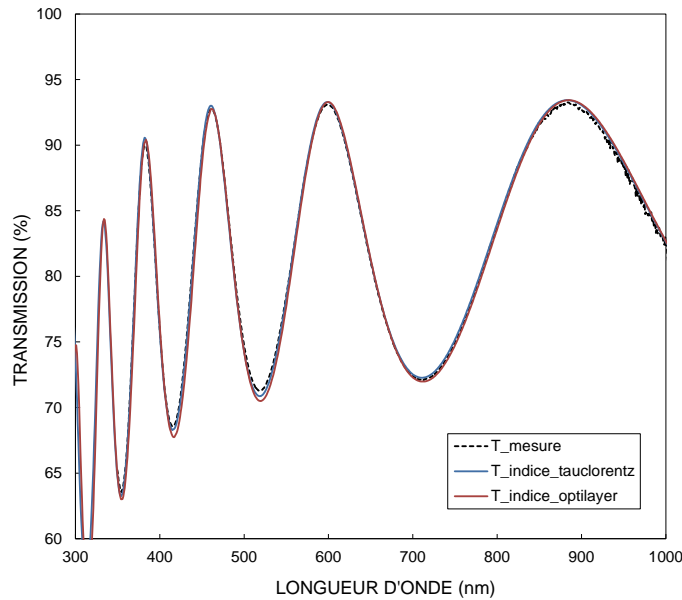


FIGURE 2.17 – Transmission spectrale de la monocouche de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice (courbe tiretée noire : mesures expérimentales ; courbe bleue : modèle de TAUC-LORENTZ ; courbe rouge : logiciel OPTICAR).

Nous disposons donc de trois jeux de paramètres NKE déterminés à l'aide de trois méthodes différentes (méthode des enveloppes, méthode GAO-LEMARCHAND, logiciel OPTICAR). Leurs caractéristiques synthétiques sont regroupées dans la Table 2.1.

Méthode	e (nm)	n	κ	Fonction de mérite M (%)
Enveloppes	421,1	2,123	$2,26 \cdot 10^{-4}$	2,80
GAO-LEMARCHAND	421,2	2,134	0	0,31
OPTICAR	420,1	2,139	$1,59 \cdot 10^{-5}$	0,55

TABLE 2.1 – Comparatif de l'épaisseur et des constantes optiques à la longueur d'onde de 600 nm d'une monocouche de Ta_2O_5 déterminées par 3 méthodes différentes.

2.3.3.4 Détermination des constantes optiques du SiO_2

La caractérisation des constantes optiques NKE d'une couche mince diélectrique de SiO_2 ne peut être réalisée, comme pour le Ta_2O_5 , à partir d'un dépôt direct sur un substrat de silice. En effet, le contraste d'indice entre couche et substrat est pratiquement égal à 1 et les variations de transmission qui en résultent sont trop faibles pour pouvoir être exploitées.

Dans le passé, il était usuel de remplacer alors le substrat de silice par un verre de haut indice pour disposer d'un contraste d'indice suffisant. Mais cette méthode souffrait de deux inconvénients majeurs :

- les propriétés optiques de ces verres manquaient souvent de reproductibilité,
- les conditions de dépôt n'étaient pas complètement représentatives de l'usage final, du fait de la différence de propriétés physico-chimiques des deux types de substrats mobilisés (silice pour le dépôt réel, verre haut indice pour la détermination des constantes optiques).

C'est la raison pour laquelle nous avons maintenant coutume de remplacer l'utilisation d'un verre dense par l'insertion d'une couche de matériau haut indice entre le substrat et la couche de SiO_2 . Cette méthode apporte en effet des solutions pertinentes aux deux problèmes que nous venons de formuler.

Dans la pratique, les déterminations d'indice sont faites à partir de mesures spectrophotométriques réalisées *ex situ* en adoptant l'une des deux séquences suivantes :

Séquence 1 : on dépose et on caractérise lors d'un premier *run* une monocouche *pH* de matériau haut indice, puis lors d'un second *run* un bicouche *pHqB*, et on fait l'hypothèse (loisible dans notre cas) que les indices de la couche *H* sont identiques lors des deux *runs*,

Séquence 2 : on place deux substrats de silice dans le bâti, on réalise le dépôt d'une monocouche *pH* de matériau haut indice sur ces deux substrats, puis on prélève l'un d'entre eux et on réalise enfin le dépôt de la couche *qB* de matériau bas indice.

Lorsque la machine est équipée d'un sas d'introduction des échantillons (*load-lock chamber*), la seconde séquence est à l'évidence la meilleure. Dans le cas de notre machine DIBS, nous ne disposons pas de cet accessoire, et il est donc nécessaire de remettre la chambre de dépôt à la pression atmosphérique pour effectuer le prélèvement, ce qui peut avoir des conséquences sur les propriétés de l'interface *HB* et donc, sur les propriétés de la couche bas indice dans les premiers instants de sa croissance.

Nous avons choisi ici d'utiliser la **Séquence 1** avec $p = q = 6$. Nous sommes donc à même de comparer les indices obtenus pour cette couche haut d'indice ($n = 2,127$ à 600 nm) avec ceux donnés au paragraphe 2.3.3.3 ($n = 2,134$). Par ailleurs, la concordance entre les résultats fournis par le modèle et les mesures expérimentales est tout-à-fait satisfaisante (*cf.* Figure 2.18).

L'épaisseur physique de la couche ressort cette fois à $422,9$ nm (il n'y a pas de raison qu'elle soit rigoureusement identique à celle précédemment déposée, même si notre objectif était qu'elles soient en fait similaires).

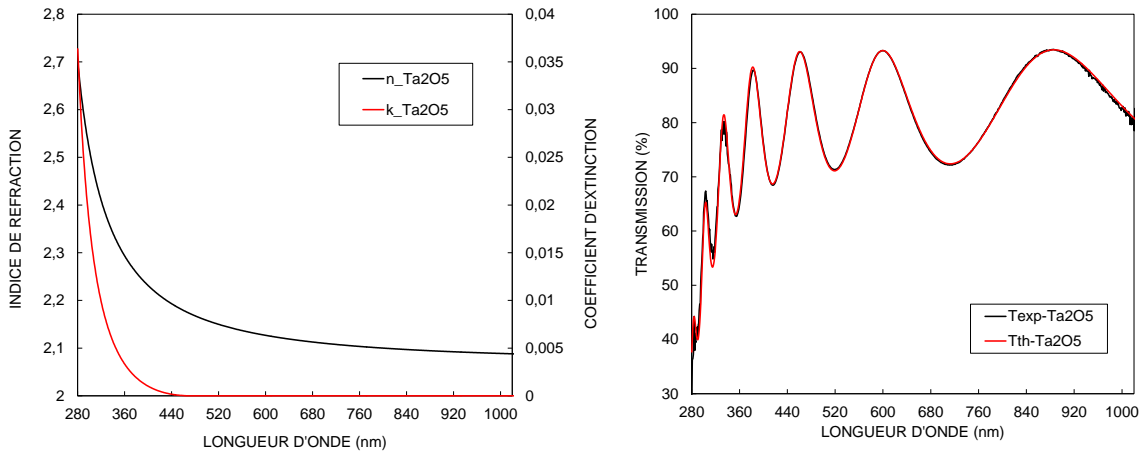


FIGURE 2.18 – Caractérisation de la couche de Ta_2O_5 déposée lors de la première étape de la Séquence 1. À gauche : constantes optiques du Ta_2O_5 . À droite : comparaison entre résultats du modèle et mesures expérimentales.

Une fois déposée la couche bas indice, il ne nous reste plus qu'à appliquer la méthode GAO-LEMARCHAND au bicouche résultant en donnant aux paramètres NKE de la couche H ceux déterminés précédemment. L'indice de réfraction à $\lambda = 600$ nm du SiO_2 ressort à 1,475 pour une épaisseur physique de 794,1 nm.

La Figure 2.19 présente le résultat de cette détermination de manière globale, ainsi que la concordance remarquable entre résultats du modèle et mesures expérimentales.

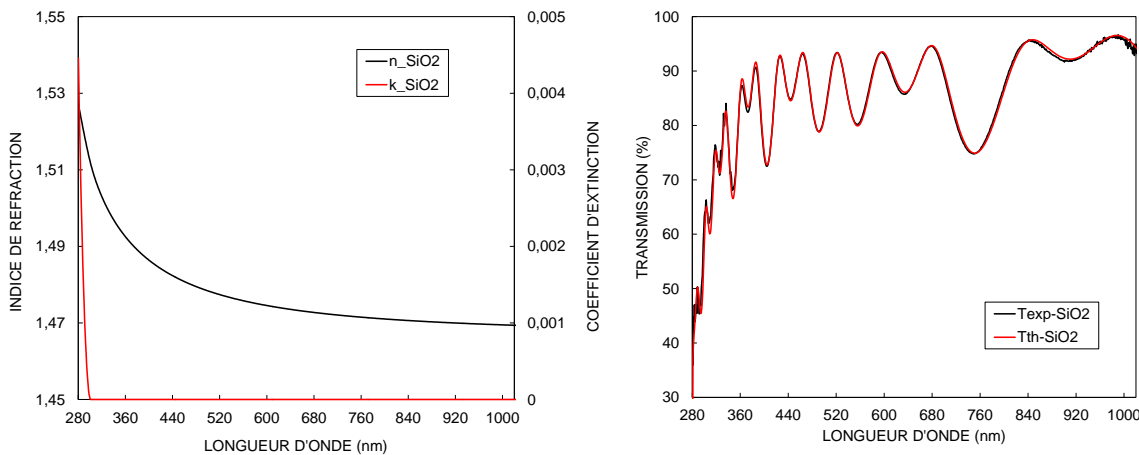


FIGURE 2.19 – Caractérisation de la couche de SiO_2 déposée lors de la seconde étape de la Séquence 1. À gauche : constantes optiques du SiO_2 . À droite : comparaison entre résultats du modèle et mesures expérimentales.

On constate que l'absorption du SiO_2 (directement liée aux valeurs du coefficient d'extinction κ) est quasi inexistante sur la gamme 300 nm - 1000 nm. Par conséquent, l'absorption qui apparaît dans la partie bleue de la courbe de transmission spectrale du bicouche est entièrement due à celle du Ta_2O_5 .

2.3.3.5 Détermination des constantes optiques du HfO_2

Le recours au dioxyde d'hafnium HfO_2 peut s'avérer intéressant lorsque l'on recherche de bonnes performances en transmission du traitement dans la partie bleue du spectre ou une valeur élevée de tenue aux flux laser. Nous avons donc appliqué la méthode GAO-LEMARCHAND à la détermination des constantes optiques de ce second matériau haut indice.

La concordance entre résultats de la modélisation et mesures expérimentales est à nouveau satisfaisant (*cf.* Figure 2.20), même si la valeur élevée du coefficient d'extinction ($\kappa = 1,7 \cdot 10^{-3}$ à 600 nm) montre qu'une ré-optimisation du procédé de dépôt serait utile. L'indice de réfraction à la longueur d'onde de 600 nm ressort à 1,962 pour une épaisseur physique de 527,6 nm.

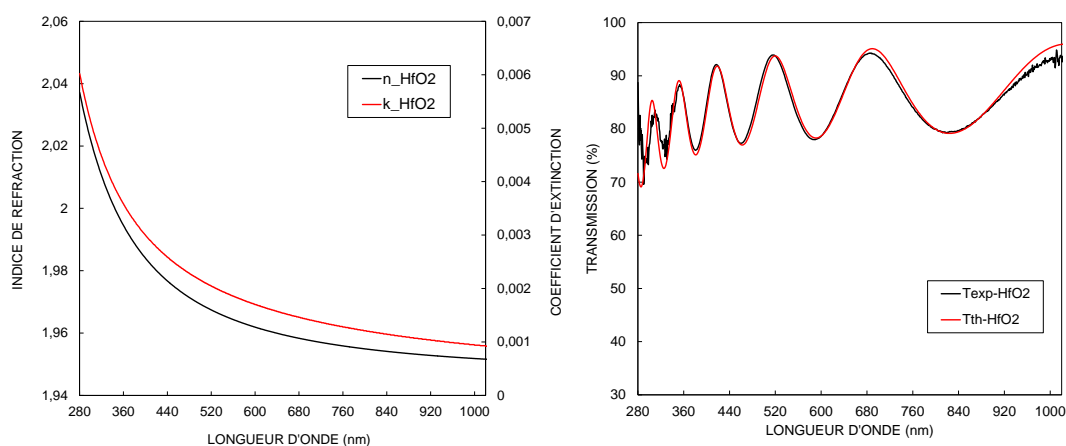


FIGURE 2.20 – Caractérisation d'une monocouche d' HfO_2 . À gauche : constantes optiques du HfO_2 . À droite : comparaison entre résultats du modèle et mesures expérimentales.

2.3.4 Mesures *in situ*

Dans les paragraphes qui précèdent, nous avons vu qu'une détermination précise des indices de réfraction d'un matériau nécessitait de disposer :

- d'une mesure, sur un large domaine spectral, de la transmission d'une monocouche de *forte* épaisseur (quelques quarts d'onde) déposée sur un substrat d'indice connu et présentant en outre un contraste d'indice suffisant avec celui de ce matériau (ceci pouvant nous conduire à utiliser le dépôt d'une sous-couche d'indice approprié et à remplacer alors l'indice du substrat par l'admittance de cette sous-couche),
- d'un modèle de comportement de la dépendance spectrale de cet indice (partie réelle et partie imaginaire), permettant de réduire à quelques unités le nombre de paramètres nécessaires à sa description (modèle de TAUC-LORENTZ, par exemple),
- d'un programme d'optimisation permettant, grâce à la minimisation d'une fonction de mérite, de déterminer les valeurs numériques de ces quelques paramètres descriptifs.

La possibilité de réaliser *in situ* les mesures associées à cette détermination d'indice présenterait à l'évidence plusieurs avantages :

1. elle rendrait possible un test direct de l'effet de la mise à l'atmosphère de cette monocouche (passage vide/air) et permettrait de s'assurer du caractère non poreux de sa structure,
2. elle permettrait d'appliquer la procédure de détermination d'indice à toute couche respectant les deux critères énoncés plus haut (épaisseur optique suffisante, contraste d'admittance suffisant),
3. elle donnerait accès, non seulement aux données spectrales associées aux propriétés de la couche à achèvement de son dépôt, mais également à toutes celles qui caractériseraient son comportement spectral au fur et à mesure de sa formation (dans les limites définies au point 2).

L'objectif défini au point 1 pourrait être rempli par un contrôle optique *in situ* de type monochromatique, pour autant que soit optimisé le temps nécessaire au balayage d'une large gamme spectrale (par exemple, 350 nm - 1000 nm). Dans une certaine mesure, ce même moyen serait susceptible de répondre aux exigences associées au point 2.

Par contre, seul un dispositif d'enregistrement large bande à faible temps de mesure (typiquement quelques millisecondes) permettrait d'aborder la problématique définie au point 3 et de faciliter ainsi cette détermination d'indice en rajoutant une composante temporelle aux données spectrales acquises (utilisation du **cube de données** $T[\lambda, e(t)]$).

C'est l'une des raisons pour lesquelles nous avons décidé d'implanter, sur l'un des bâtis de dépôt de l'équipe RCMO, un contrôle optique *in situ* large bande, sans renoncer pour autant à la mise en œuvre d'un contrôle monochromatique, dont les caractéristiques de résolution et de dynamique ne sont pas accessibles, par construction, à un dispositif large bande. Notre choix s'est porté sur le bâti de technologie DIBS dont est doté l'Institut FRESNEL, car ce procédé dispose d'une très grande stabilité de la vitesse de dépôt, ce qui rendra *a priori* plus aisé le traitement du cube de données mentionné plus haut.

Le Chapitre 3 sera donc consacré à une présentation détaillée de ce bâti et des moyens optiques de contrôle dont nous l'avons doté, et nous reviendrons sur l'aspect détermination d'indice au Chapitre 4, une fois qualifiées les performances métrologiques de ce nouveau système.

Chapitre 3

Contrôle optique *in situ*

Sommaire

3.1	Présentation du bâti	64
3.1.1	Procédé de dépôt	64
3.1.2	Uniformité spatiale	65
3.2	Description du montage	67
3.2.1	Architecture générale	68
3.2.2	Source de lumière	70
3.2.3	Systèmes optiques d'émission-réception	71
3.2.4	Interfaces mécaniques	76
3.2.5	Interface porte-substrat	77
3.2.6	Séparateur de voies (<i>beam splitter</i>)	78
3.2.7	Voie large bande (BBM)	80
3.2.8	Voie monochromatique (MM)	81
3.2.9	Acquisition et traitement des données	84
3.2.10	Interfaçage avec le PC de supervision du bâti	86
3.3	Caractérisation optique du montage	87
3.3.1	Bilan de flux	87
3.3.2	Calibration spectrale	95
3.3.3	Correction de la non-linéarité de réponse du PDA	96
3.3.4	Fonction d'appareil spectrale	99
3.4	Conclusion	107

3.1 Présentation du bâti

3.1.1 Procédé de dépôt

Comme nous l'avons déjà indiqué au paragraphe 1.2.3, la technologie de dépôt utilisée dans le cadre de ce travail de thèse est la pulvérisation ionique assistée ou DIBS (*Dual Ion Beam Sputtering*).

Cette technique de dépôt sous vide permet d'obtenir des couches dont les propriétés physiques sont très proches de celles du matériau massif et présentent en outre une grande reproductibilité. Un autre avantage de ce procédé est la grande stabilité de sa vitesse de dépôt, ce qui rend possible un contrôle au temps, par mise en œuvre d'un simple chronomètre.

Notre *pulvérisateur* se compose de deux canons à ions asservis en puissance :

- un premier canon à haute énergie (IBS, *Ion Beam Sputtering*), disposant d'une lentille électro-mécanique convexe et permettant de pulvériser la matière à partir d'une cible de matériau, le plus souvent métallique,
- et un second canon de plus basse énergie (IAD, *Ion Assisted Deposition*), dont la lentille électro-mécanique concave est utilisée pour assister le processus de condensation et densifier les couches de l'empilement sous atmosphère réactive.

Les matériaux accessibles de manière séquentielle au cours d'un même dépôt sont le pentoxyde de tantale (Ta_2O_5), le dioxyde d'hafnium (HfO_2) et le dioxyde de silicium (SiO_2). Pour ces différents matériaux, les vitesses de dépôt typiques mesurées avec une microbalance à quartz sont respectivement de 1,6 Å/s ; 0,5 Å/s et 1,8 Å/s. Les indices de réfraction déterminés à partir de mesures spectrophotométriques sont respectivement, à la longueur d'onde de 600 nm, de 2,15 pour le Ta_2O_5 , de 1,95 pour le HfO_2 et de 1,49 pour le SiO_2 . Ces deux derniers matériaux sont utilisés en association dans le cas de fonctions de filtrage spécifiées dans le bleu et le proche UV, tandis que le pentoxyde de tantale sera préféré pour toutes les applications visible et proche IR.

Outre les diélectriques, il est également possible de déposer des métaux comme l'aluminium ou l'argent, en pulvérisant des cibles de ces matériaux en l'absence de toute atmosphère réactive.

Les dépôts sont usuellement réalisés sur des substrats de silice de diamètre 25 mm montés dans un porte-substrat tournant à une vitesse de 2 tours par seconde (2 Hz).

Le bâti est équipé de deux hublots en silice UV permettant l'injection et la réception d'un faisceau de lumière blanche. On notera que celui-ci passe par un périscope composé de deux miroirs plans inclinés à 45° et munis d'un traitement réfléchissant large bande en aluminium protégé, afin de minimiser l'absorption du flux lumineux dans le domaine des courtes longueurs d'onde.

L'ensemble du système est géré de manière automatique par un PC de supervision permettant non seulement de piloter toutes les séquences d'un dépôt, mais aussi de contrôler et d'asservir le système de pompage, ainsi que l'alimentation en eau de refroidissement et en gaz.

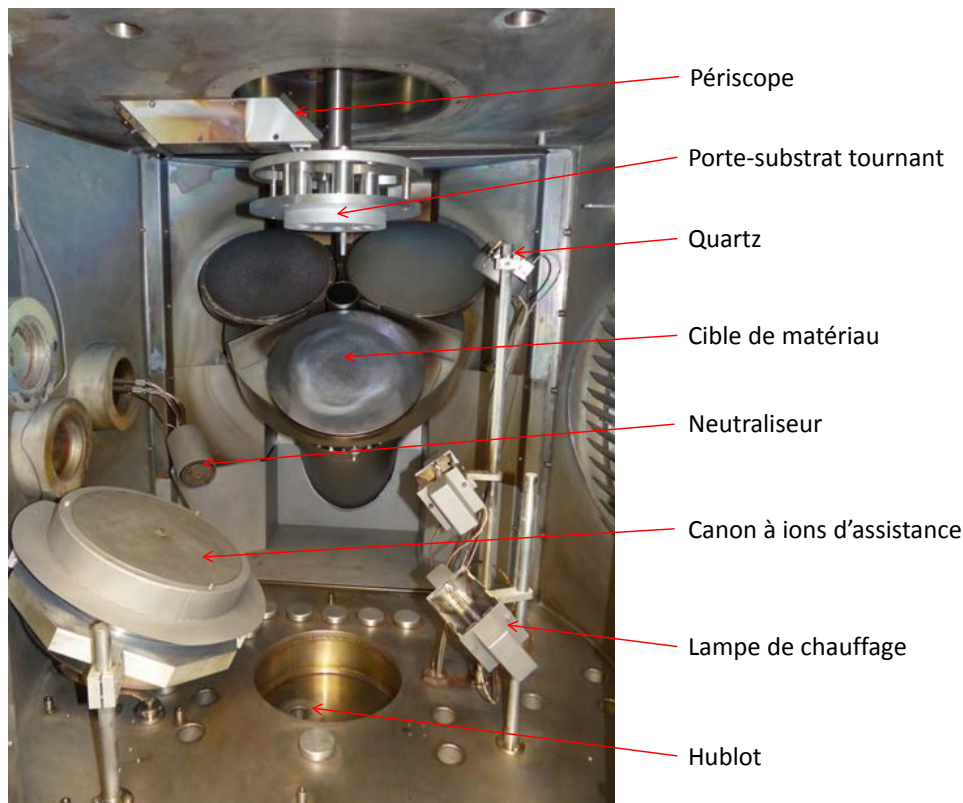


FIGURE 3.1 – Vue de l'intérieur du bâti DIBS de l'Institut FRESNEL.

La photographie placée à la Figure 3.1 présente l'intérieur de ce bâti de dépôt. On distingue à l'arrière plan, trois cibles de matériau montées sur un plateau motorisé et à l'avant plan le canon à ions d'assistance. En partie haute, on voit le porte-substrat mobile en rotation autour d'un arbre central, ainsi que le périscope utilisé pour ramener vers l'axe de la machine le faisceau lumineux du contrôle optique *in situ*. On aperçoit également en partie basse le hublot optique de sortie, au fond du trou central percé dans la platine inférieure.

3.1.2 Uniformité spatiale

L'intégration du flux transmis par l'échantillon utilisé comme témoin de contrôle est réalisée sur une surface circulaire dont le diamètre est défini par la taille naturelle du faisceau lumineux utilisé ou par celle fixée par un éventuel diaphragme inséré sur son trajet.

Or, comme la distance entre la cible de matière et le porte-substrat est relativement réduite, l'épaisseur déposée sur l'échantillon témoin peut varier de manière rapide en fonction du point considéré à sa surface. Pour garantir la qualité métrologique de nos mesures optiques *in situ*, il nous faut donc avoir une bonne connaissance de l'uniformité effective des dépôts, afin de spécifier la valeur maximale que peut prendre le diamètre de la zone de mesure.

Durant sa thèse, Lætitia ABEL-TIBERINI a réalisé une étude approfondie de l'uniformité spatiale des dépôts réalisés à l'aide de cette machine [42]. Elle a notamment montré que l'épaisseur e déposée en un point M de l'échantillon était décrite de manière générale par

une loi du type :

$$e(M) = \frac{\cos^a \alpha(M, C) \cos \beta(M, C)}{r^2} \cdot Q(C) \quad (3.1)$$

où α désigne l'angle entre la direction principale de pulvérisation et la droite reliant les points considérés de la cible et de l'échantillon, β l'angle entre cette même droite et la normale à l'échantillon, r la distance entre ces mêmes points de la cible et de l'échantillon, a un paramètre rendant compte de la directivité du lobe de pulvérisation et Q la quantité de matière pulvérisée issue du point C considéré à la surface de la cible. Dans le cas d'une cible étendue, cette relation doit naturellement être intégrée sur toute la surface de la cible, et dans le cas d'un échantillon en mouvement, elle doit être également sommée sur la totalité de la trajectoire parcourue par le point considéré durant le dépôt.

La Figure 3.2 donne une représentation schématique de la géométrie de la machine DIBS dont dispose l'Institut FRESNEL. La hauteur h entre le centre de la cible et le centre du porte-échantillon est de 230 mm, le rayon ρ de giration du centre de l'échantillon est de 50 mm, tandis que la distance R entre l'axe de rotation du porte-échantillon et le centre de la cible est de 125 mm.

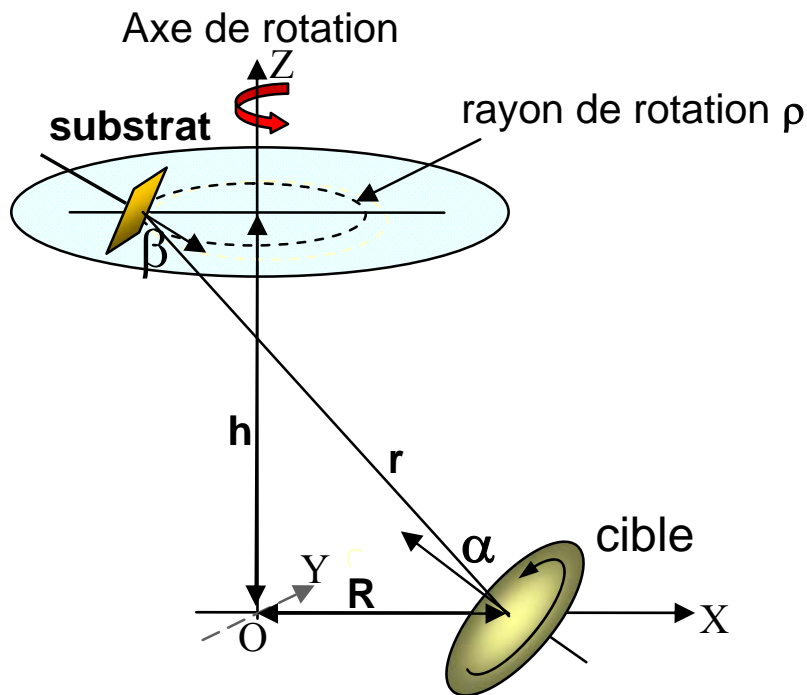


FIGURE 3.2 – Caractéristiques géométriques de la machine de dépôt DIBS.

Nous définirons l'uniformité $u(x, y)$ comme le rapport entre l'épaisseur physique e déposée en un point (x, y) de l'échantillon et l'épaisseur maximale e_{\max} déposée dans la zone d'intérêt, soit :

$$u(x; y) = \frac{e(x, y)}{e_{\max}} \quad (3.2)$$

Les études menées par Lætitia ABEL-TIBERINI ont montré que cette uniformité était fonction de l'angle entre la verticale et la normale à la surface de l'échantillon et pouvait atteindre, dans le cas du Ta_2O_5 , une valeur optimale de 99,82 % sur un disque de 20 mm

de diamètre lorsque cet angle était de $10,1^\circ$. De la même manière, dans le cas du SiO_2 , l'uniformité optimale était de 99,84 %; toujours sur un disque de 20 mm de diamètre, mais cette fois pour un angle de $8,5^\circ$.

Nous avons placé à la Figure 3.3 le résultat d'une mesure expérimentale d'uniformité effectuée dans une configuration proche de l'angle optimal, lors du dépôt d'une monocouche de Ta_2O_5 . Une ligne d'iso-uniformité est tracée tous les 0,03 %.

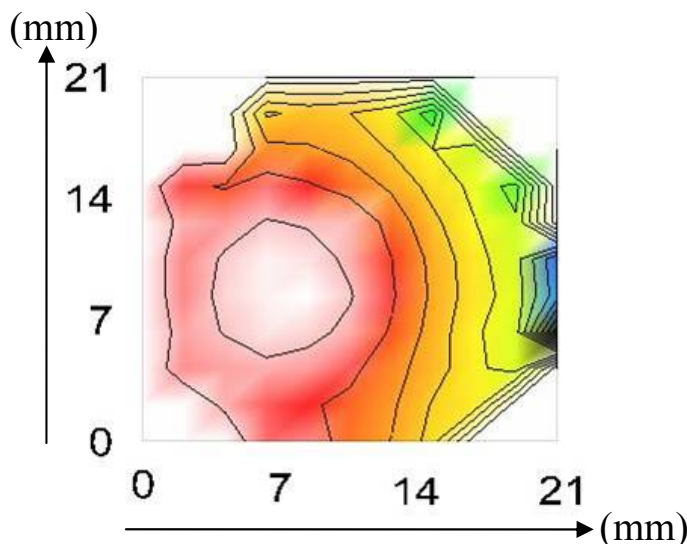


FIGURE 3.3 – Uniformité mesurée sur une couche de Ta_2O_5 déposée à l'aide de la machine DIBS sur un substrat incliné à $10,1^\circ$ (d'après [42]). Une ligne d'iso-uniformité est tracée tous les 0,03 %.

L'ensemble de ces résultats montre que nous devons utiliser un porte-substrat dans lequel les logements seront usinés avec un angle de basculement compris entre 8° et 10° , de manière à pouvoir garantir une uniformité meilleure que 0,1 % sur un diamètre de 15 mm. C'est donc cette dernière valeur que nous utiliserons comme guide de conception dans le dimensionnement de notre système de contrôle optique *in situ*.

3.2 Description du montage

Nous avons été naturellement amenés à concevoir un système optique d'émission/réception qui soit adapté aux interfaces mécaniques et aux dimensions de la machine hôte que nous avons retenue.

Ce système optique a en outre recours à des liaisons par fibre optique, de manière à simplifier les procédures d'alignement et à garantir une grande stabilité à l'ensemble du dispositif, malgré la présence d'un niveau significatif de vibrations générées par le fonctionnement de la machine de dépôt.

Par ailleurs, il utilise exclusivement des optiques à miroirs, afin de se prémunir de tout chromatisme, de garantir la qualité optique sur l'ensemble de la gamme spectrale comprise entre 300 nm et 1000 nm, et de limiter les pertes par absorption dans le domaine du proche UV (300 nm - 380 nm).

3.2.1 Architecture générale

La Figure 3.4 présente une vue d'ensemble du montage que nous avons développé pour assurer un contrôle optique multicritère des dépôts réalisés sur la machine DIBS.

Le flux délivré par une source de lumière blanche de haute luminance est injecté dans une fibre de transport à cœur circulaire de $200\ \mu\text{m}$ de diamètre et de 10 mètres de long. Notons que toutes les fibres que nous utilisons dans notre système sont protégées par une gaine externe métallique afin de supporter les contraintes d'une utilisation industrielle. L'extrémité de cette fibre de transport est reliée par un connecteur SMA à un collimateur à miroir.

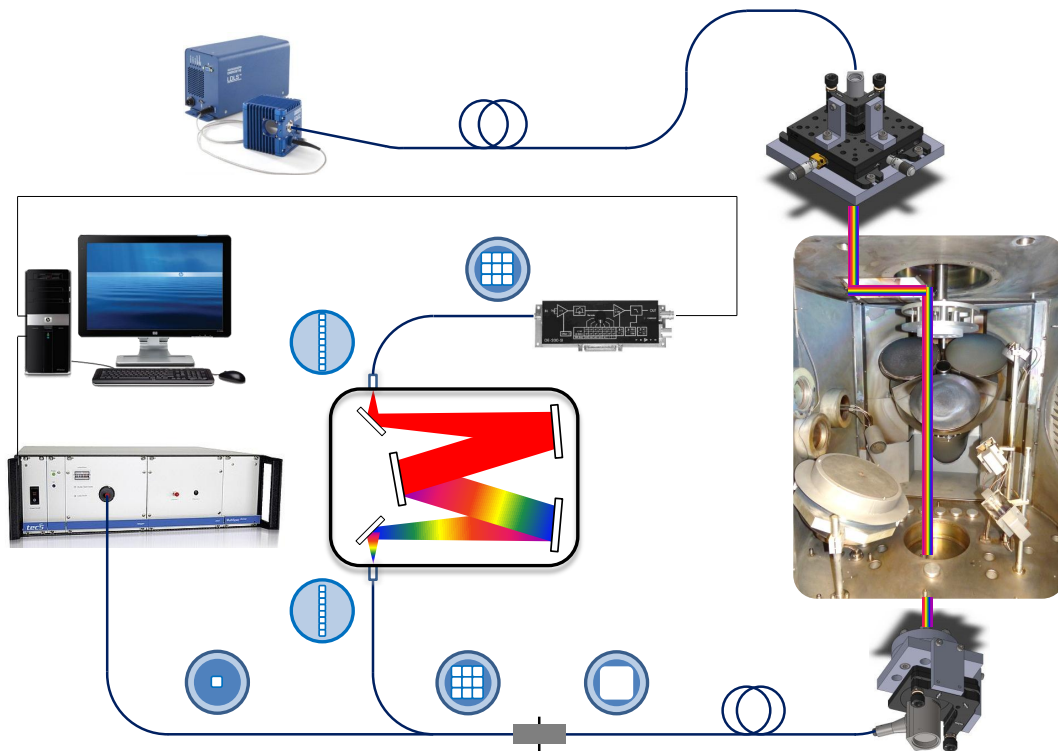


FIGURE 3.4 – Architecture du système de contrôle optique multicritère.

Le faisceau issu du collimateur d'émission traverse un hublot implanté sur la platine supérieure de la machine de dépôt, puis le périscope à miroirs plans déjà évoqué au paragraphe 3.1.1 avant d'illuminer le verre témoin placé dans le porte-substrat en rotation.

Un deuxième collimateur à miroir est interfacé avec le hublot de sortie de la machine et permet la réception de la lumière transmise par l'échantillon. Le flux reçu est focalisé à la surface d'une fibre à cœur carrée de $600\ \mu\text{m}$ de côté. Notre objectif est ici de coupler une tache lumineuse à section circulaire dont le diamètre est fonction du rapport entre les focales des deux collimateurs vers une surface carrée constituée par le cœur de la fibre. L'utilisation de cette géométrie particulière est importante, car elle permet d'uniformiser

la densité de flux lumineux en extrémité de fibre, et de rendre ainsi l'ensemble peu sensible à de faibles variations des conditions d'injection.

Cette fibre de réception est couplée à une matrice 3×3 de fibres à cœur carré de $200 \mu\text{m}$ de côté. Ce raccordement utilise une connexion de type FC/PC à ergot anti-rotation afin de garantir la qualité et la reproductibilité de l'alignement relatif de ces deux structures carrées.

Ce faisceau de 9 fibres est divisé en deux voies : une voie large bande, dite BBM (*Broad Band Monitoring*) et une voie monochromatique désignée par le sigle MM (*Monochromatic Monitoring*), la première de ces voies contenant une seule fibre élémentaire et la seconde les 8 restantes. Ce rapport de branchement (1/8) a été choisi pour optimiser la détectivité globale des deux voies de mesure.

L'interface optique d'entrée du spectrophotomètre large bande est elle-même constituée d'un faisceau de fibres optiques à cœur circulaire de $70 \mu\text{m}$ de diamètre réparties sur un disque de $500 \mu\text{m}$. Afin d'homogénéiser le couplage et répartir le flux sur l'ensemble de ces fibres élémentaires, nous avons choisi d'insérer entre la fibre unique de la voie BBM et cette interface optique, une fibre de mélange présentant un cœur circulaire de $600 \mu\text{m}$ de diamètre.

Les 8 fibres de la voie monochromatique sont ré-arrangées en ligne, de manière à former une fente d'entrée de $200 \mu\text{m}$ de large et $1,6 \text{ mm}$ de hauteur. De la même manière, en sortie du monochromateur, la lumière est réceptionnée par un faisceau linéaire de 9 fibres à cœur carré de $200 \mu\text{m}$ de côté. Cette fente de sortie est à son tour transformée en une matrice carrée 3×3 qui est raccordée à une photodiode au silicium au travers d'une fibre de mélange de $800 \mu\text{m}$ de diamètre de cœur. Cette photodiode est d'autre part intégrée à un amplificateur de trans-impédance à gain ajustable.

Notons que la résolution spectrale de cette voie MM est entièrement déterminée par la dispersion linéaire du réseau équipant le monochromateur.

Toutes les données d'acquisition sont centralisées vers un PC dédié. Pour la voie BBM, nous utilisons une connexion USB pour le pilotage du détecteur (définition du temps d'intégration, notamment) et l'acquisition des signaux numérisés. Concernant la voie MM, la conversion des données analogiques en sortie de l'amplificateur se fait à l'aide d'une carte de numérisation 16 bits à une cadence maximale de 250 kHz . Les sorties numériques de cette carte nous permettent également de gérer de manière automatique le choix du gain en fonction du niveau du signal mesuré.

Enfin, de manière à pouvoir synchroniser les acquisitions sur la position angulaire de notre porte-substrat tournant, nous avons été conduits à développer un système de comptage permettant de lire les 1024 tops produits par le moteur de ce porte-substrat à chacune de ses révolutions, et de générer des impulsions TTL permettant le déclenchement synchronisé de nos deux voies de mesure au moment où le faisceau de mesure est centré sur le verre témoin. Cette méthode de déclenchement, par *trigger hard*, est préférable à un déclenchement par *trigger soft*, car elle nous permet de nous affranchir d'éventuels *jitter* associés à la gestion multi-tâches de l'unité centrale de notre PC d'acquisition.

3.2.2 Source de lumière

La source de lumière utilisée dans notre montage doit d'une part présenter un spectre d'émission couvrant un large domaine de longueurs d'onde allant de l'UV proche (typiquement 300 nm) à l'IR proche (typiquement 1000 nm), et d'autre part être caractérisé par une forte densité spectrale de luminance, afin de rendre possible le couplage efficace du flux émis dans une fibre optique et son transport sans pertes entre les différents sous-ensembles qui constituent notre système de contrôle.

Parmi les candidats possibles, on citera la lampe à halogène, la lampe à deutérium-halogène, la lampe à arc xénon ou une source laser à super-continuum. Les principaux inconvénients de la lampe halogène sont sa luminance spectrique relativement faible et son déficit d'émission dans la partie bleue du spectre (typiquement en dessous de 400 nm). En la couplant à une lampe à deutérium, on améliore quelque peu cette dernière caractéristique sans changer significativement le niveau moyen de luminance. Elle présente toutefois trois avantages importants, à savoir son faible coût d'achat, sa simplicité d'usage et sa stabilité à court et moyen termes. Une lampe à arc xénon donne accès à des niveaux de luminance nettement supérieurs, mais présente une stabilité moindre et une durée de vie relativement réduite (typiquement 1500 heures). Enfin, les sources laser à super-continuum sont caractérisées par de très fortes luminances (plusieurs watts dans une étendue monomode transverse), mais également par un déficit notable dans la partie bleue-UV du spectre, des hauts niveaux de fluctuation à court terme (il s'agit d'une source pulsée émettant à une cadence de plusieurs dizaines de MHz) et un niveau de prix peu compatible avec notre objectif final d'utilisation industrielle.

Un compromis très intéressant entre ces différentes approches est constituée par la lampe à arc xénon pompée par diode laser qu'a développée la société américaine ENERGETIQ [43]. Son principe de fonctionnement est schématisée à la Figure 3.5.

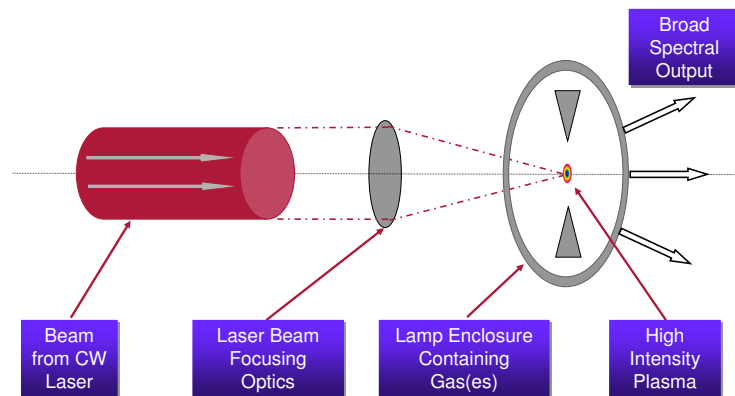


FIGURE 3.5 – Principe de fonctionnement de la source LDLS (*Laser-Driven Light Source*).

Le faisceau lumineux émis par une diode laser est focalisé à l'intérieur d'une ampoule remplie de xénon sous forme gazeux et sous haute pression. La longueur d'onde de ce laser est choisie de manière à exciter une raie d'absorption du gaz, ce qui au-delà d'un certain niveau de puissance absorbée, provoque l'apparition d'un plasma analogue à celui que crée un amorçage haute tension dans le cas d'une lampe à arc classique. L'émission de ce plasma est intense, large bande et peut être entretenue de manière extrêmement stable en contre-réagissant sur l'intensité de la diode laser.

La Figure 3.6 permet de comparer la puissance efficace générée par cette source à celle fournie par une lampe à halogène-deutérium. Par efficace, nous entendons ici « couplée dans une fibre de 200 μm de diamètre de coeur et détectée par une barrette linéaire de photodiodes au silicium ». On constate un gain supérieur à 100 sur la totalité du spectre utile, avec en outre, une forte émission dans le proche UV (le fabricant recommande d'ailleurs l'emploi d'une fibre *amorç*e solarisée).

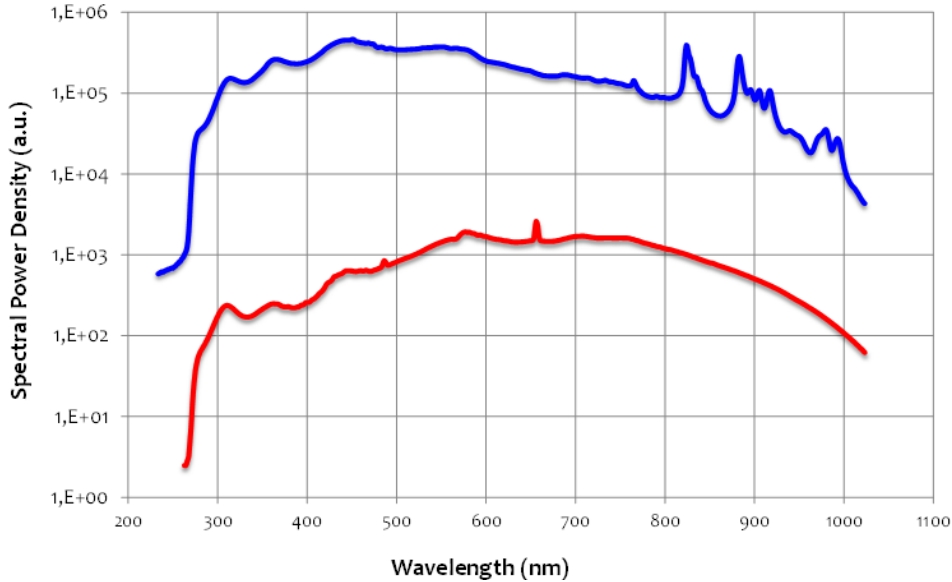


FIGURE 3.6 – Densités spectrales de puissance comparées émises par une source LDLS et une lampe à halogène-deutérium.

Comme la durée de vie d'une lampe à arc classique est majoritairement pilotée par l'érosion des électrodes produite par l'utilisation répétée des tensions d'amorçage et le passage du courant de maintien du plasma, les sources de type LDLS ont une durée de vie beaucoup plus importante (typiquement, plus de 9000 heures).

Enfin, l'évolution de la puissance P couplée avec le diamètre de coeur de la fibre donnée par ENERGETIQ (rapports de 0,3 ; 1 ; 2 pour respectivement des fibres de 115 μm ; 230 μm ; 450 μm) montre que la partie la plus lumineuse du plasma est de petite taille (typiquement de l'ordre de 100 μm). Il suffit pour s'en convaincre d'analyser l'évolution avec le diamètre de coeur de la luminance L disponible en sortie de fibre, qui a pour expression :

$$L = \frac{P}{S\Omega} = \frac{P}{\pi^2 a^2 \sin^2 \theta} \quad (3.3)$$

où a désigne le rayon de coeur de la fibre et $\sin \theta$ son ouverture numérique (considérée ici comme constante et égale à 0,22).

3.2.3 Systèmes optiques d'émission-réception

De manière à rendre notre système achromatique, nous avons choisi comme optiques d'émission et de réception des collimateurs à miroirs paraboliques hors d'axe, tel que représenté à la Figure 3.7.

Le traitement réfléchissant du miroir parabolique est constitué par une fine couche d'aluminium recouverte d'un empilement tout diélectrique afin d'améliorer la réflectivité de ce matériau dans la partie UV du spectre, comme indiqué à la Figure 3.8.

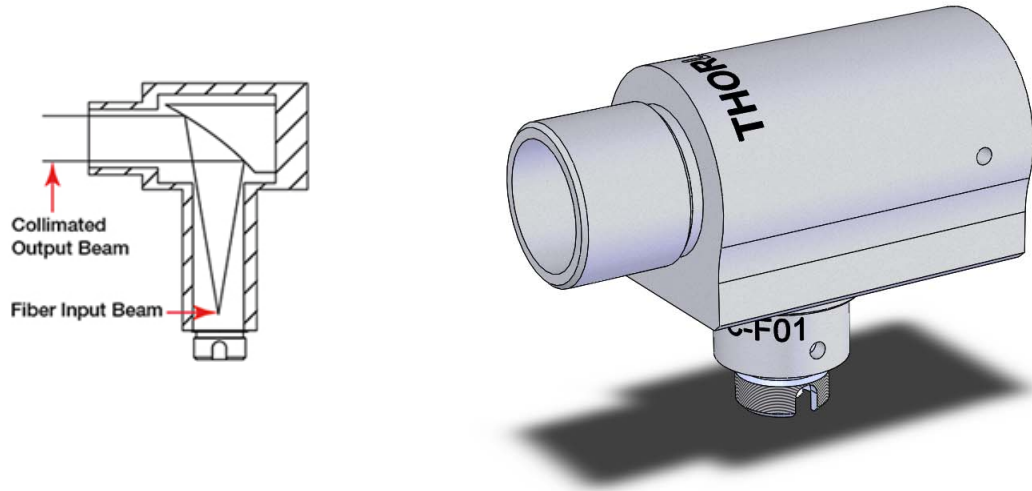


FIGURE 3.7 – Collimateur à miroir parabolique hors d'axe. À gauche : schéma de principe du fonctionnement optique. À droite : vue 3D du système, avec en partie basse l'embase de raccordement FC/PC.

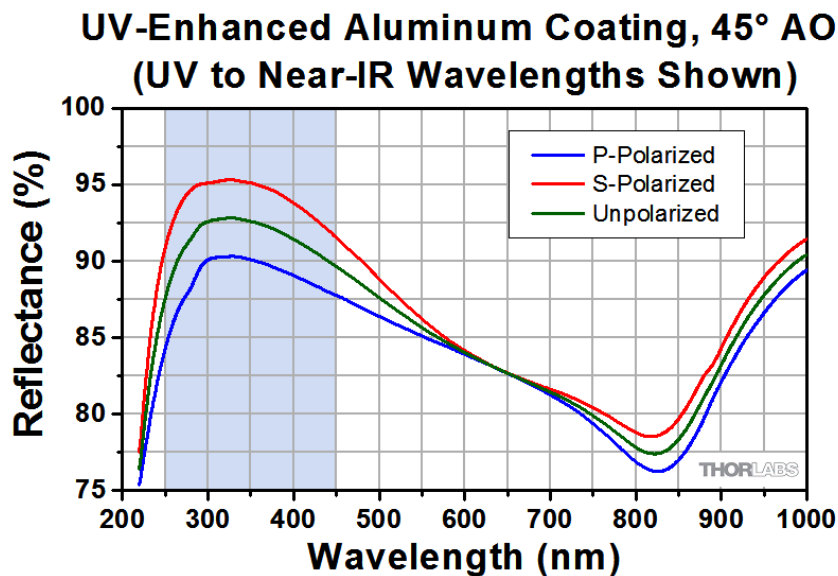


FIGURE 3.8 – Coefficient de réflexion du traitement réfléchissant apposé sur le miroir parabolique hors d'axe.

Nous utilisons dans notre montage deux collimateurs, l'un en émission et l'autre en réception, reposant sur le même principe de fonctionnement. Pour optimiser les performances de notre système, nous avons la possibilité de sélectionner ces systèmes d'émission-réception parmi trois références de collimateurs présentant chacune des caractéristiques de diamètre de pupille D , d'ouverture numérique ON et de focale f spécifiques. La Table 3.1 regroupe l'ensemble de ces données de manière synthétique.

Référence	f (mm)	D (mm)	ON
RC04	15,0	11	0,34
RC08	33,0	11	0,16
RC12	50,8	22	0,21

TABLE 3.1 – Principales caractéristiques des collimateurs à miroir parabolique hors d’axe.

Pour effectuer un choix raisonné entre ces différentes configurations, nous devons prendre en compte un ensemble de contraintes de conception, à savoir :

1. l’objectif premier de ce dimensionnement est d’obtenir un niveau de puissance détectée maximal sur nos deux voies de mesure. Or nos tests préliminaires nous ont montré que la détectivité de la voie BBM était très supérieure à celle de la voie MM et que c’était donc cette dernière qui devait être prise en compte en priorité dans nos analyses,
2. les deux voies BBM et MM doivent avoir accès au même signal optique, afin d’en fournir deux détections différentes (large bande et monochromatique), mais parfaitement corrélées. Ceci impose que le système incorpore une fibre à cœur carré, dite de *mélange* (de manière à garantir une répartition de flux homogène en champ proche) et un faisceau à N fibres utilisé pour adresser le même flux vers les voies BBM et MM, dans un rapport de branchement $1/(N - 1)$,
3. le nombre d’ouverture du monochromateur qui équipait à l’origine le contrôle optique de la machine DIBS (et que nous souhaiterions conserver dans cette nouvelle architecture) est de 6,5 ; ce qui correspond à une ouverture numérique de 0,077. Or les fibres à cœur carré ont justement comme particularité de *conserver* le nombre d’ouverture qui correspond à leurs conditions d’injection [44]. Il serait donc souhaitable que l’ouverture numérique d’injection dans notre fibre à cœur carré soit proche de cette dernière valeur, ce qui impose à notre système d’émission-réception un grandissement de l’ordre de $0,22/0,07 \approx 2,9$; où 0,22 correspond à l’ouverture numérique de notre fibre *amorce*, c’est-à-dire celle qui relie la source de lumière au collimateur d’émission,
4. l’évolution de la puissance couplée dans cette fibre *amorce* avec la valeur de son diamètre de cœur est définie par les données constructeur mentionnées au paragraphe 3.2.2.

L’analyse de la Table 3.1 montre que les deux seuls choix possibles pour approcher notre condition de grandissement consistent à utiliser en émission un collimateur RC04 et en réception, soit un RC08, soit un RC12. Dans ces conditions, le grandissement transverse γ ne peut prendre que les deux valeurs suivantes :

$$\gamma = \frac{f_{\text{RC12}}}{f_{\text{RC04}}} = \frac{50,8}{15} = 3,4 \quad \text{ou} \quad \gamma = \frac{f_{\text{RC08}}}{f_{\text{RC04}}} = \frac{33}{15} = 2,2 \quad (3.4)$$

D’autre part, nous approvisionnons nos fibres auprès de la société allemande CERAMOP-TEC [45], ce qui nous donne accès aux éléments suivants :

- pour les fibres à cœur et gaine circulaires, les diamètres standards sont (en μm) : 50/125, 100/140, 200/220, 300/330, 400/440, 500/550 et 600/660 ;

- pour les fibres à cœur carré et gaine circulaire, les dimensions standards sont (toujours en μm) : 70/115, 140/231, 150/330, 200/420, 215/440, 400/660 et 600/990 ;
- pour les fibres à cœur et gaine carrés (en μm) : 200/220.

Le taux de branchement N ne peut donc prendre que deux valeurs, c'est-à-dire, soit $N = 4$ (faisceau de fibres 2×2 et fibre de mélange 400/660), soit $N = 9$ (faisceau de fibres 3×3 et fibre de mélange 600/990). Et, dans ces conditions, le choix de la fibre amorce est restreint à quatre possibilités, à savoir : 50/125, 100/140, 200/220 et 300/330.

Il nous faut donc évaluer la transmission géométrique de notre système d'émission-réception en intégrant dans ce bilan les pertes éventuelles introduites par les fibres optiques que nous avons pré-sélectionnées. Ce bilan va être mené étape par étape en partant de la source lumineuse :

1. puissance source P_c couplée dans la fibre *amorce* : celle-ci est estimée à partir des données constructeur, et conduit aux valeurs regroupées dans la Table 3.2, exprimées en unités arbitraires (puissance couplée égale à 1 dans le cas d'une fibre de 230 μm de diamètre),

$2a$ (μm)	P_c (u.a.)
100	0,20
200	0,83
300	1,37

TABLE 3.2 – Variation de la puissance couplée P_c en fonction du diamètre de cœur $2a$ de la fibre amorce.

2. collimateur d'émission : l'ouverture numérique de la fibre amorce étant de 0,22 et celle du collimateur d'émission RC04 de 0,34 ; la traversée de ce collimateur n'introduit aucune perte géométrique,
3. collimateur de réception : nous devons ici prendre en compte l'augmentation de taille du faisceau introduite par la propagation du faisceau lumineux sur la distance L qui sépare les deux collimateurs. Le modèle utilisé est représenté de manière schématique à la Figure 3.9.

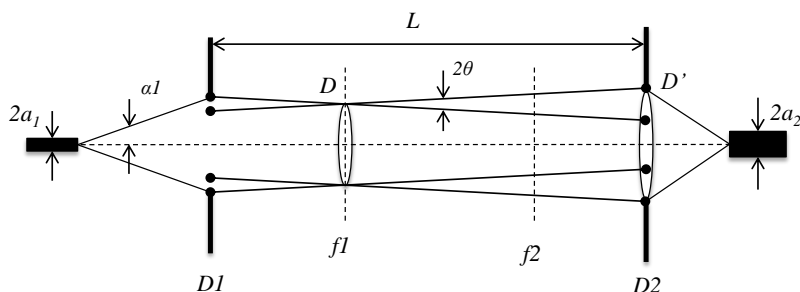


FIGURE 3.9 – Schéma du modèle optique.

Dans le plan focal objet du système d'émission, l'ouverture du faisceau est fixée par celle de la fibre optique et le diaphragme d'ouverture est donc situé à l'infini. La

pupille de sortie de ce système d'émission est donc située dans son plan focal image et a pour diamètre D_1 , tel que :

$$D_1 = 2f_1 \tan \alpha_1 \quad (3.5)$$

où $\sin \alpha_1$ désigne l'ouverture numérique de la fibre *amorce*.

La divergence spontanée du faisceau est définie par l'angle 2θ sous lequel est vue la fibre *amorce* depuis le système optique d'émission, soit :

$$2\theta = \frac{2a_1}{f_1} \quad (3.6)$$

Le diamètre D' du faisceau lumineux au niveau de la pupille d'entrée du collimateur de réception peut être estimé à l'aide de la relation suivante :

$$D' = 2f_1 \tan \alpha_1 + 2(L - f_1) \tan \theta \quad (3.7)$$

et comparé à celui D que définit le diamètre utile de l'optique de réception (l'ouverture numérique des collimateurs de référence RC08 et RC12 est en effet inférieure à celle de la fibre de réception),

4. fibre de réception : l'image de l'extrémité de la fibre *amorce* au travers du système optique d'émission-réception est un disque dont le diamètre $2a'$ est défini par :

$$2a' = 2\gamma a = 2\frac{f_2}{f_1}a \quad (3.8)$$

La distance L est en fait imposée par les caractéristiques dimensionnelles de la machine et est égale à environ 1500 mm. Nous disposons donc de tous les éléments pour calculer les valeurs prises par les quantités D' et $2a'$ en fonction de la configuration particulière retenue. L'ensemble de ces résultats sont regroupés dans les Tables 3.3 et 3.4.

$2a_1$ (μm)	P_c	θ	D' (mm)	D (mm)	P_t	$2a'$ (μm)	P_{400}	P_{600}
100	0,20	0,0033	16,7	11	0,09	220	0,09	0,09
200	0,83	0,0067	26,6	11	0,14	440	0,14	0,14
300	1,37	0,0100	36,5	11	0,12	660	0,06	0,12

TABLE 3.3 – Évolution de la puissance reçue en fonction des caractéristiques géométriques des fibres d'émission et de réception. Cas du collimateur RC08.

$2a_1$ (μm)	P_c	θ	D' (mm)	D (mm)	P_t	$2a'$ (μm)	P_{400}	P_{600}
100	0,20	0,0033	16,7	22	0,35	339	0,35	0,35
200	0,83	0,0067	26,6	22	0,57	677	0,25	0,57
300	1,37	0,0100	36,5	22	0,50	1016	0,10	0,22

TABLE 3.4 – Évolution de la puissance reçue en fonction des caractéristiques géométriques des fibres d'émission et de réception. Cas du collimateur RC12.

La configuration optimale est clairement celle qui correspond à une fibre d'émission de 200 μm , le collimateur de réception RC12 et une fibre de réception carrée de 600 μm .

C'est donc cette configuration que nous avons adoptée. Toutefois, il convient de remarquer que la totalité de la pupille d'entrée du collimateur de réception est remplie par le faisceau transmis, de sorte que l'ouverture numérique effective en entrée de la fibre de mélange sera celle définie par ce collimateur, soit 0,21. Ceci aura pour conséquence que le monochromateur de la voie MM sera attaqué avec cette même ouverture numérique (et non celle de 0,077 que nous avons initialement souhaitée).

3.2.4 Interfaces mécaniques

3.2.4.1 Système d'émission

Le collimateur d'émission est positionné de manière rigide sur la platine supérieure de la machine en utilisant comme interface de fixation la bride DN40CF employée pour le montage du hublot d'entrée. Cette bride est équipée de six vis M6 CHC, dont trois sont dédiées à cette fixation (*cf.* vue 3D de droite de la figure 3.10).

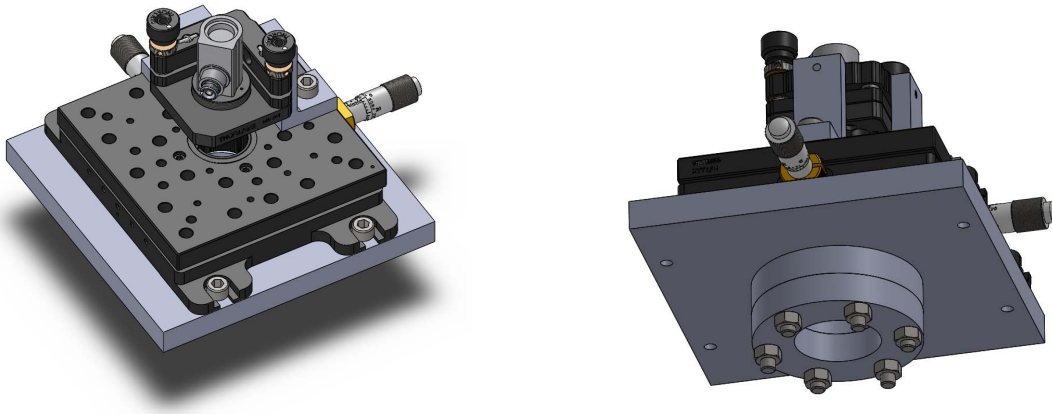


FIGURE 3.10 – Interface mécanique de fixation et de réglage du système optique d'émission.

Sur la partie supérieure de cette interface est ensuite fixée une platine de translation xy présentant un trou central pour le passage du faisceau lumineux. Deux pattes de raccordement en forme de « L » permettent de fixer sur cette platine une monture permettant le réglage fin en θ_x et θ_y de la direction du faisceau lumineux émis par le collimateur d'émission. On distingue sur la vue 3D de gauche de la Figure 3.10 ce collimateur à miroir ainsi que l'embase de raccordement du connecteur à fibre équipant l'extrémité de la fibre amorcée.

3.2.4.2 Système de réception

Le principe de montage de ce collimateur de réception est globalement identique à celui utilisé pour le système optique d'émission (fixation directe au travers de la bride DN40CF équipant la platine inférieure de la machine de dépôt), comme représenté sur la vue de gauche de la Figure 3.11.

Les éléments de réglage sont toutefois limités à l'ajustement de la position angulaire du collimateur en θ_x et θ_y , qui assure le centrage de l'image de la face de sortie de la fibre amorce sur la face d'entrée de la fibre de mélange. En effet, l'emploi des réglages en θ_x et θ_y disponibles en partie haute de la machine suffit à assurer le centrage du faisceau lumineux sur la pupille d'entrée du collimateur de réception.

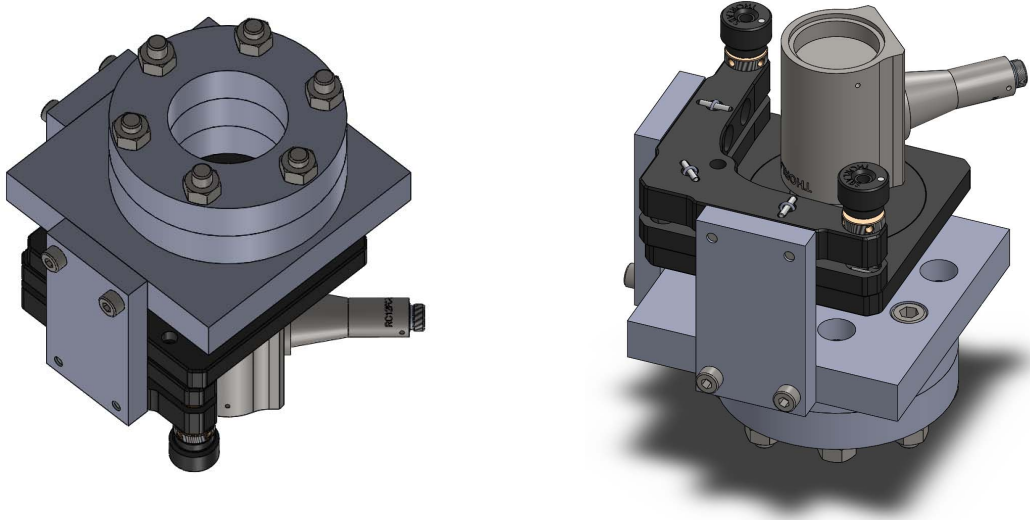


FIGURE 3.11 – Interface mécanique de fixation et de réglage du système optique de réception.

Enfin, dans ce cas comme dans celui du système d'émission, l'ajout d'un mouvement de translation le long de l'axe z n'a pas d'intérêt particulier, car les images des fibres sont rejetées à l'infini dans l'espace intermédiaire.

3.2.5 Interface porte-substrat

Dans le but de réaliser la séquence auto-référencée d'acquisitions $\{Référence - Bruit - Mesure - Bruit\}$ à chaque révolution du porte-substrat tournant, nous avons décidé d'équiper le système de fixation de ce porte-substrat d'une pièce d'interface spéciale dont le design est représenté à la Figure 3.12. Elle est essentiellement constituée d'une platine circulaire présentant un trou central servant d'élément de centrage pour le montage, en partie basse, du porte-substrat lui-même, et de quatre *cheminées* cylindriques positionnées à 90° que l'on peut éventuellement munir de diaphragmes, comme représenté sur 2 des 4 éléments de la Figure 3.12. Le diamètre de ces cheminées est adapté à des verres témoins de 25 mm de diamètre.

Considérons, à titre d'exemple, les deux cheminées dépourvues de diaphragme. Le logement du porte-substrat qui est en regard de la première est laissé vide, ce qui va permettre de mesurer, à toute longueur d'onde, une valeur instantanée de flux Φ_R qui va nous servir de référence. Le logement du porte-substrat qui est en regard de la deuxième cheminée est équipé d'un verre témoin, ce qui nous donnera accès à la valeur instantanée $\Phi_M = T\Phi_R$ du flux transmis par l'échantillon en cours de traitement. En formant le rapport Φ_M/Φ_R , nous en déduisons donc la transmission instantanée $T(\lambda)$ de notre verre témoin.

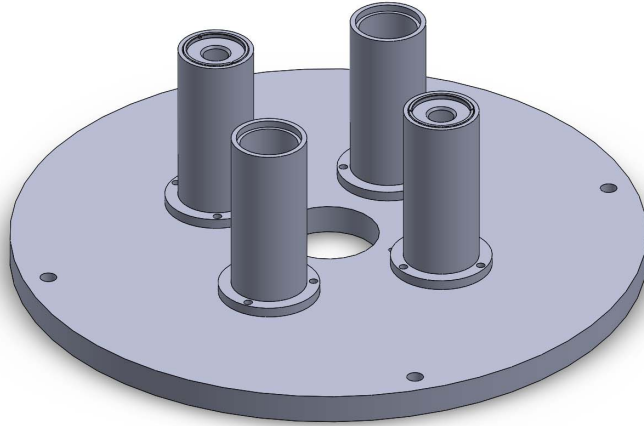


FIGURE 3.12 – Interface de montage du porte-substrat équipée de 4 cheminées.

Mais la position de référence étant un passage libre de tout substrat, cela signifie que, durant le dépôt, la matière pulvérisée est susceptible de passer au travers de ce trou, et donc de polluer les éléments optiques situés en partie haute de notre montage (miroirs du périscope et hublot d'entrée). Les cheminées permettent de s'affranchir de ce problème, car compte tenu de la position respective de la cible de matière et du porte substrat (*cf.* Figure 3.2), la matière pulvérisée suit essentiellement des trajectoires balistiques présentant une assez forte inclinaison par rapport à la verticale. Les cheminées ont une longueur qui correspond, dans notre design, à la plus grande valeur possible compatible avec les dimensions internes de la machine, et leur efficacité peut être en outre accrue en ayant recours au diaphragme additionnel mentionné plus haut.

Pour qualifier cette solution, et protéger en outre le miroir terminal du périscope, nous avons choisi d'insérer un substrat de silice de 25 mm de diamètre dans un logement dédié situé en sortie de périscope. Ce substrat est amovible, ce qui permet de le remplacer en cas de pollution, et surtout de vérifier de manière régulière sa transmission, de manière à détecter une défaillance éventuelle de notre système de cheminées et optimiser ainsi son fonctionnement. Les tests expérimentaux que nous avons menés nous ont montré que les cheminées dépourvues de tout diaphragme permettaient de stopper la totalité de la matière pulvérisée.

On notera enfin que le positionnement à 90° des cheminées permet de disposer de quatre zones où le faisceau ne sera pas transmis (configuration de type *chopper*), rendant possible la mesure, à chaque tour, des niveaux de bruit de nos deux voies de contrôle, et que l'implantation de cheminées en regard des logements où sont éventuellement placés les verres témoins est uniquement utilisée dans un souci de symétrie (vis-à-vis de la rotation du porte-substrat, mais aussi vis-à-vis des mesures optiques).

3.2.6 Séparateur de voies (*beam splitter*)

Comme défini au paragraphe 3.2.3, notre système optique incorpore une fibre de mélange à cœur carré de $600 \mu\text{m}$ de côté et un faisceau de 3×3 fibres à cœur carré de $200 \mu\text{m}$. L'utilisation d'une fibre de mélange à cœur carré est d'une grande utilité, car elle permet d'obtenir, dans le champ proche associé à la face de sortie de cette fibre, une répartition

spatiale de flux qui présente une très grande homogénéité et dont le profil et le niveau sont pratiquement insensibles à celle du flux injecté.

Une analyse détaillée de cette question a été réalisée à l'Institut FRESNEL par Stéphane SORCE durant sa thèse [46] et a montré le gain significatif que ce type de structure apportait, essentiellement par suite d'une désadaptation entre les structure modales de la fibre et du faisceau injecté. La Figure 3.13 présente une illustration claire de cet effet. À gauche, est placée une représentation en fausses couleurs de la répartition d'éclairement du faisceau injecté (*i.e.* en entrée de fibre), et à droite, cette même répartition après traversée de la fibre de mélange à cœur carré de $600\ \mu\text{m}$ de côté.

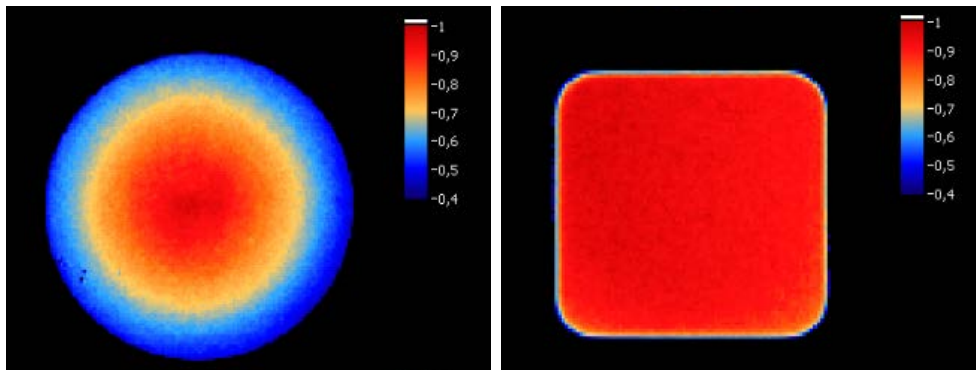


FIGURE 3.13 – Illustration du mélange modal réalisé par l'emploi d'une fibre à cœur carré (d'après [46]).

Cette homogénéité de répartition est en outre conservée sur l'ensemble du domaine spectral $300\ \text{nm} - 1000\ \text{nm}$. L'utilisation d'un faisceau de fibres carrées de $200\ \mu\text{m}$ de côté va donc permettre d'assurer une **séparation stable et achromatique** du flux transmis par le montage optique d'émission-réception vers nos deux voies de mesure. Ce séparateur réalise donc bien la fonction d'un véritable *beam splitter*, mais sans présenter les inconvénients qui sont ceux des systèmes à traitements semi-réfléchissants (taux de branchement variable avec la longueur d'onde) ou des dispositifs de type *polka dot* (images multiples générées par la diffraction sur la structure périodique de micro-points réfléchissants).

La valeur du taux de prélèvement obtenu est très stable, le raccordement entre la fibre de mélange et le *bundle* 3×3 étant réalisé au travers d'une connexion standard de type FC/PC afin de garantir, grâce à la présence d'un détrompeur, un alignement et un repositionnement parfaits. Enfin, le taux de branchement est relativement *facile* à ajuster par un choix convenable du nombre de fibres bifurquées vers chacune des voies.

Dans les premiers stades de notre étude, nous avons ainsi fait réaliser une première version de ce composant en recherchant une répartition entre voies proche des 50/50. Dans ce sens, 4 fibres de petite taille avaient été dédiées à la voie large bande et 5 à la voie monochromatique. Mais, comme nous le verrons plus tard, dans cette configuration, la très haute densité de flux lumineux générée par notre source a pour conséquence de saturer le capteur large bande. Et inversement, sur la voie monochromatique, le non respect du fort nombre d'ouverture que nous avons mentionné au paragraphe 3.2.3 a induit des pertes importantes au moment de la traversée du monochromateur qu'il nous a été nécessaire de compenser par une ré-allocation des fibres bifurquées à chacune des voies (respectivement, 1 et 8 au lieu de 4 et 5).

3.2.7 Voie large bande (BBM)

La voie large bande doit donc assurer, en mode *single shot*, une mesure du spectre de la lumière transmise par le système optique. Elle est donc structurée autour de deux fonctions principales :

- une fonction de dispersion spectrale, réalisée par un réseau holographique concave à 248 traits par mm, blazé à 250 nm,
- une fonction de détection multi-points, réalisée par une barrette linéaire de 1024 photodiodes élémentaires (PDA, *photodiode array*) de $25 \mu\text{m} \times 2,5 \text{ mm}$, au pas de $25 \mu\text{m}$.

L'association de ces deux éléments permet de couvrir l'ensemble de la gamme de longueurs d'onde comprises entre 190 nm et 1015 nm. Le pas d'échantillonnage du spectre est donc de 0,8 nm, la résolution spectrale étant comprise entre 3 et 4 nm.

Comme indiqué précédemment, l'interface optique d'entrée est constituée d'un faisceau de fibres circulaires de $70 \mu\text{m}$ de diamètre de cœur inscrites dans un cercle de $500 \mu\text{m}$ de diamètre. Il est recommandé de remplir complètement cette surface avec le flux lumineux pour bénéficier des pleines potentialités du dispositif. C'est la raison pour laquelle nous avons inséré une fibre de mélange à cœur circulaire entre cette interface d'entrée et la fibre bifurquée unique issue du séparateur de voies.

Enfin, le niveau de lumière parasite est garanti à moins de 10^{-3} . La Figure 3.14 présente deux vues différentes de ce dispositif : à gauche, le cœur opto-électronique, et à droite, le rack de mesure complet.



FIGURE 3.14 – Spectrophotomètre à barrette linéaire de photodiodes fabriqué par la Société TEC5. À gauche : le système opto-électronique incorporant un spectromètre ZEISS. À droite : le rack de mesure complet.

Le temps d'intégration minimal est de 5 ms, et le déclenchement de l'acquisition peut être réalisé à l'aide d'une commande de *trigger* par TTL, qui sera dans notre cas, générée par le système de synchronisation (*cf.* paragraphe 3.2.9.2). L'opération d'acquisition est précédée d'une opération de *cleaning* de 5 ms, qui permet de vider complètement les registres de charge avant l'acquisition proprement dite, de manière à se prémunir de diaphonies possibles entre, par exemple, l'acquisition du bruit et celle du flux de référence.

La numérisation des signaux de mesure est faite sur 15 bits signés et les données numériques sont transmises au système central par le biais d'une liaison USB.

3.2.8 Voie monochromatique (MM)

3.2.8.1 Monochromateur

Le monochromateur utilisé sur cette voie de mesure est commercialisé par la firme ACTON sous la référence SpectraPro-500i. Il s'agit d'un montage de type CZERNY-TURNER, qui comprend donc deux miroirs concaves de collimation encadrant de manière symétrique un réseau de diffraction travaillant dans l'ordre 1.

Ce monochromateur est équipé d'une tourelle de trois réseaux interchangeables qui se différencient les uns des autres par leurs densités de traits au millimètre (800 tr/mm, 1200 tr/mm et 1600 tr/mm). La plupart du temps, nous utiliserons le réseau présentant la densité de traits médiane (1200 tr/mm), et qui est caractérisé par une dispersion linéaire de 1,7 nm/mm. Comme les *fentes* d'entrée et de sortie sont constituées de rangements linéaires de fibres à cœur carré de 200 μm de côté (8 en entrée et 9 en sortie), la résolution spectrale de la voie monochromatique est donc de 0,34 nm.

Le principal inconvénient de ce monochromateur est, comme mentionné au paragraphe 3.2.3, son nombre d'ouverture relativement élevé ($N = 6,5$). En utilisant cette valeur, il est possible d'estimer le rapport T_{MM} entre le flux filtré monochromatique et le flux entrant large bande, soit :

$$T_{\text{MM}} = R_{\text{M}}^2 \times \eta_{\text{R}} \times \left(\frac{0,077}{0,22} \right)^2 \times \frac{0,35}{700} \approx 2.10^{-5} \quad (3.9)$$

où R_{M} désigne le coefficient de réflexion des deux miroirs concaves ($R_{\text{M}} = 85 \%$) utilisés dans le montage CZERNY-TURNER, et η_{R} l'efficacité du réseau de diffraction ($\eta_{\text{R}} = 45 \%$).

3.2.8.2 Filtre trieur d'ordre

La dispersion angulaire d'un flux lumineux par un réseau de diffraction est régie par l'équation classique suivante :

$$p(\sin i + \sin i') = m\lambda \quad (3.10)$$

où p désigne le pas du réseau et m un nombre entier positif.

Ceci signifie que, pour une valeur fixée des angles i et i' , seul le produit $m\lambda$ est complètement défini. Il existe donc, en théorie, une infinité de longueurs d'onde filtrées par le dispositif. Nous avons déjà indiqué au paragraphe 3.2.8.1 que le monochromateur avait été conçu pour travailler dans l'ordre $m = 1$, et couvrir la plage de longueurs d'onde comprises entre 300 nm et 1000 nm. Il va donc également détecter, en même temps, la plage qui s'en déduit dans l'ordre 2, c'est-à-dire celle allant de 150 nm à 500 nm. La plage de sensibilité de la photodiode au silicium qui est utilisée comme détecteur sur la voie monochromatique s'étend quant à elle de 280 nm à 1100 nm. Pour toutes les longueurs d'onde inférieures à 560 nm, il n'y a donc aucun risque de *double* détection. Pour celles qui sont supérieures

à cette même valeur, ce risque existe et il est donc nécessaire d'introduire sur le trajet du faisceau lumineux un filtre, habituellement appelé filtre *trieur d'ordre*, qui supprime toute la plage allant de 280 nm à 550 nm.

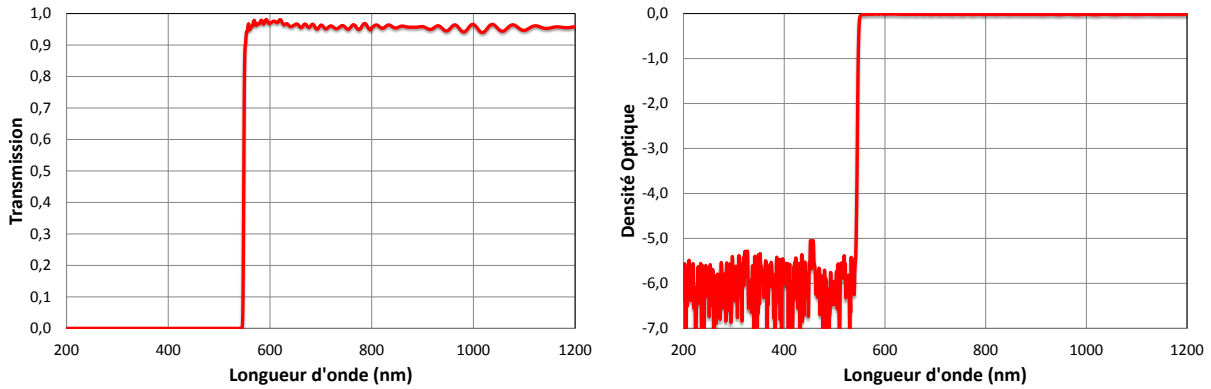


FIGURE 3.15 – Propriétés optiques du filtre trieur d'ordre THORLABS FELH0550. À gauche : transmission. À droite : densité optique.

Les caractéristiques optiques du filtre que nous avons sélectionné (THORLABS FELH0550) sont représentées à la Figure 3.15, à gauche en unités linéaires (transmission) et à droite en unités logarithmiques (densité optique). Sa transmission est supérieure à 90 % de 560 nm à 1200 nm, alors que sa densité optique est supérieure à 6 de 200 nm à 550 nm.

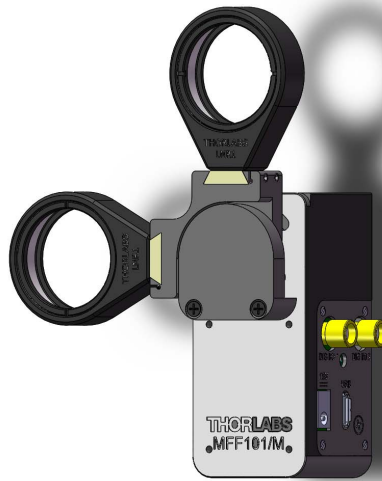


FIGURE 3.16 – Vue 3D du mécanisme bistable utilisé pour insérer le filtre trieur d'ordre sur le trajet du faisceau lumineux.

Ce filtre doit donc pouvoir être utilisé chaque fois que la longueur d'onde sélectionnée est supérieure à 560 nm et enlevé dans le cas contraire. Cette fonction bistable est assurée par le dispositif de commutation électromécanique représenté à la Figure 3.16, et dont l'activation est déclenchée par le PC du système de contrôle au travers d'une liaison USB. Le filtre est monté dans l'un des deux logements, l'autre étant laissé vide.

3.2.8.3 Module de détection

La détection du flux lumineux filtré par le monochromateur est assurée par une photodiode au silicium de 1,2 mm de diamètre couplée à un amplificateur de trans-impédance fabriquée par la Société FEMTO et commercialisée sous la référence OE-200-SI (*cf.* Figure 3.17). L'interface de connexion optique de ce module est de type FC/PC. L'amplificateur permet de réaliser des acquisitions faible bruit avec un gain ajustable pouvant être choisi entre 10^3 V/W et 10^9 V/W sur une bande passante allant du continu jusqu'à une fréquence de coupure dont la valeur est fonction de celle du gain (500 kHz à 10^3 V/W ; 1,1 kHz à 10^9 V/W). Le NEP (*Noise Equivalent Power*) de ce détecteur est évidemment fonction de ce gain et prend des valeurs aussi faibles que $10 \text{ fW}\sqrt{\text{Hz}}$ lorsque celui-ci est de 10^9 V/W.

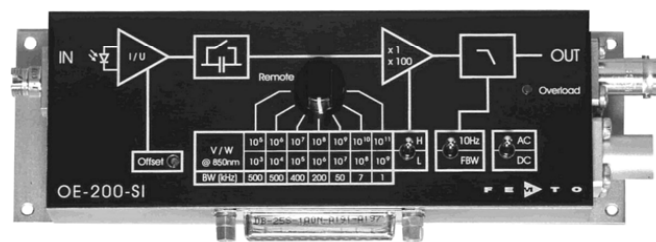


FIGURE 3.17 – Module de détection FEMTO OE-200-SI.

La valeur du gain de trans-impédance peut être définie en manuel ou par le biais d'une interface de type Sub-D 25 pilotée par le PC du système de contrôle au travers de sorties numériques dédiées. Cela nous permettra de définir la valeur du gain en fonction du niveau effectif de tension disponible sur la sortie analogique de cet amplificateur. Il suffit pour ce faire de comparer la valeur instantanée V de cette tension à deux seuils pré-définis, l'un haut ($V_{\max} = 8$ volts) et l'autre bas ($V_{\min} = 0,6$ volts). Si la tension V est comprise entre ces deux seuils, la valeur du gain n'est pas modifiée. Si V est supérieur au seuil haut, le gain est diminué d'un facteur 10, tandis que si V est inférieur au seuil bas, le gain est alors augmenté du même facteur 10. Les deux seuils ne sont pas dans un rapport 10 exact afin d'éviter une mise en oscillation de ce mécanisme auto-adaptatif.

La séquence de mesure comprend quatre acquisitions consécutives organisées en deux groupes {Référence, Bruit de Référence} puis {Bruit de Mesure, Mesure}. La valeur du signal peut être très différente pour chacun de ces groupes, de sorte qu'il peut s'avérer nécessaire de changer la valeur du gain à l'instant de la transition (ceci ne doit évidemment pas être fait à l'intérieur de chaque groupe, afin que la mesure du bruit soit représentative de celle du signal associé). Ceci signifie que le temps de commutation entre deux gains doit être faible devant le temps qui sépare deux acquisitions consécutives, à savoir 62,5 ms pour une vitesse de rotation du porte-substrat de 120 rpm (*rotation par minute*).

Il nous a donc été nécessaire d'évaluer ce temps de commutation, car celui-ci n'est pas défini dans la fiche technique éditée par le constructeur. Pour ce faire, nous avons appliqué un signal TTL sur la broche de changement de gain (passage de 10^3 V/W à 10^4 V/W), tandis que nous mesurons en continu la tension disponible en sortie de l'amplificateur, la photodiode étant illuminée par un flux optique de valeur quasi constante. Cette tension analogique était enfin numérisée sous 16 bits à une cadence de 250 000 échantillons par seconde. Le résultat obtenu est présenté à la Figure 3.18.

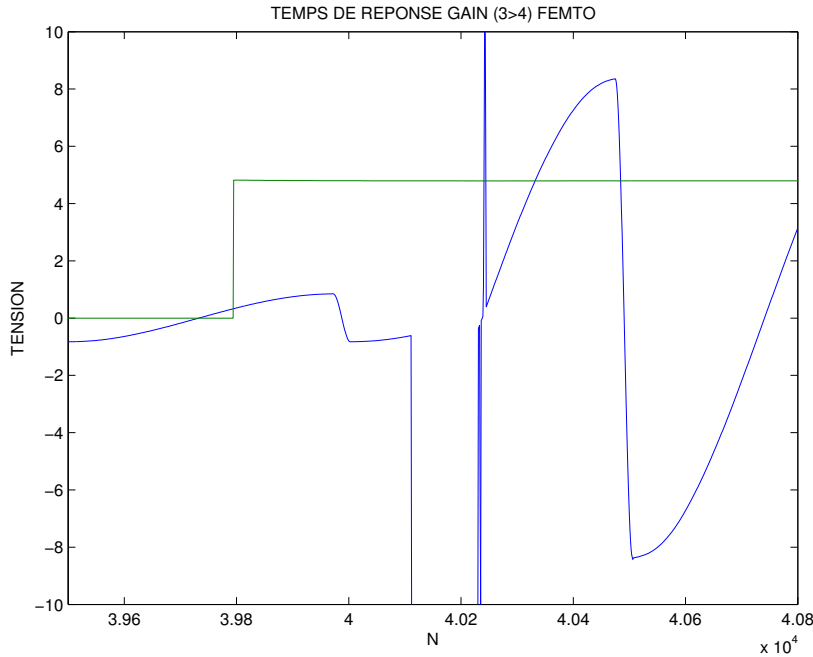


FIGURE 3.18 – Mesure du temps de commutation du gain de l’amplificateur de trans-impédance de la valeur 10^3 vers la valeur 10^4 .

Il nous suffit de compter le nombre d’échantillons séparant le changement d’état TTL de la stabilisation de la tension photodiode pour en déduire la valeur du temps de commutation du gain, soit $\tau = 2$ ms. De manière à disposer d’une caractérisation complète, nous avons reproduit cette expérience pour des valeurs de gain choisies de manière aléatoire, ainsi que pour les valeurs extrêmes de ce gain. Les résultats obtenus sont en fait identiques, à savoir un temps de commutation de 2 ms avec un écart-type de 0,2 ms.

3.2.9 Acquisition et traitement des données

3.2.9.1 Temps d’acquisition

Nous avons déjà indiqué à plusieurs reprises que la vitesse de rotation du porte-substrat était de 120 rpm. Par ailleurs, le rayon de giration des logements de 25 mm de diamètre utilisés pour l’acquisition des voies Mesure (verre témoin) et Référence (logement laissé vide) est de 53 mm. Enfin, le diamètre du faisceau lumineux au niveau du porte-substrat peut être estimé à l’aide de la relation (3.7), en remplaçant L par 450 mm (qui est la distance entre la pupille de sortie du système optique d’émission et le porte-substrat). Il vient :

$$D' = 2f_1 \tan \alpha_1 + \frac{2a_1}{f_1}(L - f_1) = 12,4 \text{ mm}$$

Nous disposons donc d’une marge de $25 - 12,4 = 12,6$ mm ; ce qui correspond à un temps caractéristique t de :

$$t = 500 \times \frac{12,4}{2\pi \times 53} = 18,6 \text{ ms} \quad (3.11)$$

De manière à conserver des marges d’ajustement confortables et à ne pas être gênés par d’éventuelles non uniformités résiduelles du dépôt, nous avons choisi de limiter le

temps d'acquisition à 6 ms. En effet, la voie BBM est, pour cette valeur, proche de la saturation, tandis que le gain dont bénéficierait la voie MM varie comme la racine carrée de ce temps d'acquisition, et n'est donc pas réellement dimensionnant.

3.2.9.2 Synchronisation des acquisitions

L'un des objectifs premiers assignés à notre système d'acquisition multicritère concerne sa capacité à réaliser une mesure du flux transmis par un échantillon de manière simultanée sur les deux voies de mesure optique dont il est doté. Par ailleurs, la durée pendant laquelle une telle mesure est possible est relativement courte (typiquement moins de 10 ms, cf. paragraphe 3.2.9.1). Il est donc nécessaire de **synchroniser** nos acquisitions d'une part entre elles, et d'autre part, par rapport à la rotation du porte-substrat.

Le moteur assurant cette rotation est donc équipé d'un *indexeur*, c'est-à-dire d'un dispositif électronique délivrant d'une part un *Top Home*, c'est-à-dire une impulsion TTL émise au moment où l'arbre moteur passe par une position angulaire définie de manière physique, et d'autre part 1024 impulsions de comptage émises de manière régulière et associées à la réalisation d'un tour complet.

Nous avons donc confié à la Société SHAKTIWARE la réalisation d'un dispositif électronique dédié permettant de générer 4 impulsions de synchronisation présentant par rapport au *Top Home* un retard programmable exprimé en nombre d'impulsions de comptage. La détection du *Top Home* et la génération de ces 4 *triggers* de synchronisation sont assurées par un microcontrôleur DSP (*Digital Signal Processor*).

Ces *triggers hard* sont utilisés pour déclencher les acquisitions de la voie BBM (4 acquisitions en tout, en accord avec la séquence décrite au paragraphe 3.2.9.1), tandis que la détection du *Top Home* déclenche directement l'acquisition du signal délivré par la voie MM sur une durée totale correspondant à un demi-tour du porte-substrat. Cette acquisition fait appel à une carte de numérisation 16 bits fabriquée par la Société NATIONAL INSTRUMENTS et commercialisée sous la référence DAQ NI USB-6210. Elle est cadencée à 250 kHz et permet de définir dans la trame numérique acquise 4 zones de 6 ms de durée dont les positions temporelles sont identiques à celles définies par les *triggers hard*.

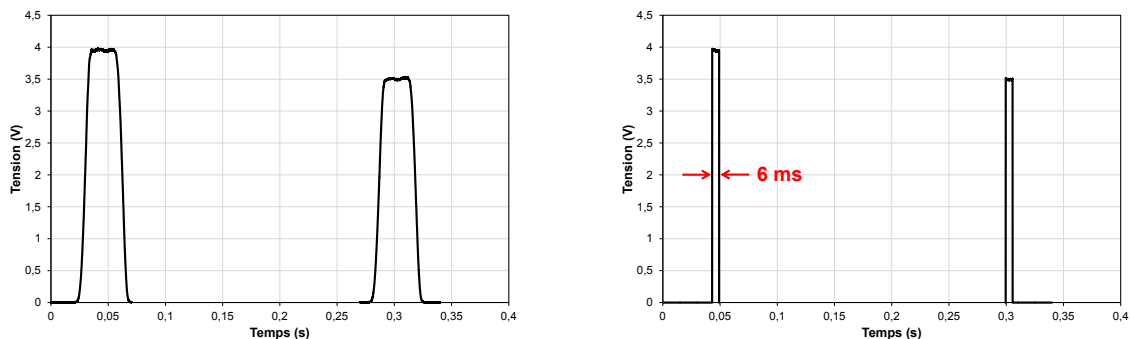


FIGURE 3.19 – Forme temporelle du signal délivré par la voie MM. À gauche : signal brut. À droite : après re-synchronisation en position et en durée sur les acquisitions de la voie BBM.

La Figure 3.19 présente l'allure temporelle du signal enregistré par la voie MM, d'une part avant pré-traitement (la durée des impulsions est dans ce cas défini par la vitesse de rotation du porte-substrat, les diamètres du faisceau lumineux et l'ouverture supérieure de chaque cheminée) et d'autre part après re-synchronisation en position et en durée sur celle des acquisitions de la voie BBM.

On notera la légère diminution de niveau entre la première et la seconde de ces impulsions (elle traduit la présence dans le second logement d'un verre de silice non traité). Sur cette figure, n'apparaissent évidemment pas de manière claire les acquisitions des valeurs de bruit respectivement associées aux signaux référence et mesure (les signaux acquis correspondent en effet à une vingtaine de niveaux de numérisation) : celles-ci sont réalisées dans cet ordre au voisinage des instants 0,135 sec et 0,215 sec.

3.2.9.3 Traitement des données

Une séquence d'acquisitions comprend donc, aussi bien pour la voie MM que pour chacun des pixels de la voie BBM, 4 valeurs numériques correspondant respectivement au signal de référence S_R , au bruit B_R associé, au signal de mesure S_M et au bruit B_M associé. Une mesure de transmission est obtenue en formant le rapport :

$$T = \frac{S_M - B_M}{S_R - B_R} \quad (3.12)$$

Nous disposons ainsi de deux types d'information, partiellement redondantes, et décrivant :

- l'évolution temporelle de la transmission $T(\lambda_0, t)$ à une longueur d'onde λ_0 définie par le réglage angulaire du monochromateur de la voie MM (résolution spectrale de la mesure de l'ordre de 0,35 nm),
- l'évolution temporelle de la transmission $T(n, t)$ aux longueurs d'onde associées à chacun des pixels de numéro n du réseau de photodiodes de la voie BBM (résolution spectrale de la mesure de l'ordre de 3,5 nm).

La cadence de rafraîchissement de ces deux informations étant de 2 Hz.

3.2.10 Interfaçage avec le PC de supervision du bâti

Le PC de supervision est l'organe principal assurant le pilotage du procédé de dépôt. Il regroupe dans une base de données l'ensemble des paramètres machine permettant de réaliser un dépôt de manière complètement automatique. C'est avec cet organe de supervision que le PC du système de contrôle multicritère est connecté via une communication utilisant un protocole TCP/IP. Cette communication est en particulier utilisée pour la transmission des ordres d'arrêt et le passage d'informations relatives au système de mesure. Le PC de supervision est ici défini comme Serveur et le PC du système de contrôle comme Client.

Nous avons défini cinq commandes de base permettant d'assurer *a minima* le pilotage du procédé de dépôt. Le tableau présenté sur la Figure 3.20 explicite la définition de chacune de ces commandes, représentée par une chaîne de caractères, ainsi que le sens de l'échange des paquets associés.

Commande PC_Multicritère	Sens de l'échange	Commande PC_Supervision	Description de l'étape
	<==	GO	Une fois que le procédé est chargé («Load») à partir du PC de Supervision + à chaque début de couche de l'empilement
RD	==>		Une fois que le PC Multicritère est prêt et a reçu le GO
FI	==>		Une fois que la valeur du critère d'arrêt est atteinte (stop couche)
ER	==>		Si une erreur (type à définir) apparaît lors du monitoring de la couche en cours depuis le PC Multicritère
JV	==>		En boucle ouverte toutes les 30 secondes afin de vérifier que la communication TCP/IP est toujours active (option implémentée mais non activée dans la version v0)

FIGURE 3.20 – Nomenclature des commandes échangées par protocole TCP/IP entre le PC de supervision et le PC du système de contrôle multicritère.

Les nombreux essais que nous avons menés au cours de la phase de développement nous ont montré que la transmission d'un ordre, en particulier celui d'arrêt de fin de couche « FI », est instantanée. Ceci nous permet de résoudre l'interrogation souvent formulée sur l'existence d'un temps de latence éventuel entre le moment où le critère est atteint et l'arrêt réel du dépôt (et donc de la pulvérisation). En effet, si un tel décalage avait existé, il aurait entraîné une erreur systématique sur l'épaisseur de chaque couche de l'empilement (sur-épaisseur) et provoqué une divergence aisément détectable entre réalisation et design des filtres fabriqués.

3.3 Caractérisation optique du montage

3.3.1 Bilan de flux

3.3.1.1 Transmission du système optique d'émission-réception

Ces mesures ont été réalisées sur banc, dans le but de pré-qualifier la structure de notre système d'émission-réception avant son intégration sur le bâti. Elles correspondent à des valeurs intégrées sur la totalité de la plage spectrale utile (typiquement 300 nm - 1000 nm).

La Figure 3.21 représente de manière schématique la structure de notre montage de test et les différentes interfaces, représentées par un chiffre, au droit desquelles nous avons effectué nos mesures.

Transmission du Système Optique d'Émission (SOE). Cette mesure est obtenue en formant le rapport entre le flux disponible à la sortie du collimateur d'émission (In-

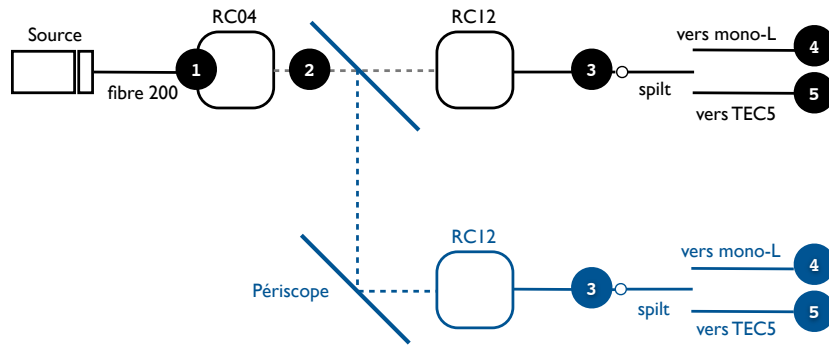


FIGURE 3.21 – Schéma fonctionnel du système d'émission-réception.

terface 2) et celui disponible en sortie de la fibre amorce de 200 μm (Interface 1). Elle met en œuvre une photodiode de grande surface (diamètre de l'ordre de 10 mm). Nous obtenons :

$$T_{2/1} = 0,85$$

ce qui est consistant avec les performances d'une aluminure protégée sur la gamme spectrale d'intérêt (le faisceau n'est pas diaphragmé).

Transmission du Système Optique de Réception (SOR). Cette seconde mesure vise à évaluer les pertes introduites par la totalité du système de réception, et incluant donc les pertes géométriques associées au collimateur lui-même (diaphragmation pupillaire), les pertes liées au traitement réfléchissant de ce collimateur et enfin, celles introduites par le couplage entre le flux focalisé et la fibre de mélange à cœur carré de 600 μm de côté.

La distance entre les pupilles des deux collimateurs est ici de 1 mètre, de sorte que le diamètre D' calculé à l'aide de la relation (3.7) est d'environ 19,7 mm pour un diamètre de pupille d'entrée de 22 mm. Il n'y a donc aucune diaphragmation. Le coefficient de réflexion du traitement réfléchissant apposé sur le miroir du collimateur est, comme dans le cas du SOE, de 85 %. Il nous reste à évaluer les pertes au foyer.

La fibre connectée au collimateur de réception (RC12) est une fibre à cœur carré dont le côté $2a_2$ est de 600 μm . Comme indiqué au paragraphe 3.2.3, le grandissement transverse du montage est défini par le rapport entre les focales des deux collimateurs, soit ici $\gamma = 50,8/15 = 3,39$. Le diamètre du spot lumineux au foyer du collimateur de réception est donc de 677 μm . La perte par couplage est donnée par le rapport entre la surface du spot effectivement captée par la fibre de mélange et la surface totale de ce spot, comme représenté par la Figure 3.22.

La surface totale S_1 du spot focal est définie par la relation :

$$S_1 = \pi(\gamma a_1)^2 \quad (3.13)$$

Nous devons retirer de cette surface les 4 zones bleues sombres extérieures au carré, dont nous désignerons la surface élémentaire par S_2 . Chacune de ces surfaces élémentaires est constituée par celle d'un secteur angulaire de rayon γa_1 et d'angle au sommet 2θ , diminuée de celle d'un triangle de hauteur a_2 et de base $2\gamma a_1 \sin \theta$. Par conséquent, nous pouvons

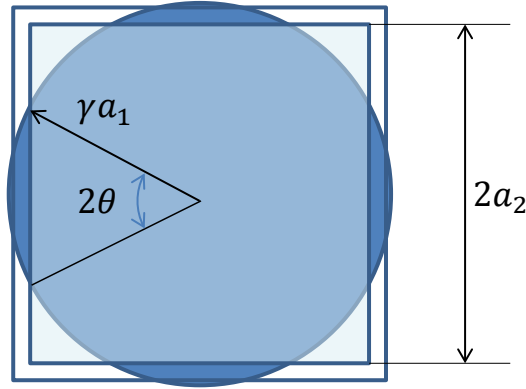


FIGURE 3.22 – Pertes géométriques de couplage au foyer du collimateur de réception.

écrire :

$$S_2 = \theta(\gamma a_1)^2 - a_2(\gamma a_1) \sin \theta \quad (3.14)$$

La valeur de θ étant définie par l'équation :

$$\cos \theta = \frac{a_2}{\gamma a_1} \quad (3.15)$$

Il vient donc :

$$S_2 = (\gamma a_1)^2 \arccos \left(\frac{a_2}{\gamma a_1} \right) - a_2(\gamma a_1) \sqrt{1 - \left(\frac{a_2}{\gamma a_1} \right)^2} \quad (3.16)$$

La transmission au foyer T_f est donc donnée par :

$$T_f = \begin{cases} 1 & \text{si } \gamma a_1 \leq a_2 \\ 1 - 4 \frac{S_2}{S_1} & \text{si } a_2 \leq \gamma a_1 < a_2 \sqrt{2} \\ \frac{4a_2^2}{S_1} & \text{si } a_2 \sqrt{2} < \gamma a_1 \end{cases} \quad (3.17)$$

La Figure 3.23 montre la variation de cette transmission au foyer avec le rapport $\gamma a_1/a_2$. Dans notre cas, ce rapport $\gamma a_1/a_2$ est de 1,13 ; ce qui conduit à une transmission au foyer de 90,3 %. La transmission hors tout de l'ensemble de réception T_{SOR} est donc de :

$$T_{\text{SOR}} = 1,00 \times 0,85 \times 0,903 \times (0,96)^2 = 0,71 \quad (3.18)$$

où le premier terme représente la diaphragmation pupillaire, le second le coefficient de réflexion, le troisième la transmission au foyer et le dernier la transmission de la fibre elle-même (4 % de réflexion à chaque extrémité). La mesure expérimentale donne 65 % ce qui est en bon accord avec la valeur que nous venons d'établir de manière théorique.

Pertes de branchement. La fibre coeur à carré de 600 microns est ensuite injectée, via une connexion FC/PC de manière à garantir un alignement parfait, vers un faisceau de 3×3 fibres à coeur et gaine carrés de 200/220 μm , le second chiffre désignant ici la

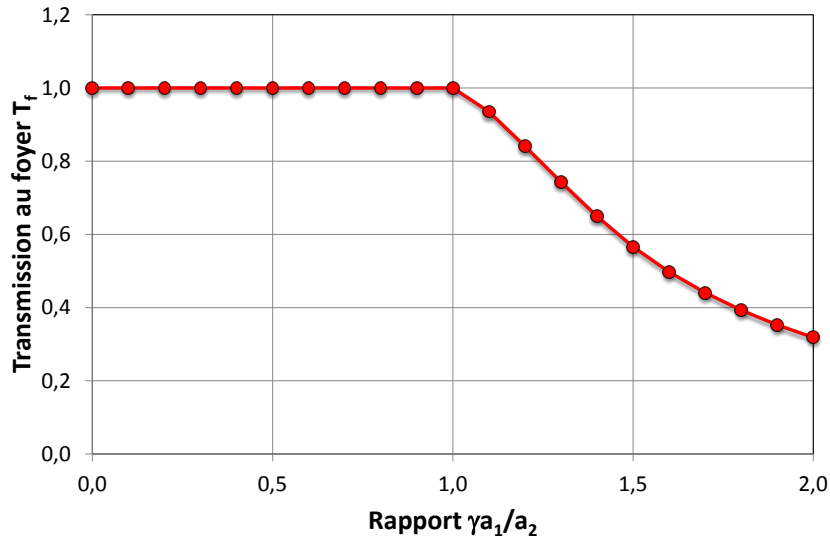


FIGURE 3.23 – Transmission au foyer du collimateur de réception.

dimension de la gaine. La Figure 3.24 montre la nature imparfaite du recouvrement entre les deux structures fibrées.

Pour chaque fibre, le facteur de couplage est égal au rapport entre la surface du spot effectivement couplée et la surface totale de ce même spot. Ceci suppose que le spot carré associé au champ proche de la fibre de mélange présente une émittance uniforme, ce qui est justement une hypothèse réaliste dans le cas d'une fibre à cœur carré.

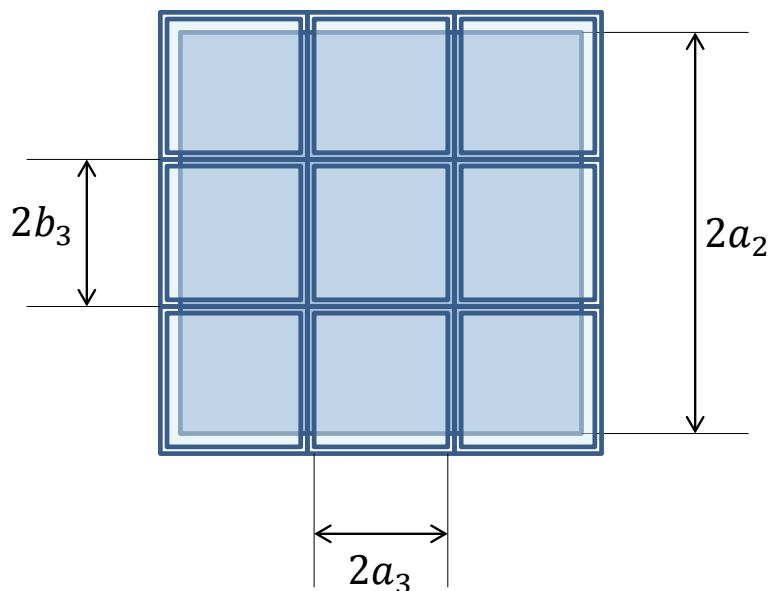


FIGURE 3.24 – Schéma de principe du couplage entre la fibre de mélange et le faisceau de 3×3 fibres à cœur et gaine carrés.

On désignera chaque fibre réceptrice par un doublet (i, j) de deux nombres entiers variant de 1 à 3, la fibre $(1, 1)$ étant celle qui se trouve en bas à gauche du faisceau de fibres. Le calcul du couplage nécessite la prise en compte de 3 cas distincts, à savoir :

Cas 1 : fibre (2, 2) ; le facteur de couplage est simplement donné par le rapport des deux surfaces de cœur, soit :

$$C_{2,2} = C_A = \frac{a_3^2}{a_2^2} \quad (3.19)$$

Cas 2 : fibres (2, 1), (1, 2), (3, 2) et (2, 3) ; le calcul doit ici prendre en compte la présence d'une bande non éclairée en bordure des fibres du *bundle*. Il vient :

$$C_{2,1} = C_{1,2} = C_{3,2} = C_{2,3} = C_B = \frac{2a_3(a_2 - b_3)}{4a_2^2} \quad (3.20)$$

Cas 3 : fibres (1, 1), (3, 1), (1, 3) et (3, 3) ; nous avons maintenant deux bandes non éclairées pour chaque fibre, soit :

$$C_{1,1} = C_{3,1} = C_{1,3} = C_{3,3} = C_C = \frac{(a_2 - b_3)^2}{4a_2^2} \quad (3.21)$$

Les valeurs numériques des dimensions correspondant à notre application sont $2a_2 = 600 \mu\text{m}$, $2a_3 = 200 \mu\text{m}$ et $2b_3 = 220 \mu\text{m}$, ce qui conduit aux résultats suivants :

$$\begin{aligned} C_A &= 11,1 \text{ \%} \\ C_B &= 10,6 \text{ \%} \\ C_C &= 10,0 \text{ \%} \\ T_{br} &= C_A + 4(C_B + C_C) = 93,5 \text{ \%} \end{aligned}$$

Les pertes de branchement sont donc de 6,5 %. Il convient de tenir également compte des pertes associées aux réflexions air-verre ou verre-air à chaque extrémité du faisceau de fibres (environ 4 % pour chaque interface), avant d'évaluer la quantité de flux adressée vers chacune des voies de mesure :

$$\begin{aligned} \text{— voie BBM} &: 0,111 \times (0,96)^2 = 10,2 \text{ \%} \\ \text{— voie MM} &: 4 \times (0,106 + 0,100) \times (0,96)^2 = 75,9 \text{ \%} \end{aligned}$$

Ce qui est extrêmement proche de la valeur attendue (1/8). La légère désadaptation de surface est donc ici sans réel impact.

3.3.1.2 Dépendance spectrale des signaux

Une fois le système de contrôle optique entièrement intégré sur le bâti DIBS, nous avons procédé à un enregistrement de la dépendance spectrale des signaux associés à chacune des deux voies de mesure. Cet enregistrement prend donc en compte l'ensemble des éléments susceptibles d'affecter le niveau de ces signaux, que ce soit au niveau de l'émission du flux lumineux, de son transport, de sa mise en forme et de sa détection.

La Figure 3.25 présente la dépendance spectrale du signal enregistré par la voie monochromatique lors d'un balayage de la gamme 300 nm - 1000 nm par pas de 1 nm. Ce signal est corrigé du bruit et correspond, pour chaque longueur d'onde au résultat de la sommation numérique des 1500 données acquises durant le créneau de 6 ms.

On notera la valeur relativement importante des signaux sur toute la plage allant de 400 nm à 700 nm, ainsi que la présence de pics intenses correspondant aux raies d'émission

du xénon entre 800 nm et 1 μm . Les signaux correspondant à une tension inférieure à 8 volts sont enregistrés avec un gain de 10^8 V/W tandis que ceux qui sont supérieurs à cette valeur seuil utilisent en fait un gain de 10^9 V/W.

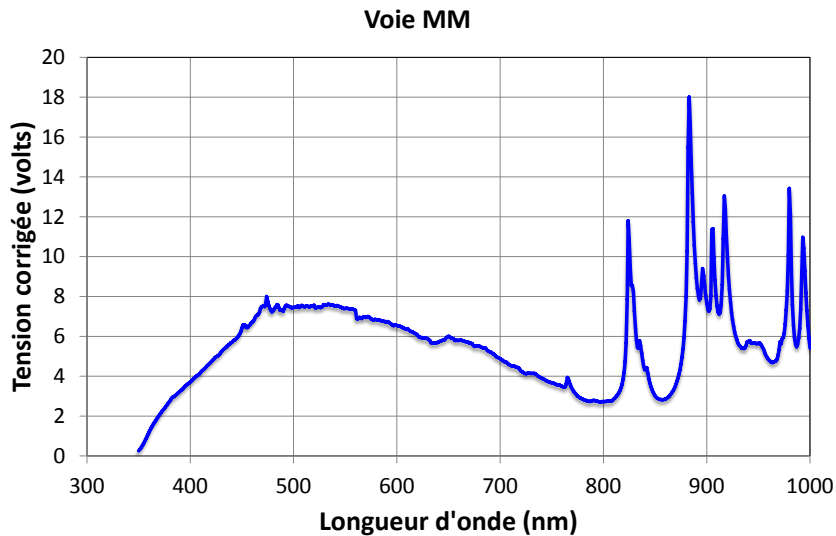


FIGURE 3.25 – Signal numérisé enregistré par la voie MM en l'absence d'échantillon ($S_R - B_R$).

La Figure 3.26 présente le même type d'enregistrement, mais cette fois pour la voie large bande. On y retrouve les pics d'émission du xénon, dont l'intensité décroît rapidement avec la longueur d'onde et la présence d'une valeur significative de flux jusqu'à 300 nm (au lieu de 350 dans le cas de la voie MM).

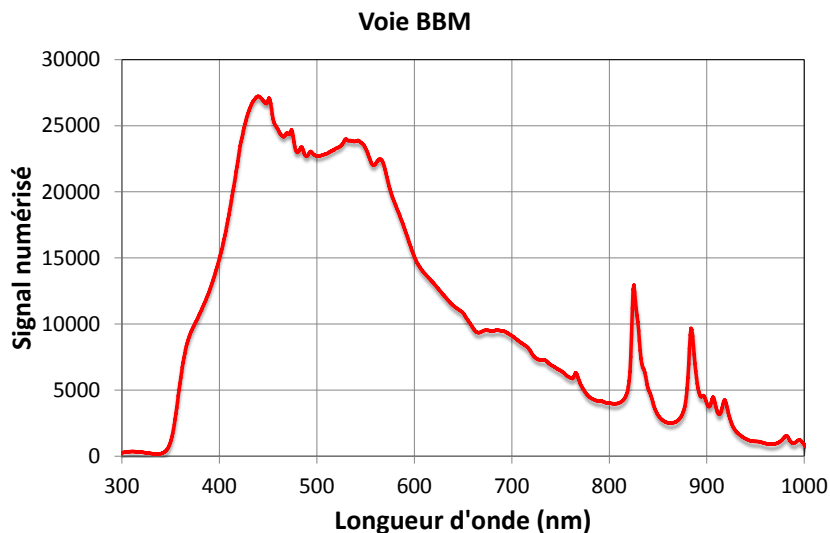


FIGURE 3.26 – Signal numérisé enregistré par la voie BBM en l'absence d'échantillon ($S_R - B_R$).

Comme précédemment, le signal enregistré est corrigé du bruit. Il est exprimé en niveaux de numérisation, sachant que la saturation des registres du PDA est atteinte pour 32768 niveaux (15 bits). Le signal maximum correspond donc à environ 80 % de ce niveau de saturation.

3.3.1.3 Transmission à vide

La Figure 3.27 présente le résultat d'une mesure de transmission réalisée en l'absence d'échantillon dans des conditions de mise en œuvre nominales.

Le résultat de la mesure large bande correspond à la moyenne de 500 acquisitions consécutives (points rouges sur la Figure 3.27). La moyenne globale ressort à 100,003 % pour un écart-type de 0,005 %. On notera que la dispersion des mesures augmente aux deux extrémités du spectre, c'est-à-dire en deçà de 350 nm, et, dans une moindre mesure, au-delà de 900 nm, tout en restant partout inférieure à 0,1 %. La justesse du résultat obtenu montre enfin que nos deux voies de mesure sont bien rigoureusement identiques.

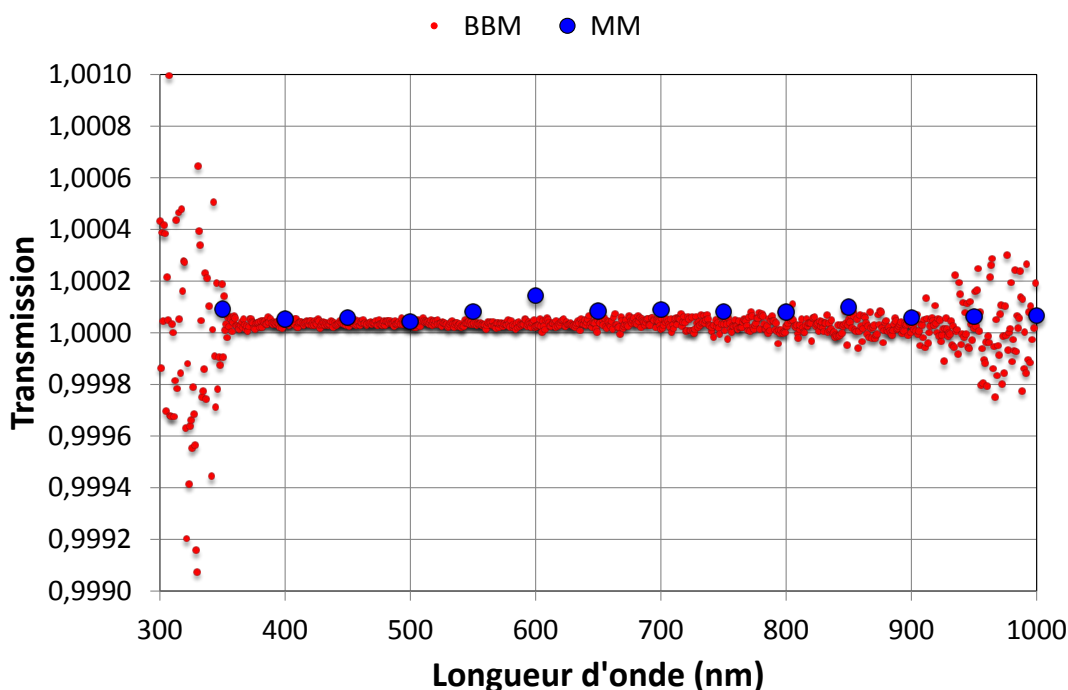


FIGURE 3.27 – Résultat d'une mesure de transmission réalisée par les deux voies BBM et MM en l'absence d'échantillon.

La mesure monochromatique a été réalisée dans les mêmes conditions (500 acquisitions par point bleu apparaissant à la Figure 3.27), mais uniquement pour quelques longueurs d'onde échelonnées de manière régulière tous les 50 nm entre 350 nm et 1000 nm. La moyenne globale est cette fois de 100,008 % pour un écart-type de 0,002 %.

Les deux mesures sont donc parfaitement consistantes, mais comme la comparaison est uniquement effectuée en l'absence d'échantillon, la portée de cette conclusion reste relativement limitée et nous serons donc amenés à reprendre cette analyse au paragraphe 3.3.3.

3.3.1.4 Rapport signal à bruit

Les Figures 3.28 et 3.29 montrent les fluctuations affectant une mesure de transmission respectivement réalisée par la voie large bande et la voie monochromatique sur une durée de 250 secondes (500 acquisitions consécutives réalisées en l'absence d'échantillon).

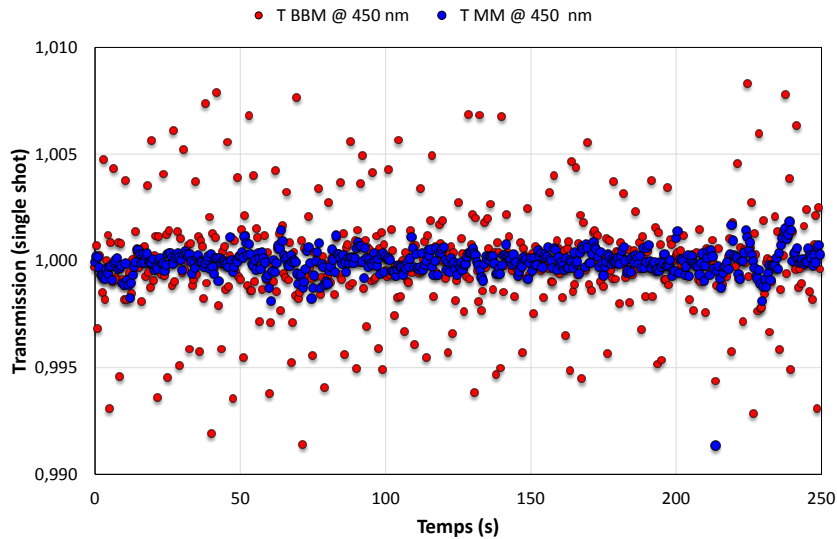


FIGURE 3.28 – Fluctuations de la transmission mesurée par les voies BBM et MM à la longueur d’onde de 450 nm durant 250 secondes.

Sur la Figure 3.28 (longueur d’onde de 450 nm), on constate que les fluctuations de la voie BBM (écart-type de l’ordre de 0,24 %) sont assez sensiblement supérieures à celles de la voie MM (écart-type de l’ordre de 0,06 %), les deux valeurs moyennes restant parfaitement identiques (respectivement 99,997 % et 99,994 %) et conformes à la valeur attendue (100 %). On notera également l’absence totale de dérive, cette caractéristique étant directement liée à la structure même des acquisitions réalisées.

Les résultats présentés sur Figure 3.29 (longueur d’onde de 500 nm) sont tout-à-fait comparables, à ceci près que les fluctuations de la voie BBM ($\sigma = 0,21\%$) sont cette fois légèrement inférieures à celles de la voie MM ($\sigma = 0,24\%$), les valeurs moyennes ne présentant aucune évolution significative (respectivement 99,992 % et 99,997 %).

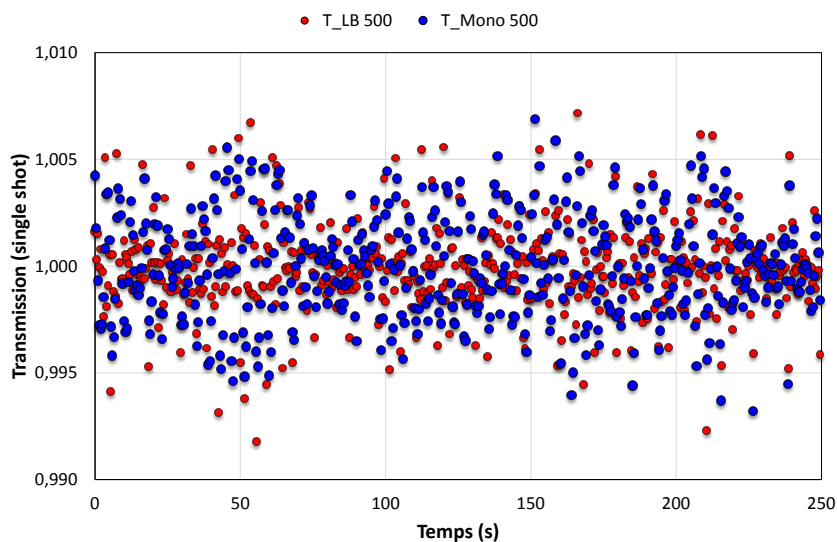


FIGURE 3.29 – Fluctuations de la transmission mesurée par les voies BBM et MM à la longueur d’onde de 500 nm durant 250 secondes.

3.3.2 Calibration spectrale

Cette calibration spectrale a tout d'abord pour but de recalibrer les échelles de longueur d'onde associées à chacune de nos deux voies de mesure *in situ* (MM et BBM), de manière à rendre possible une comparaison fiable des valeurs de transmission qu'elles fournissent. Mais elle a également pour objectif de connaître les valeurs de ces longueurs d'onde de manière absolue, afin de garantir la qualité du centrage en longueur d'onde des fonctions de filtrage dans la réalisation desquelles elles seront ultérieurement impliquées.

Nous avons indiqué au paragraphe 3.2.5 que les logements de notre porte-substrat étaient affectés d'une inclinaison d'environ 8° destinée à garantir une excellente uniformité des dépôts à la surface de substrats de 25 mm de diamètre. Il est donc important de choisir un étalon de transmission qui ne soit pas affecté par la présence de cet angle d'incidence.

C'est la raison pour laquelle nous nous sommes tournés vers des verres de Didymium et d'Holmium qui fonctionnent sur un mécanisme d'absorption, et non sur un effet interférentiel.

La dépendance spectrale de la densité optique de ces deux verres est présentée à la Figure 3.30, avec pour chaque verre étalon, une comparaison entre les données acquises par les deux voies de mesure (MM et BBM). Nous avons restreint le domaine spectral de visualisation à la gamme 280 nm - 600 nm dans le cas de l'Holmium et à la gamme 480 nm - 900 nm dans le cas du Didymium, pour tenir compte de la localisation effective des pics d'absorption remarquables habituellement utilisés avec chacun de ces matériaux.

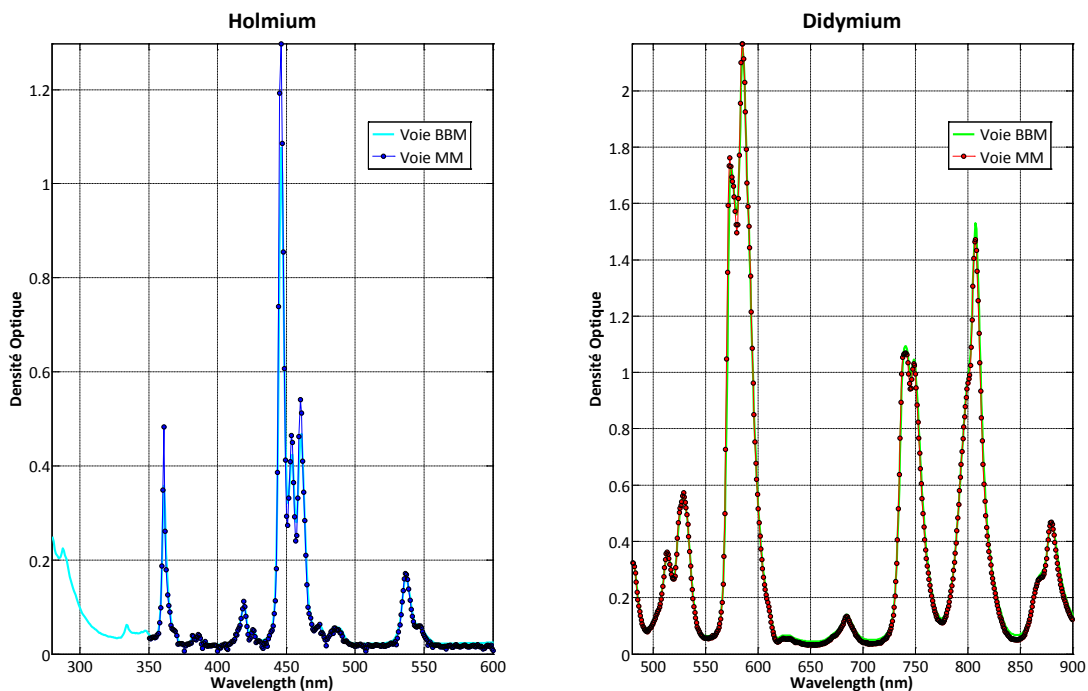


FIGURE 3.30 – Dépendance spectrale de la densité optique de verres d'Holmium et de Didymium (mesures expérimentales). À gauche : filtre Holmium (voie BBM, courbe continue de couleur cyan; voie MM, courbe bleue à points bleus). À droite : filtre Didymium (voie BBM, courbe continue de couleur verte; voie MM, courbe rouge à points rouges).

On notera la qualité de l'accord obtenu entre les deux voies de mesure, à l'exception des pics d'absorption de grande finesse (à 361 nm, 446 nm et 460 nm dans le cas de l'Hol-

mium, essentiellement 805 nm dans le cas du Didymium), dont le profil spectral est mieux restitué par la voie monochromatique. Rappelons que la résolution spectrale de nos deux moyens de mesure est sensiblement différente, puisqu'elle est d'environ 0,25 nm dans le cas MM et d'environ 3 nm dans le cas BBM. Nous serons amenés à revenir sur cette problématique au paragraphe 3.3.4.

	λ_{th}	λ_{MM}	$\delta\lambda_{MM}$	λ_{th}	λ_{BBM}	$\delta\lambda_{BBM}$	$\lambda_{MM} - \lambda_{BBM}$
Holmium	360,98	361,42	0,44	360,94	361,56	0,62	-0,14
Holmium	418,66	418,71	0,05	418,86	418,86	0,00	-0,15
Holmium	445,70	446,26	0,76	446,21	446,65	0,44	-0,19
Holmium	460,30	460,21	-0,09	460,42	460,76	0,34	-0,55
Didymium	528,93	528,75	-0,18	528,99	528,79	-0,20	-0,04
Holmium	536,36	537,04	0,68	536,87	537,41	0,54	-0,37
Didymium	573,09	574,16	1,07	573,07	574,59	1,52	-0,43
Didymium	587,06	584,96	-2,10	587,39	585,64	-1,75	-0,68
Didymium	684,59	684,12	-0,47	684,53	684,50	-0,03	-0,38
Didymium	741,05	741,14	0,09	741,07	740,58	-0,49	0,56
Didymium	748,52	748,87	0,35	748,54	748,87	0,33	0,00
Didymium	805,36	807,38	2,02	805,48	807,49	2,01	-0,11
Didymium	879,40	879,79	0,39	879,36	879,89	0,53	-0,10
<i>Moyenne</i>			0,23			0,30	-0,21
<i>Écart-type</i>			0,95			0,91	0,31

TABLE 3.5 – Comparaison entre les valeurs théoriques et expérimentales des longueurs d'onde des pics d'absorption de verres étalons d'Holmium et de Didymium (en nm). Les valeurs théoriques tiennent compte de la résolution effective de chacun des deux moyens de mesure (0,25 nm pour la voie MM; 3 nm pour la voie BBM).

Nous avons regroupé dans la Table 3.5 les valeurs théoriques [47,48] et expérimentales des longueurs d'onde de ces différents pics d'absorption, en prenant en compte à chaque fois la résolution spectrale effective du moyen de mesure. On constate que les écart-types entre valeurs expérimentales et valeurs théoriques sont inférieures au nanomètre, et relèvent plus d'une limite intrinsèque à cette méthode que d'un réel défaut de calibration.

3.3.3 Correction de la non-linéarité de réponse du PDA

Avant d'aborder au paragraphe 3.3.4 la prise en compte de la différence de résolution spectrale entre nos deux moyens de mesure *in situ*, il est nécessaire de s'assurer auparavant de la parfaite linéarité de leurs réponses photométriques, ou, le cas échéant, de définir un procédé de traitement qui permette de s'affranchir d'un écart éventuel à cette linéarité.

On sait que, par construction, une photodiode au silicium comme celle utilisée dans la voie MM présente, en mode photoconducteur (c'est-à-dire sans tension d'alimentation), une très grande linéarité, puisque celle-ci est susceptible d'être garantie sur près de sept décades. Ce n'est pas forcément le cas d'un détecteur à transfert de charge, comme celui utilisé, sous forme de réseau linéaire, dans la voie BBM. Il nous suffira donc de comparer

l'évolution relative des niveaux de transmission mesurés par ces deux voies pour identifier une possible non-linéarité de réponse de notre PDA (*PhotoDiode Array*).

Supposons en effet que notre détecteur BBM présente une telle non-linéarité, caractérisée par un coefficient α . Les signaux numériques délivrés lors de l'acquisition des flux mesure M (en présence de l'échantillon) et référence R (en l'absence de celui-ci) peuvent dans ce cas être mis sous la forme :

$$\begin{cases} R_v = R_e(1 + \alpha R_e) \\ M_v = M_e(1 + \alpha M_e) \end{cases} \quad (3.22)$$

où les quantités d'indice v désignent les valeurs vraies et celles d'indice e les valeurs effectivement mesurées. Il vient aussitôt, à l'ordre 1 de correction :

$$T_v = T_e [1 + \alpha(M_e - R_e)] \quad (3.23)$$

Compte tenu de ce qui a été dit précédemment, nous pouvons confondre le résultat de mesure de la voie monochromatique avec la valeur vraie ($T_e = T_{MM}$) et donc écrire :

$$\alpha = \frac{(T_{MM}/T_{BBM}) - 1}{M_{BBM} - R_{BBM}} \quad (3.24)$$

Pour pouvoir mettre en œuvre une telle approche et accéder à une estimation fiable de ce coefficient α pour chacun des pixels du détecteur PDA, il nous faut donc disposer des résultats de mesure fournis par les voies MM et BBM aux **mêmes longueurs d'onde** et ce, pour une large gamme de transmission (typiquement de 10 % à 90 %). Il faut en outre que les échantillons utilisés à l'occasion de cette calibration soient caractérisés par des profils spectraux relativement plats, afin que l'écart entre les résolutions spectrales des deux voies de mesure n'ait pas ici de conséquence.

Nous avons donc choisi d'utiliser un jeu de six verres neutres, qui, dans le domaine spectral correspondant au visible, présentent des densités optiques régulièrement croissantes (0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,6 ; 1,0), et un substrat nu de silice d'épaisseur 1 mm (densité équivalente de l'ordre de 0,1). Nous avons en outre décidé de restreindre la gamme d'analyse au domaine de longueurs d'onde compris entre 400 nm et 1000 nm (les densités optiques présentent en effet une décroissance assez rapide de leur transmission en deçà de 400 nm).

La Figure 3.31 présente le résultat brut de ces mesures, pour l'ensemble des échantillons que nous venons de définir [mesures BBM en couleur, avec, de bas en haut, silice 1 mm (en vert), densité optique 0,2 (en magenta), densité optique 0,3 (en jaune), densité optique 0,4 (en cyan), densité optique 0,5 (en rouge), densité optique 0,6 (également en jaune) et densité optique 1,0 (en bleu), mesures MM en noir]. La mesure en mode monochromatique résulte d'un balayage effectué entre 350 nm et 1000 nm par pas de 1 nm. Pour chacune de ces 651 valeurs de longueurs d'onde, une acquisition complète des signaux associés aux 1024 pixels de la voie BBM est réalisée, ce qui rend possible, au final, un moyennage de toutes ces acquisitions, pixel à pixel. Le bruit résiduel affectant les mesures de la voie BBM est donc ici négligeable, ce qui n'est pas tout-à-fait le cas pour les signaux de la voie MM, puisqu'ils correspondent, pour leur part, à une seule acquisition.

On constate que les écarts entre les deux voies restent en toute situation relativement mineurs (typiquement, moins de 0,6 %) et que les deux courbes extrêmes (silice 1 mm en vert, densité 1,0 en bleu) présentent les écarts globaux les plus faibles.

Pour chaque pixel n dont le numéro d'ordre est compris entre 256 (correspondant à la longueur d'onde de 400,7 nm) et 994 (correspondant à la longueur d'onde de 999,2 nm), nous pouvons donc calculer sept valeurs différentes du coefficient de non-linéarité α associé (une par échantillon). Le résultat obtenu est représenté sur la Figure 3.32 en adoptant le même code de couleur que celui utilisé à la Figure 3.31.

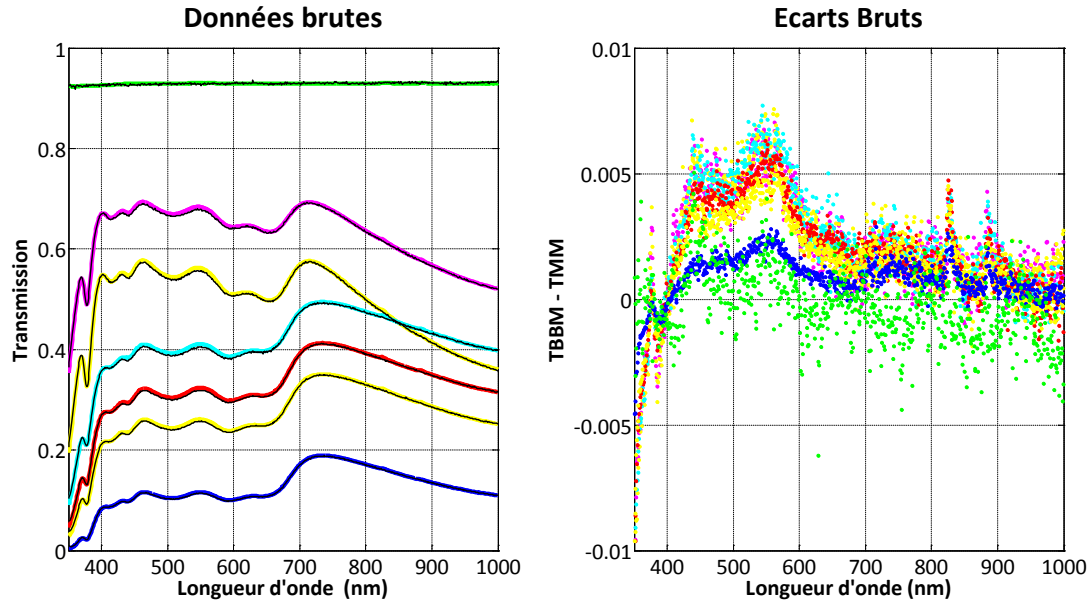


FIGURE 3.31 – Mesures comparées de la transmission spectrale d'un lot d'échantillons. À gauche : mesures brutes de transmission (en couleur, voie BBM ; en noir, voie MM). À droite : écarts entre voies.

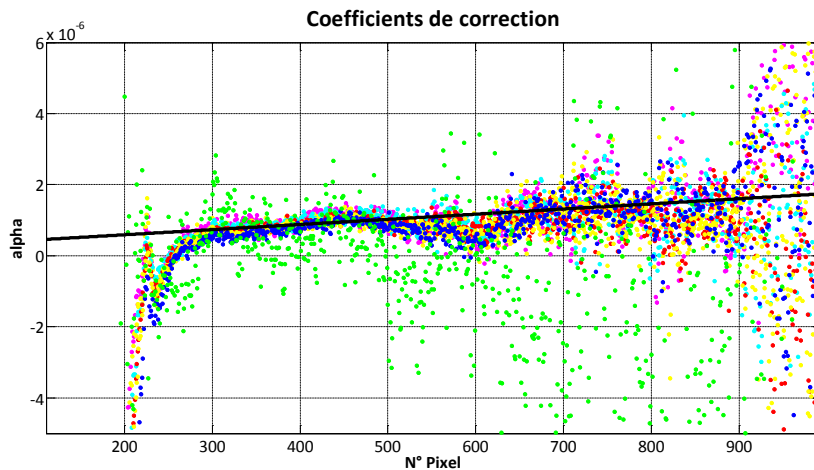


FIGURE 3.32 – Coefficient de correction de la non-linéarité de la voie BBM. En couleur, valeurs du coefficient $\alpha(n)$ déterminées à partir des mesures comparées de transmission de sept échantillons ; en noir, courbe de tendance de type linéaire.

Ce résultat appelle deux commentaires :

- la dispersion des résultats est majoritairement due au bruit résiduel affectant les mesures de transmission fournies par la voie MM, et se trouve amplifiée lorsque l'écart entre mesure et référence est faible. C'est notamment le cas du substrat de

silice, de sorte que sa contribution à la mesure de ce coefficient α (points verts) sera désormais mise de côté,

- une tendance générale de type quasi linéaire se dégage alors clairement sur l'ensemble de la gamme comprise entre les pixels 300 et 700, voire 300 et 900, et peut être en première approximation représentée par la courbe en noir, d'équation :

$$\alpha(n) = 3.10^{-7} + 1,45.10^{-9}n \quad (3.25)$$

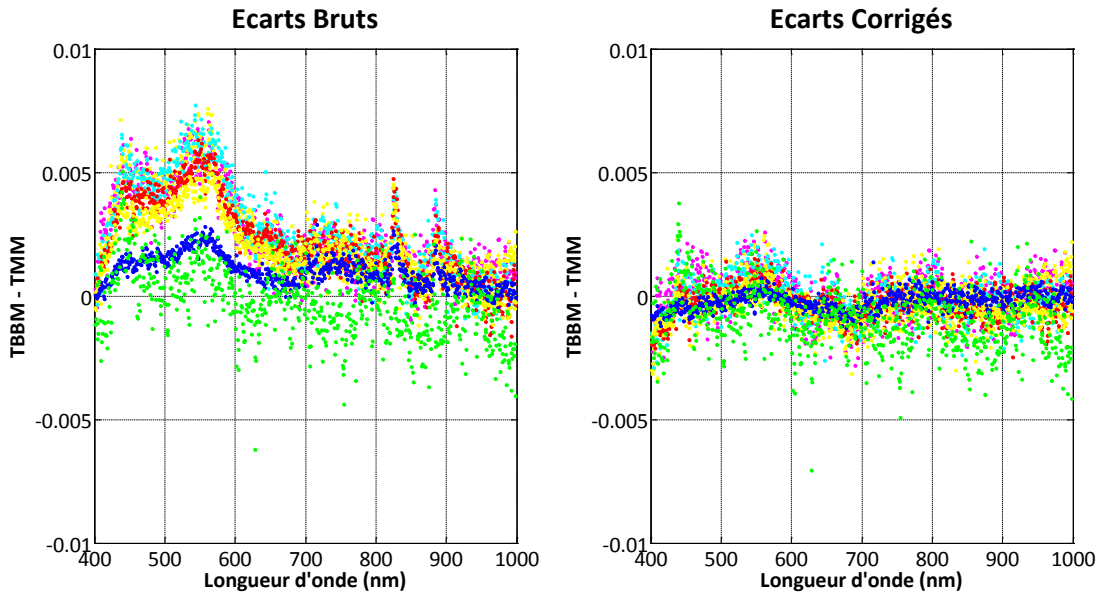


FIGURE 3.33 – Écarts entre mesures de transmission de la voie BBM et de la voie MM. À gauche : écarts entre les mesures brutes. À droite : écarts résiduels après correction de la non-linéarité de la voie BBM.

Si nous appliquons ce coefficient de correction aux données brutes enregistrées par la voie BBM (M_{BBM} et R_{BBM}), nous obtenons alors des données corrigées, dont les écarts résiduels sont présentés sur la courbe de droite de la Figure 3.33 (la courbe de gauche reproduisant les écarts associés aux données brutes, de manière à bien visualiser le gain de linéarité apporté par cette correction). On constate que celle-ci permet de ramener ces écarts résiduels en dessous de 0,2 %, quelque soit le niveau de transmission considéré.

3.3.4 Fonction d'appareil spectrale

3.3.4.1 Problématique

Nous avons déjà souligné au paragraphe 3.3.2 l'influence de la résolution spectrale de notre moyen de mesure sur la qualité de restitution du profil spectral des raies d'absorption caractéristiques du verre d'Holmium. Les Figures 3.34 et 3.35 présentent de nouvelles illustrations de cet effet :

- d'une part, dans le cas d'un filtre interférentiel de référence NBPF-3C réalisé sur la machine HELIOS de l'Institut FRESNEL et dont le design, qui comprend 41 couches

alternées $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ (H/B), correspond à un FABRY-PEROT 3 cavités à *spacers* haut indice, centré à 600 nm et de formule :

$$\text{Substrat} \mid [(HB)^3 4H(BH)^3] B [(HB)^3 4H(BH)^3] B [(HB)^3 4H(BH)^3] \mid \text{Air}$$

La Figure 3.34 présente en comparaison une mesure à haute résolution spectrale (0,1 nm) de la transmission de ce filtre entre 300 et 1000 nm réalisée à l'aide du spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050 dont est doté l'équipe Couches Minces Optiques de l'Institut FRESNEL (courbe noire) et la mesure de la transmission de ce même filtre réalisé à l'aide du spectrophotomètre TEC5 de la voie BBM, *ex situ* et sous incidence quasi normale (courbe bleu clair).

On notera la présence d'un bruit important sur les données TEC5 enregistrées avant 380 nm : ceci est dû à l'utilisation d'une source halogène (en lieu et place de la source ENERGETIQ) et de la faible puissance émise par ce type de source dans la partie bleue du spectre. La coupure franche en deçà de 350 nm qui apparaît sur les données PERKIN-ELMER est par contre réelle et provoquée par la forte absorption du Nb_2O_5 dans ce domaine de longueurs d'onde,

- d'autre part, dans le cas d'un filtre interférentiel plus complexe, de référence #13-034, dont le design comprend une centaine de couches et qui a également été fabriqué avec cette même machine HELIOS à l'aide d'alternances $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$.

La Figure 3.35 présente en comparaison une mesure réalisée, *in situ* et sous incidence de 8° , d'une part à l'aide de la voie MM (courbe rouge) et d'autre part à l'aide de la voie BBM (courbe bleu clair).

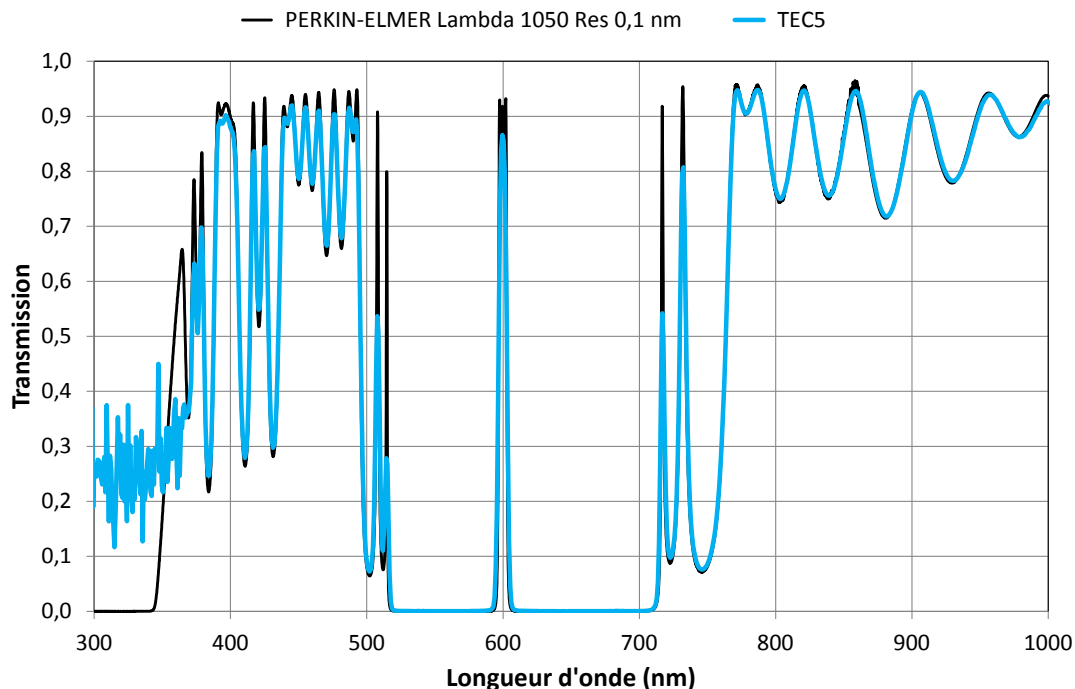


FIGURE 3.34 – Transmission spectrale du filtre NBPF-3C mesurée à l'aide d'un PERKIN-ELMER Lambda 1050 (courbe noire, résolution 0,1 nm) et avec le spectrophotomètre TEC5 de la voie BBM (courbe bleu clair).

Notre objectif vise ici à définir une méthode numérique qui permette de modéliser l'impact de la résolution spectrale du spectrophotomètre à réseau linéaire de photodiodes sur

le résultat de la mesure de transmission d'un filtre interférentiel. La mise en œuvre d'une telle méthode est tout-à-fait cruciale, car elle rendra non seulement possible une comparaison pertinente entre les mesures des voies MM et BBM, mais elle assurera également la transformation des données d'un design théorique en *cibles* pratiques pour tout procédé d'arrêt de dépôt sensible aux valeurs **effectives** de la transmission mesurée à l'aide de la voie BBM, qu'elles soient de nature monochromatique ou large bande.

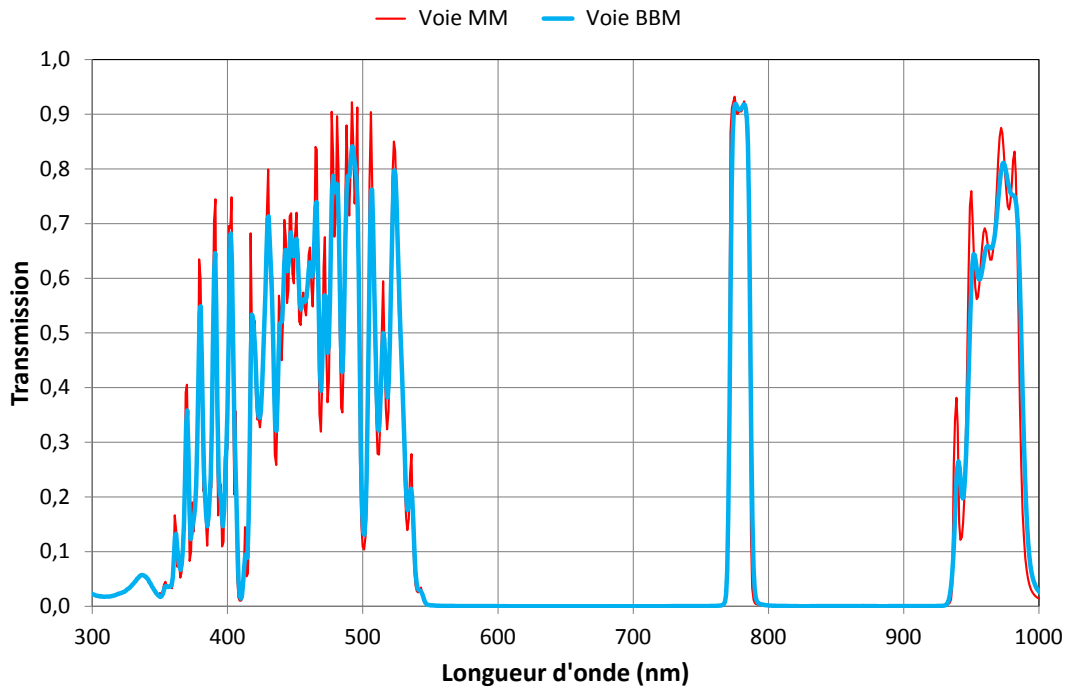


FIGURE 3.35 – Transmission spectrale du filtre #13-034 mesurée à l'aide de la voie monochromatique MM (courbe rouge) et de la voie large bande BBM (courbe bleu clair).

3.3.4.2 Principe de la méthode

Le spectrophotomètre TEC5 est équipé d'une embase de raccordement de type SMA dont la partie interne est constituée par un convertisseur disque-ligne mettant en œuvre des fibres optiques de 70 μm de diamètre de cœur, et dont l'extrémité ligne constitue la fente d'entrée du monochromateur de la voie BBM, de largeur $2a = 70 \mu\text{m}$.

Le réseau holographique concave dont est doté ce spectrophotomètre assure à la fois la dispersion linéaire des données spectrales et une fonction d'imagerie, caractérisée par un grandissement transverse γ . L'image de la fente d'entrée sur le détecteur PDA est donc une plage de largeur $2\gamma a$. Mais il nous faut également tenir compte ici de l'effet de la diffraction, dont la contribution est décrite par une tâche d'Airy dont la largeur à mi-hauteur, toujours dans le plan du réseau linéaire de photodiodes, est définie par la quantité :

$$\Delta x = \frac{\lambda}{2 \sin \theta'} = \frac{\lambda \gamma}{2 \sin \theta} \quad (3.26)$$

où $\sin \theta$ désigne l'ouverture numérique des fibres du convertisseur disque-ligne ($\sin \theta = 0,22$).

Pour une longueur d'onde donnée λ , l'image de la fente d'entrée dans le plan du réseau de photodiodes peut donc, en première approximation, être décrite par une fonction Trapèze $\text{Tra}(x, \lambda)$ définie par :

$$\text{Tra}(x, \lambda) = \begin{cases} 0 & \text{pour } x \leq -\frac{\gamma\lambda}{2 \sin \theta} - \gamma a \\ 1 + \frac{2 \sin \theta}{\gamma\lambda}(x + \gamma a) & \text{pour } -\frac{\gamma\lambda}{2 \sin \theta} - \gamma a < x < -\gamma a \\ 1 & \text{pour } -\gamma a \leq x \leq \gamma a \\ 1 - \frac{2 \sin \theta}{\gamma\lambda}(x - \gamma a) & \text{pour } \gamma a < x < \gamma a + \frac{\gamma\lambda}{2 \sin \theta} \\ 0 & \text{pour } \gamma a + \frac{\gamma\lambda}{2 \sin \theta} \leq x \end{cases} \quad (3.27)$$

où l'origine des x est prise à la position qui correspond à la longueur d'onde λ dans le référentiel du réseau linéaire de photodiodes. Une représentation schématique de cette fonction d'appareil spectrale est donnée à la Figure 3.36.

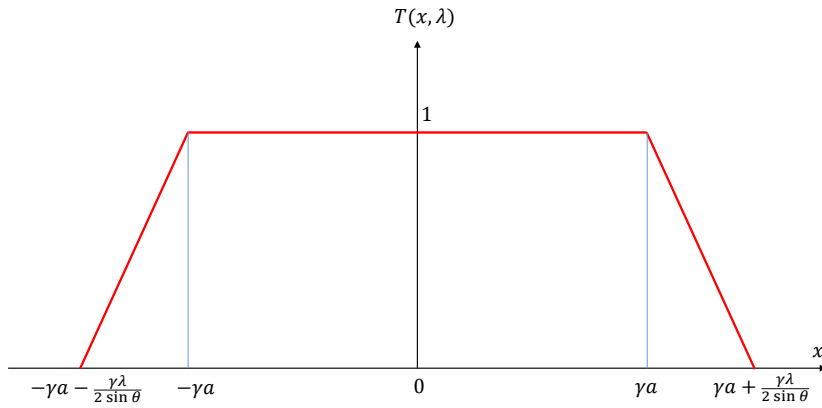


FIGURE 3.36 – Fonction d'appareil spectrale de la voie BBM.

La loi de calibration spectrale de la voie BBM établit d'autre part un lien entre le numéro d'ordre n du pixel et la longueur d'onde $\lambda(n)$ qui lui correspond, exprimée en nanomètres, soit :

$$\lambda(n) = 189,242 + 0,827123 n - 7,42225 \cdot 10^{-7} n^2 - 1,16351 \cdot 10^{-8} n^3 \quad (3.28)$$

Nous pouvons aisément transformer cette relation discrète en une loi continue en tenant compte de la dimension transverse p d'un pixel élémentaire ($p = 25 \mu\text{m}$), et écrire donc :

$$\lambda(x) = 189,242 + 0,0330849 x - 1,18756 \cdot 10^{-9} x^2 - 7,44648 \cdot 10^{-13} x^3 \quad (3.29)$$

où x est exprimé en microns et a pour origine le centre du pixel virtuel de rang zéro. Le signal effectif enregistré à l'abscisse x a donc pour expression :

$$S(x) = \int_{\lambda} S(\lambda) \text{Tra}[x - x(\lambda), \lambda] d\lambda \quad (3.30)$$

où $x(\lambda)$ désigne la fonction réciproque de $\lambda(x)$. On en déduit aussitôt la valeur du signal délivré par le pixel d'ordre n

$$S(n) = \int_{(n-\frac{1}{2})p}^{(n+\frac{1}{2})p} S(x) dx \quad (3.31)$$

Le grandissement transverse γ n'étant pas explicitement connu, nous le déterminerons en minimisant la fonction de mérite $M(\gamma)$ définie par :

$$M(\gamma) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N [T_{\text{calc}}(n) - T_{\text{exp}}(n)]^2} \quad (3.32)$$

où T_{exp} désigne le résultat de la mesure expérimentale de la transmission du filtre NBPF-3C réalisée à l'aide du spectrophotomètre TEC5 (courbe bleu ciel de la Figure 3.34) et T_{calc} le résultat du calcul défini par la relation :

$$T_{\text{calc}}(n) = \frac{\int_{(n-\frac{1}{2})p}^{(n+\frac{1}{2})p} \int_{\lambda} T_{\text{PE}}(\lambda) F(\lambda) \text{Tra}[x - x(\lambda), \lambda] d\lambda dx}{\int_{(n-\frac{1}{2})p}^{(n+\frac{1}{2})p} \int_{\lambda} F(\lambda) \text{Tra}[x - x(\lambda), \lambda] d\lambda dx} \quad (3.33)$$

$T_{\text{PE}}(\lambda)$ désigne ici le résultat de la mesure de transmission spectrale du même filtre réalisée à l'aide du spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050 (courbe noire de la Figure 3.34) et $F(\lambda)$ la dépendance spectrale des signaux délivrés par le spectrophotomètre TEC5 en l'absence d'échantillon. Comme cette dépendance ne présente aucune variation spectrale rapide et qu'elle intègre, par définition, l'effet de la résolution spectrale du spectrophotomètre, nous pouvons donc supprimer la fonction $F(\lambda)$ dans la relation (3.34) et écrire :

$$T_{\text{calc}}(n) = \frac{\int_{(n-\frac{1}{2})p}^{(n+\frac{1}{2})p} \int_{\lambda} T_{\text{PE}}(\lambda) \text{Tra}[x - x(\lambda), \lambda] d\lambda dx}{\int_{(n-\frac{1}{2})p}^{(n+\frac{1}{2})p} \int_{\lambda} \text{Tra}[x - x(\lambda), \lambda] d\lambda dx} \quad (3.34)$$

3.3.4.3 Mise en œuvre

Nous avons donc recherché la valeur du paramètre γ qui minimise la fonction de mérite pour chacun des deux filtres présentés au paragraphe 3.3.4.1. Les variations de cette fonction de mérite $M(\gamma)$, normalisées par rapport à sa valeur minimale, sont présentées à la Figure 3.37 pour les deux filtres considérés ici.

La valeur optimale du paramètre γ est égale à 1,475 dans le cas du filtre NBPF-3C et à 1,425 dans le cas du filtre #13-034. Par ailleurs, les variations de la fonction de mérite de part de d'autre de ce minimum sont beaucoup plus rapides dans le cas du filtre NBPF-3C. Ceci est tout simplement dû à leur différence de profils spectraux, le filtre #13-034 présentant une bande de réjection de largeur beaucoup plus importante. Compte tenu de la faible dépendance en γ de la fonction de mérite du filtre #13-034, nous avons donc choisi d'adopter comme valeur finale du paramètre γ celle définie par la fonction de mérite du filtre NBPF-3C, c'est-à-dire égale à 1,475.

Les Figures 3.38 à 3.41 présentent les résultats de l'approche décrite au paragraphe 3.3.4.3 dans le cas des deux filtres NBPF-3C et #13-034 et en utilisant la valeur $\gamma = 1,475$. On notera dans tous les cas la qualité de l'accord entre les mesures réalisées avec le spectrophotomètre TEC5 et les données résultant de l'application de la fonction d'appareil aux mesures soit PERKIN-ELMER Lambda 1050, soit enregistrées par la voie MM.

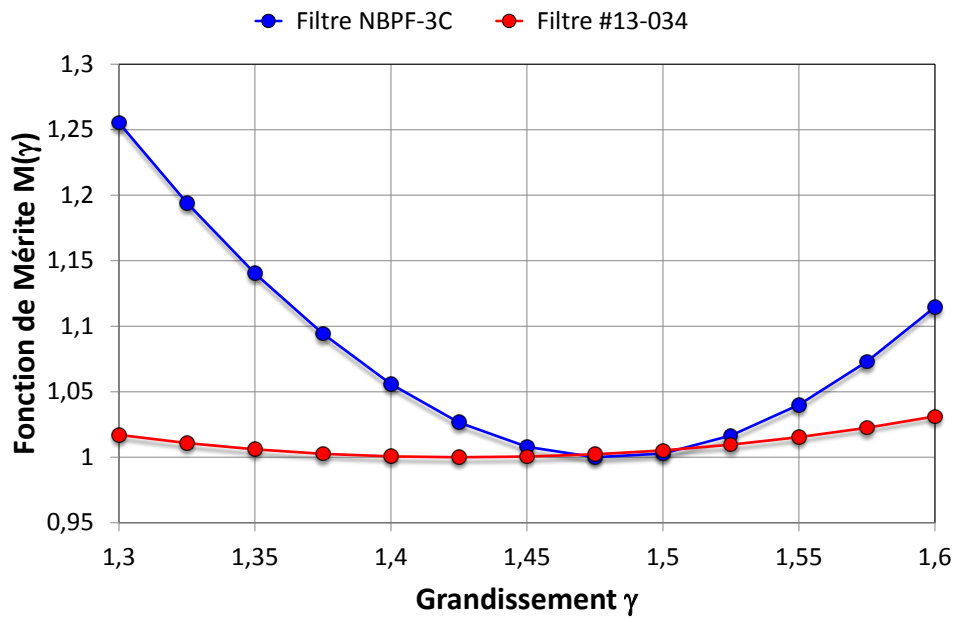


FIGURE 3.37 – Variations de la Fonction de Mérite normalisée $M(\gamma)$ (courbe bleue, filtre NBPf-3C centré à 600 nm; courbe rouge, filtre #13-034 centré à 782 nm).

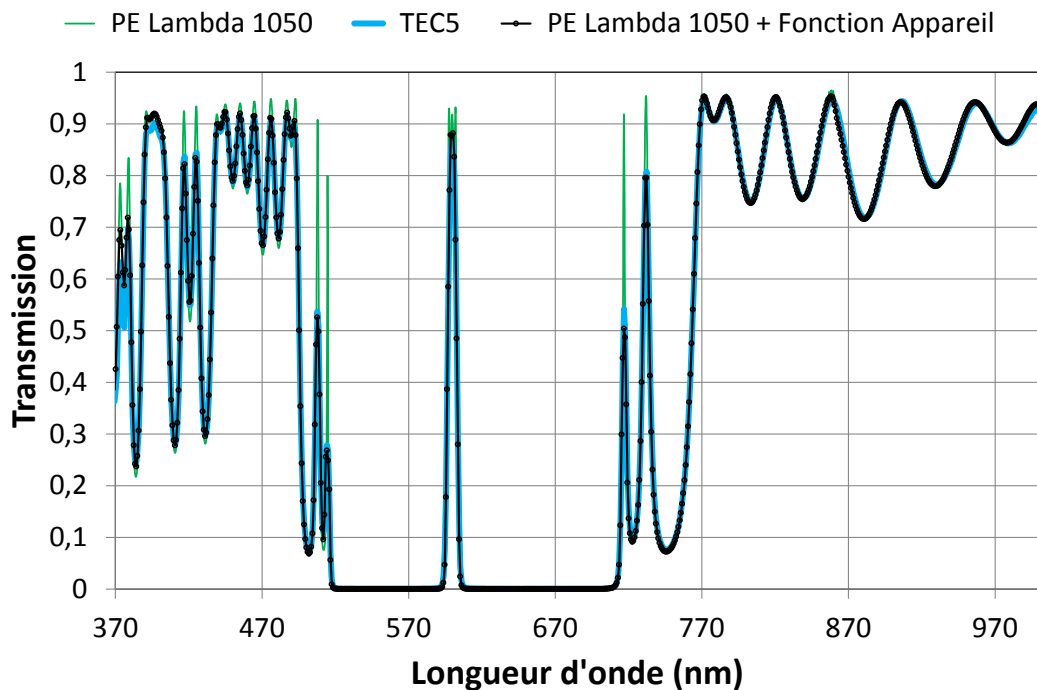


FIGURE 3.38 – Transmission spectrale du filtre NBPf-3C (courbe verte, mesures PERKIN-ELMER Lambda 1050; courbe bleu clair, mesures spectrophotomètre TEC5 de la voie BBM; cercles noirs reliés par une courbe noire, données obtenues après application de la fonction d'appareil aux mesures PERKIN-ELMER Lambda 1050).

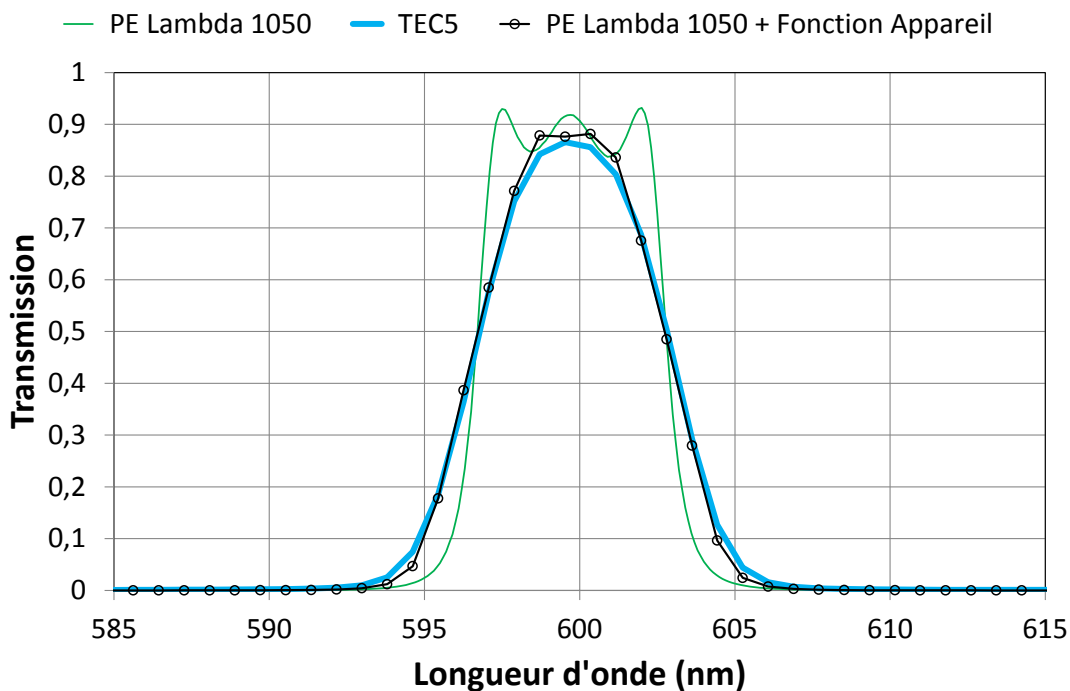


FIGURE 3.39 – Transmission spectrale du filtre NBPF-3C au voisinage de sa longueur d'onde de centrage (courbe verte, mesures PERKIN-ELMER Lambda 1050; courbe bleu clair, mesures spectrophotomètre TEC5 de la voie BBM; cercles noirs reliés par une courbe noire, données obtenues après application de la fonction d'appareil aux mesures PERKIN-ELMER Lambda 1050).

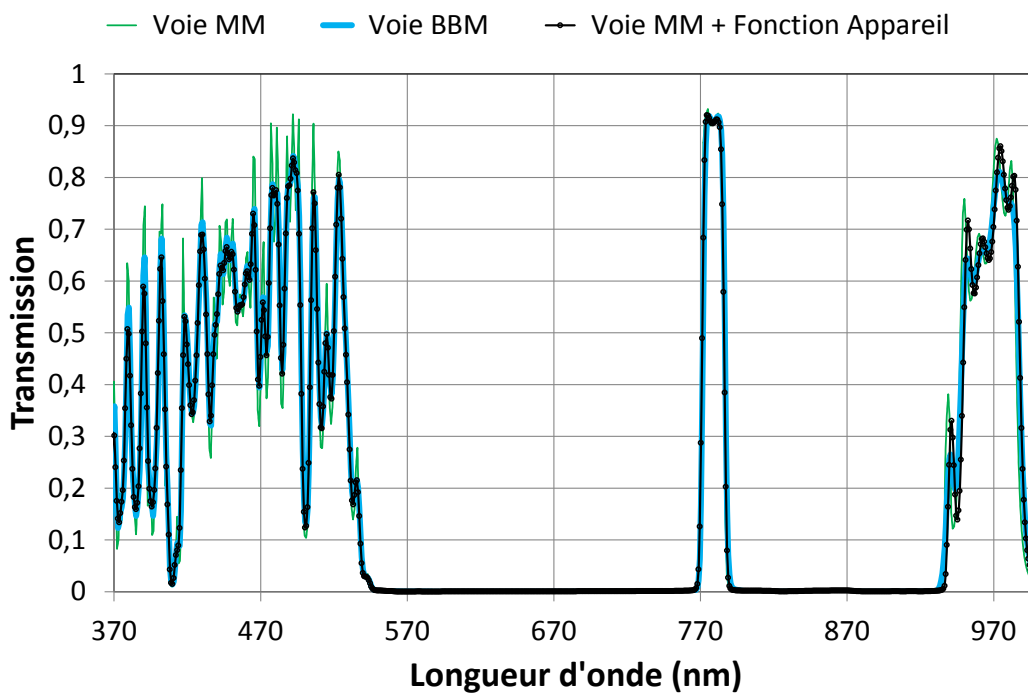


FIGURE 3.40 – Transmission spectrale du filtre #13-034 (courbe verte, mesures voie MM; courbe bleu clair, mesures voie BBM; cercles noirs reliés par une courbe noire, données obtenues après application de la fonction d'appareil aux mesures de la voie MM).

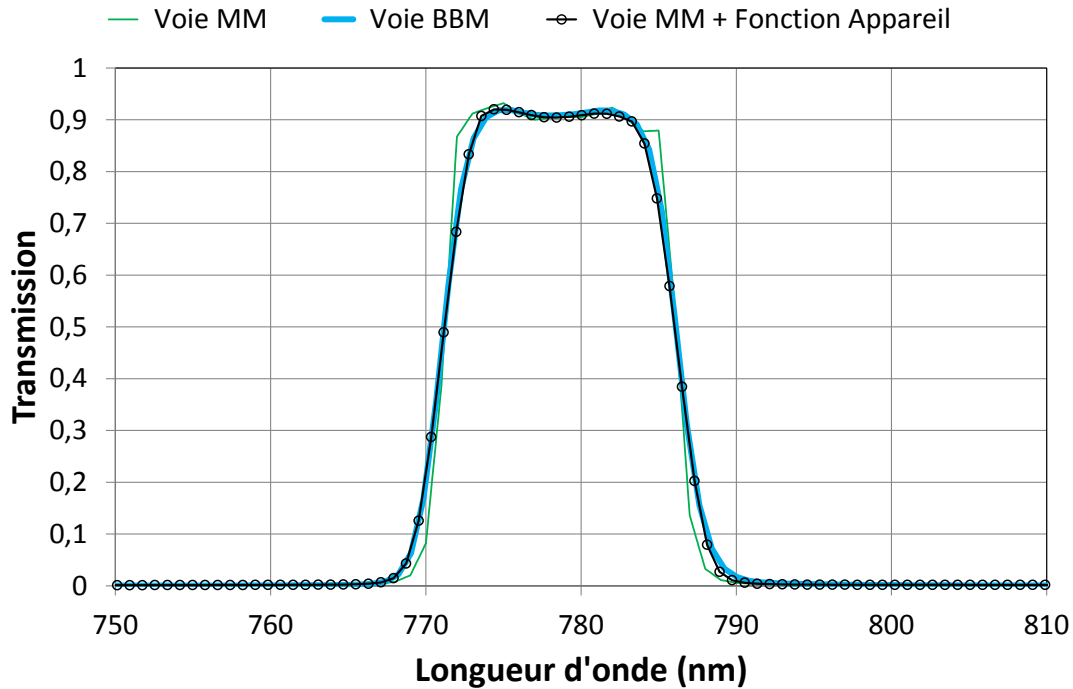


FIGURE 3.41 – Transmission spectrale du filtre #13-034 au voisinage de sa longueur d'onde de centrage (courbe verte, mesures voie MM; courbe bleu clair, mesures voie BBM; cercles noirs reliés par une courbe noire, données obtenues après application de la fonction d'appareil aux mesures de la voie MM).

Les quelques écarts résiduels qui demeurent se trouvent majoritairement situés dans la partie bleu-proche UV du spectre (entre 370 nm et 400 nm), ainsi que dans l'infrarouge proche, entre 900 nm et 1000 nm.

Cette conclusion est pleinement confirmée par une analyse fine des transmissions de ces deux filtres au voisinage de leurs longueurs d'onde de centrage (*cf.* Figures 3.39 et 3.41).

Enfin, on pourrait être surpris par le fait que la fonction d'appareil utilisée ne dépende pas de la résolution intrinsèque du moyen de mesure initial. En fait, la méthode que nous avons décrite est réellement générique et ne dépend pas de cette résolution pour autant que celle-ci soit bien évidemment supérieure à celle du moyen final. Pour s'en convaincre, il suffit de considérer par exemple la partie proche infrarouge de la transmission du filtre NBPF-3C, entre 770 nm et 970 nm. L'application de la fonction d'appareil n'a aucun effet sur les données acquises avec le PERKIN-ELMER Lambda 1050, car la résolution du spectrophotomètre TEC5 est ici suffisante pour rendre correctement compte du profil spectral du filtre. Pour formuler cette conclusion importante d'une autre manière, l'application de la fonction d'appareil aux données de la voie BBM les laisse identiques à elles-mêmes.

Cette approche pourra donc être également appliquée aux résultats issus d'un design théorique, ce qui est de la plus grande importance dans le cas des procédures d'arrêt large bande.

3.4 Conclusion

Les résultats présentés dans ce Chapitre nous ont permis d'établir de manière claire que le contrôle optique *in situ* que nous avons d'abord développé sur banc, puis intégré à notre machine de dépôt DIBS, répondait à l'ensemble des objectifs que nous nous étions assignés, à savoir :

- il permet de réaliser de manière totalement synchrone une mesure monochromatique de la transmission d'un empilement en cours de dépôt à une longueur d'onde définie par l'utilisateur et une mesure large bande de cette même transmission, et ce, à haute cadence (vitesse de rotation du porte substrat de l'ordre de 120 rpm),
- il présente des caractéristiques métrologiques de grande qualité en termes de stabilité, de justesse et de rapport signal à bruit, notamment grâce à l'emploi combiné d'une source de lumière blanche à haute luminance spectrale, d'un système de captation et de répartition du flux lumineux entièrement fibré et d'une voie de référence intégrée au porte-substrat tournant,
- sa structure rend possible l'enregistrement de la transmission spectrale d'un empilement à achèvement du dépôt, par exemple avant et après remise de la chambre à la pression atmosphérique, sur une large plage de longueurs d'onde (350 nm à 1000 nm), avec une haute résolution spectrale (0,35 nm) et un temps d'acquisition optimisé (environ 10 minutes pour 650 points de mesure),
- ses performances rendent enfin possible l'utilisation de données théoriques transformées par l'application d'une fonction d'appareil en cibles optimisées pour le suivi large bande de dépôts complexes.

Chapitre 4

Mesure *in situ* de l'indice de réfraction

Sommaire

4.1	Introduction	110
4.2	Principe de la méthode	110
4.3	Analyse détaillée de mise en œuvre	112
4.3.1	Mesures expérimentales	112
4.3.2	Traitement des signaux	115
4.3.3	Dispersion d'indice	117
4.3.4	Indice de réfraction	120
4.3.5	Coefficient d'extinction	123
4.3.6	Vitesse de dépôt et épaisseur	123
4.3.7	Description récapitulative	124
4.4	Validation numérique de la méthode	126
4.4.1	Définition des données de test	126
4.4.2	Optimisation des paramètres libres	127
4.4.3	Tests de consistance et de justesse	131
4.4.4	Amélioration de l'estimation initiale	135
4.5	Application au cas de la monocouche de Ta₂O₅	136
4.5.1	Détermination directe	136
4.5.2	<i>Refining</i>	138
4.6	Évolution des constantes optiques de la couche au cours du dépôt	140
4.6.1	Principe de la méthode	140
4.6.2	Mise en œuvre	141

4.1 Introduction

Nous avons montré au Chapitre 2 qu'il était possible de déterminer la dépendance spectrale des propriétés optiques d'un matériau en couches minces grâce à la mise en oeuvre de mesures spectrophotométriques réalisées *ex situ* et couplées à l'emploi d'une méthode d'optimisation globale. Nous y avons également souligné l'intérêt tant conceptuel que pratique qu'il y aurait à pouvoir transposer cette approche *in situ*.

Ceci suppose toutefois que les propriétés des empilements considérés n'évoluent pas de manière détectable lors du passage vide/air. Dans le cas de la pulvérisation ionique assistée par faisceau d'ions (DIBS), c'est effectivement le cas, comme le montre la Figure 4.1, où se trouvent regroupés les résultats de mesures *in situ* et *ex situ* de la transmission spectrale d'une monocouche 6H à 600 nm de Ta₂O₅ déposée sur un substrat de silice. Les mesures *in situ* ont été effectuées à l'aide de la voie large bande du contrôle optique décrit au Chapitre 3, tandis que les mesures *ex situ* ont été réalisées avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050. Sur cette figure, on constate en effet que les deux résultats de mesure sont parfaitement superposés.

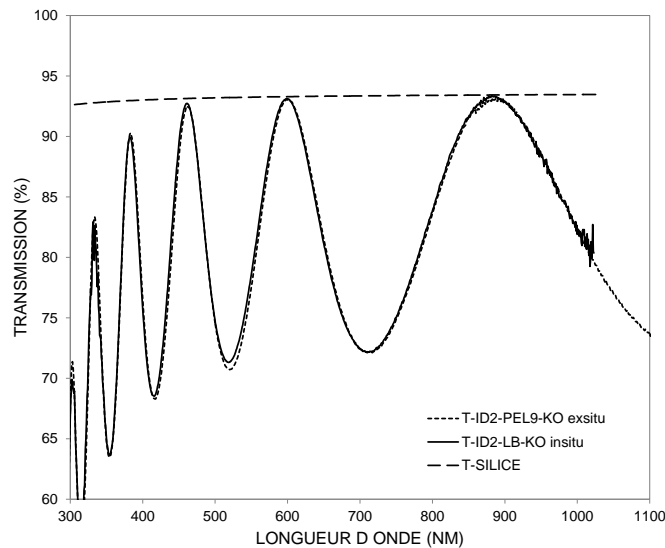


FIGURE 4.1 – Mesures comparées des transmissions $T(\lambda)$ *ex situ* et *in situ* d'une couche de Ta₂O₅ déposée sur un substrat de silice.

Nous sommes donc en droit d'examiner les modalités possibles de ces mesures *in situ* et les informations éventuellement nouvelles auxquelles elles vont nous donner accès.

4.2 Principe de la méthode

Le montage que nous avons présenté en détail au Chapitre 3 nous permet donc d'enregistrer de manière simultanée la transmission spectrale d'un échantillon :

- d'une part en mode monochromatique, à une longueur d'onde unique définie par l'utilisateur, mais en bénéficiant dans ce cas d'un faible bruit (typiquement 0,2 %) et d'une haute résolution spectrale (typiquement 0,35 nm),

- et d'autre part en mode large bande, dans toute la gamme comprise entre 280 nm et 1020 nm, le pas de mesure en longueur d'onde étant dans ce cas de l'ordre de 0,8 nm, la résolution de typiquement spectrale 3 nm et le bruit compris entre 0,2 % et 2 % suivant les longueurs d'onde considérées.

Ces deux informations sont en outre acquises de manière totalement synchrone et délivrées à une cadence de 2 Hz (vitesse de rotation du porte-substrat fixée à 120 tours par minute).

Sachant que les vitesses de dépôt sont ici de l'ordre de 0,2 nm/s, ceci nous permet donc d'enregistrer les évolutions de transmission de l'empilement en fonction de l'épaisseur de la dernière couche déposée (*cf.* paragraphe 2.2) avec un pas en épaisseur de l'ordre de 0,1 nm.

Ce type d'enregistrement peut être évidemment réalisé durant le dépôt d'une monocouche *épaisse* de matériau haut indice (par exemple Ta₂O₅) sur un substrat de silice.

Nous avons déjà analysé une telle situation de manière théorique au Chapitre 2, d'une part dans le cas où cette monocouche était transparente (paragraphe 2.2.2.3) et d'autre part dans le cas où elle présentait de l'absorption (paragraphe 2.2.3.1).

Plaçons nous dans un premier temps dans le cas transparent : ceci pourra toujours être réalisé pour le Ta₂O₅ en choisissant convenablement le domaine spectral considéré, par exemple de 500 nm à 1000 nm. Dans ces conditions, la transmission mesurée à une longueur d'onde particulière désignée par λ_c présente une modulation périodique, la position des extrema de transmission étant définie par la relation (2.60), soit :

$$n_1(\lambda_c)e_m = m \frac{\lambda_c}{4}$$

Supposons maintenant que la vitesse de dépôt v soit constante (rappelons à cette occasion que c'est l'une des raisons pour lesquelles nous avons sélectionné la technologie DIBS). Nous pouvons alors écrire :

$$m = \frac{4n_1(\lambda_c)}{\lambda_c} vt_m \quad (4.1)$$

et ce, pour toute longueur d'onde λ_c située à l'intérieur du domaine spectral de transparence du matériau considéré (dans notre exemple, le pentoxyde de tantale).

Si nous considérons alors les données acquises par la voie large bande, non pas en fonction de λ , mais **en fonction de l'instant d'acquisition t pour chaque longueur d'onde λ_n associée au pixel n** , nous pouvons analyser la modulation temporelle de transmission enregistrée à cette longueur d'onde, repérer la position $t_{n,m}$ de ses extrema, puis tracer la droite reliant les numéros d'ordre m_n de ces extrema aux temps caractéristiques $t_{n,m}$; la pente $p(\lambda_n)$ de cette droite étant définie par :

$$p(\lambda_n) = \frac{4n_1(\lambda_n)}{\lambda_n} v \quad (4.2)$$

La vitesse de dépôt v n'étant pas *a priori* connue, il nous faut l'éliminer de cette relation, ce qui peut être aisément obtenu en formant le rapport des pentes p à deux longueurs d'onde différentes λ_n et λ_q , soit :

$$P(\lambda_n, \lambda_q) = \frac{p(\lambda_q)}{p(\lambda_n)} = \frac{n_1(\lambda_q)}{n_1(\lambda_n)} \frac{\lambda_n}{\lambda_q} \quad (4.3)$$

Les quantités P , λ_n et λ_q pouvant être obtenues de manière expérimentale, nous sommes donc en mesure de déterminer les indices de réfraction à toutes les longueurs d'onde sous réserve de connaître la valeur de cet indice à une seule d'entre elles, ce qui s'écrit :

$$n_1(\lambda_q) = n_1(\lambda_0) \left[\frac{\lambda_q}{\lambda_0} P(\lambda_q, \lambda_0) \right] \quad (4.4)$$

Les analyses théoriques présentées au paragraphe 2.2.3.1 montrent d'autre part que la mesure des valeurs des maxima et des minima de transmission donne accès à la plupart des informations encore manquantes.

Pour une longueur d'onde donnée, la décroissance de ces valeurs avec leur numéro d'ordre permet en effet d'identifier la présence éventuelle d'une absorption : dans le domaine spectral de transparence de la couche, les valeurs des maxima ne dépendent alors que de l'indice du substrat (ce qui permet d'y avoir accès et de vérifier ainsi l'accord entre données expérimentales et données disponibles dans la littérature), tandis que celles des minima dépendent à la fois de l'indice du substrat et de celui de la monocouche. Cette détermination dans un domaine spectral restreint peut alors être étendue à l'ensemble du spectre par application de la relation de dispersion. Ces indices une fois connus, l'analyse des pentes de décroissance des extrema avec leur numéro d'ordre permet d'en déduire les valeurs des coefficients d'extinction.

Une fois la détermination des pentes $p(\lambda_n)$ effectuée, nous aurons aussitôt accès à la valeur de la vitesse de dépôt v , aux valeurs de l'épaisseur déposée e à tout instant t , et en particulier à celle correspondant à l'achèvement du dépôt de la couche. Nous serons alors en mesure de modéliser de manière théorique les propriétés de transmission spectrale de l'ensemble {substrat + monocouche}, et de calculer ainsi la valeur prise par une fonction quantifiant l'écart entre transmission mesurée et transmission théorique. Ceci nous permettra également, à rebours, de vérifier que la valeur $n_1(\lambda_0)$ utilisée permet de décrire correctement les propriétés de transmission spectrale de la couche tout au long de sa formation, ou d'identifier éventuellement une évolution de celles-ci, notamment en début de dépôt. Pour ce faire, il sera toutefois nécessaire de supposer que les quantités $P(\lambda_q, \lambda_0)$ ne sont pas affectées par de telles modifications.

Notons que la procédure que nous venons de décrire a un caractère totalement *déterministe* et ne peut donc conduire qu'à une solution **unique**, dont les caractéristiques ne dépendent nullement d'hypothèses formulées *a priori* ou d'une expertise de l'opérateur.

La méthode que nous venons de décrire est aisément transposable au cas d'un bicouche, sous réserve de l'appliquer dans l'ordre de dépôt de ces deux couches. Nous aurons en effet besoin des valeurs de l'épaisseur et des indices de la première couche pour déterminer celles de la seconde, de la même manière qu'il nous a été nécessaire de disposer des indices du substrat pour caractériser la première couche.

4.3 Analyse détaillée de mise en œuvre

4.3.1 Mesures expérimentales

Nous avons tracé à la Figure 4.2 deux exemples caractéristiques des signaux temporels fournis par la voie BBM durant le dépôt d'une couche $6H$ de Ta_2O_5 . Celui de gauche est

obtenu à la longueur d'onde de 600 nm (la valeur très précise qui apparaît sur le graphe correspond en fait à celle qui résulte de l'application de la relation (3.28) dans le cas du pixel numéro 499) et représentatif d'un domaine spectral où le rapport signal à bruit est élevé et l'absorption négligeable.

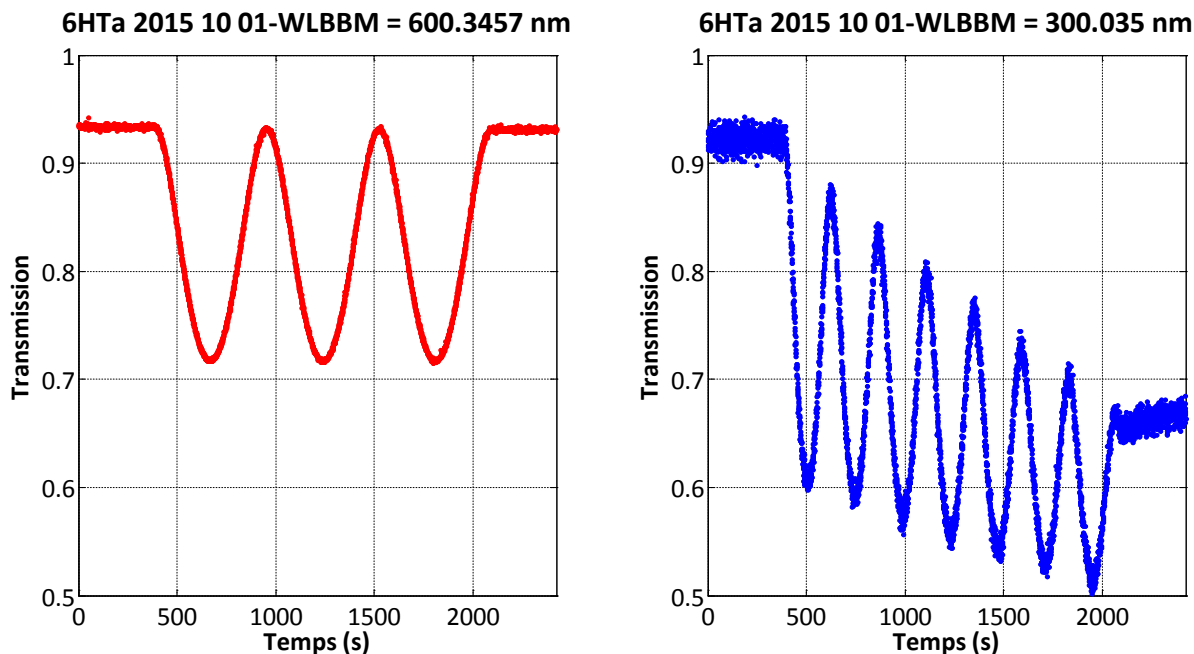


FIGURE 4.2 – Exemples de signaux temporels monochromatiques fournis par la voie BBM durant le dépôt d'une couche 6H à $\lambda_c = 600$ nm de Ta_2O_5 (à gauche, à 600 nm ; à droite, à 300 nm).

Celui de droite est enregistré à la longueur d'onde de 300 nm et illustre à la fois la présence d'une absorption et la dégradation du rapport signal à bruit par rapport à la situation précédente (les deux ne sont évidemment pas liés).

La première difficulté que nous allons rencontrer dans la mise en œuvre de la méthode dont nous venons de décrire le principe au paragraphe 4.2 sera justement de déterminer avec une grande précision les instants t où la couche est quart d'onde. En effet, la seule méthode envisageable consiste ici à calculer numériquement la valeur de la dérivée de la transmission par rapport au temps (la vitesse est en effet supposée constante) et à rechercher le moment où celle-ci s'annule.

Mais comme les signaux dont nous disposons sont bruités, l'opération de dérivation va amplifier cette caractéristique, comme cela se trouve illustré par les courbes présentées aux Figures 4.3 et 4.4. À 600 nm, déterminer la position des zéros semble encore accessible, mais à 300 nm, on peut douter y parvenir avec précision, malgré le fait que la dérivée numérique utilise ici des données situées à $\pm 5,5$ s de l'instant repère pour lequel s'effectue ce calcul.

Il nous faudrait donc disposer d'une méthode de traitement qui permette de s'affranchir totalement de la présence de ce bruit d'acquisition et présente en outre un minimum d'accroche aux données, c'est-à-dire que son principe et sa mise en œuvre ne suppose rempli qu'un nombre minimum d'hypothèses formulées *a priori*.

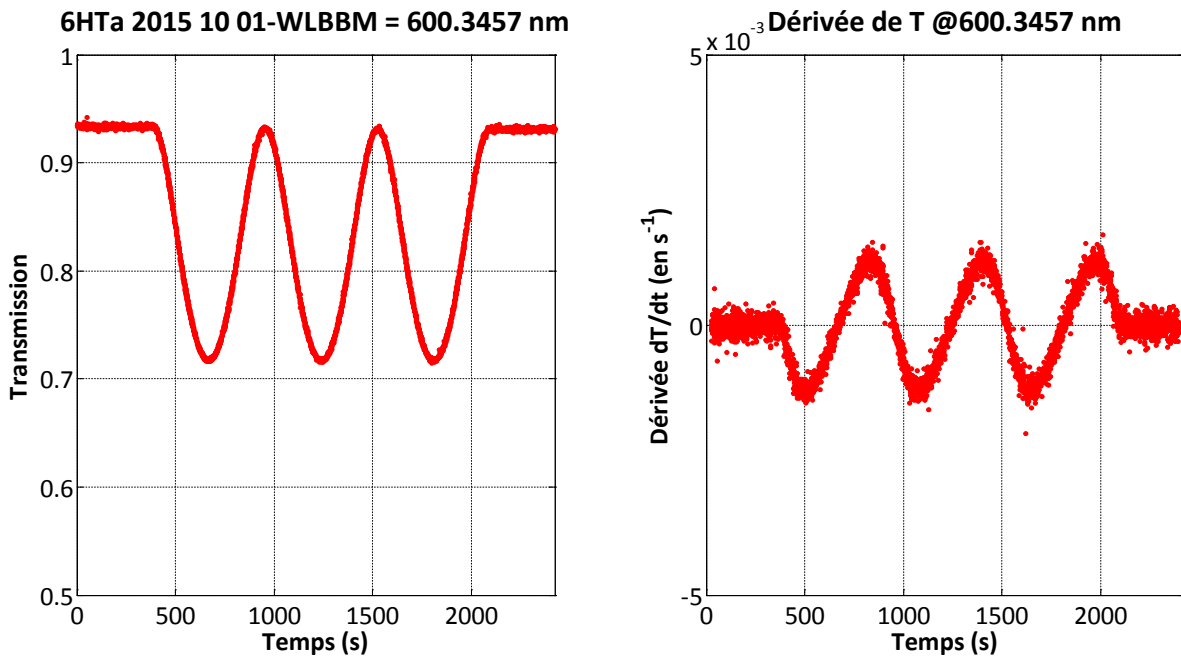


FIGURE 4.3 – Effet de la dérivation temporelle réalisée de manière numérique sur les signaux acquis par la voie BBM à 600 nm (à gauche, signaux de base ; à droite, dérivée numérique de ces signaux).

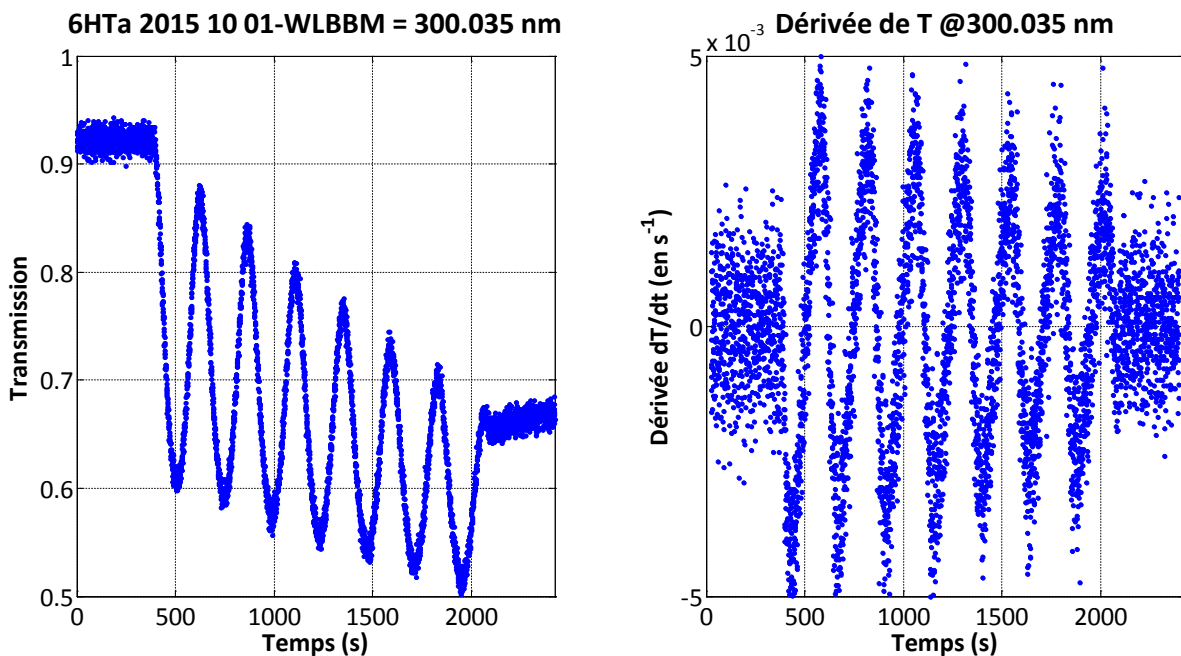


FIGURE 4.4 – Effet de la dérivation temporelle réalisée de manière numérique sur les signaux acquis par la voie BBM à 300 nm (à gauche, signaux de base ; à droite, dérivée numérique de ces signaux).

4.3.2 Traitement des signaux

Or, quelles sont les caractéristiques réellement fondamentales de notre signal ?

En fait, qu'il est périodique (sous condition de stabilité de la vitesse de dépôt) et que sa fréquence caractéristique f_0 est définie par la relation :

$$f_0 = \frac{2n_1(\lambda)v}{\lambda} \quad (4.5)$$

Cette fréquence est aisément accessible à la mesure ($1/f_0 \approx 560$ s à 600 nm, *cf.* Figure 4.2, d'où $f_0 \approx 1,8$ mHz), cette valeur étant cohérente avec un indice de réfraction de 2,15 et une vitesse v de dépôt de 0,25 nm/s. Comme la Figure 4.2 et la relation (4.5) le montrent, cette fréquence varie en raison inverse de la longueur d'onde. Donc, sous réserve de tenir compte de cette dépendance, nous pouvons filtrer les signaux enregistrés par la voie BBM autour de cette fréquence caractéristique et améliorer ainsi de manière drastique leur rapport signal à bruit.

Le filtre fréquentiel que nous utiliserons ici sera de type passe-bas apodisé (il est en effet important qu'il passe le continu), et décrit par la fonction :

$$H(f) = \begin{cases} 1 & \text{si } f \leq f_c \\ 1 - \sin \left[\frac{\pi(f - f_c)}{2f_c} \right] & \text{si } f_c < f \leq 2f_c \\ 0 & \text{si } f > 2f_c \end{cases} \quad (4.6)$$

où f_c désigne la fréquence de coupure de ce filtre. Sa fonction de transfert $H(f)$ est représentée à la Figure 4.5.

La valeur précise de la fréquence de coupure f_c fera l'objet d'une optimisation détaillée au paragraphe 4.4. Par défaut, elle sera prise ici égale à 4 fois la fréquence f_0 de modulation.

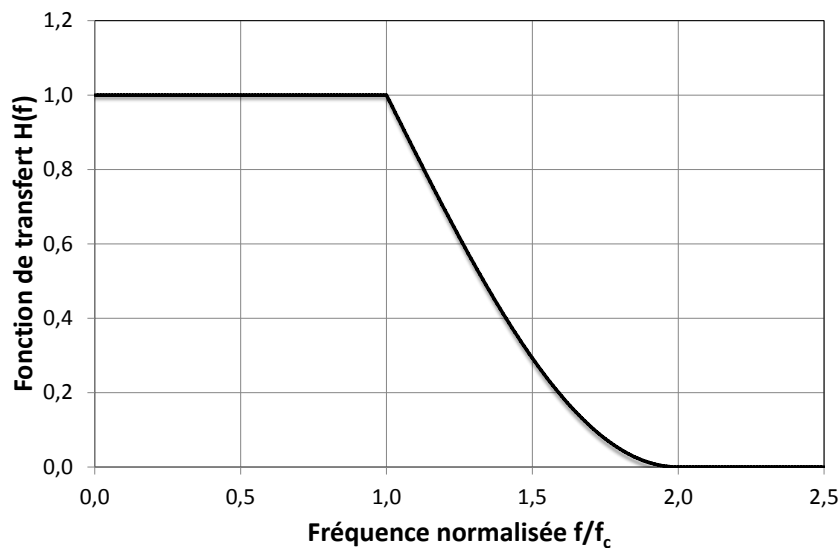


FIGURE 4.5 – Fonction de transfert $H(f)$ du filtre fréquentiel appliqué aux données de mesure de la voie BBM.

Les Figures 4.6 et 4.7 permettent de constater la remarquable qualité des signaux obtenus après filtrage, l'absence totale de distorsion générée par le filtre choisi, ainsi que l'amélioration très significative du rapport signal à bruit auquel il donne accès.

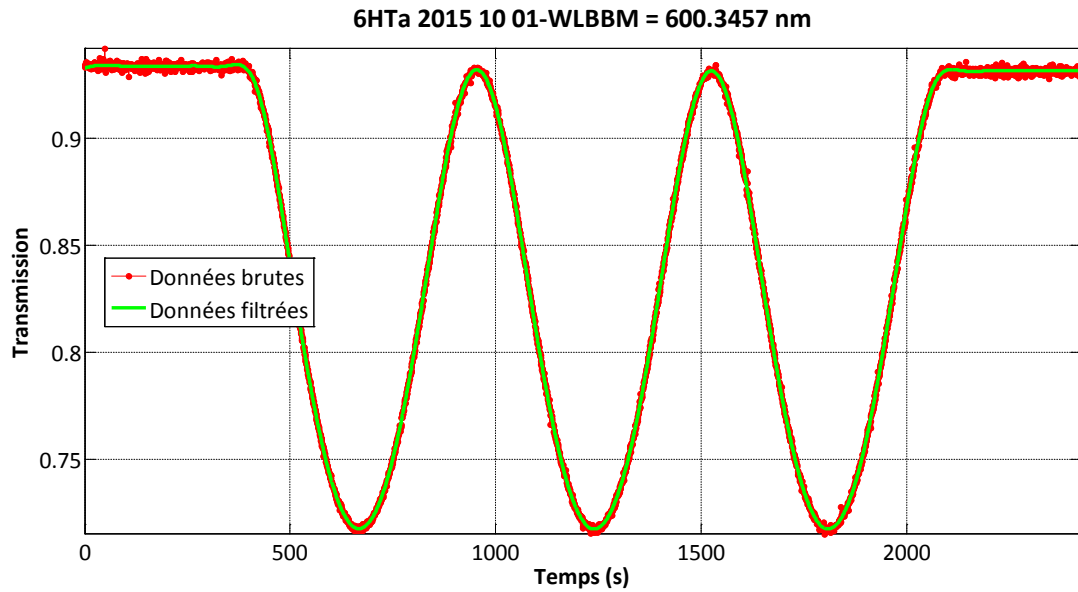


FIGURE 4.6 – Effet du filtrage de FOURIER sur le rapport signal à bruit des données BBM enregistrées à 600 nm (en rouge, les signaux bruts acquis; en vert, les signaux filtrés avec $f_c = 7,2$ mHz).

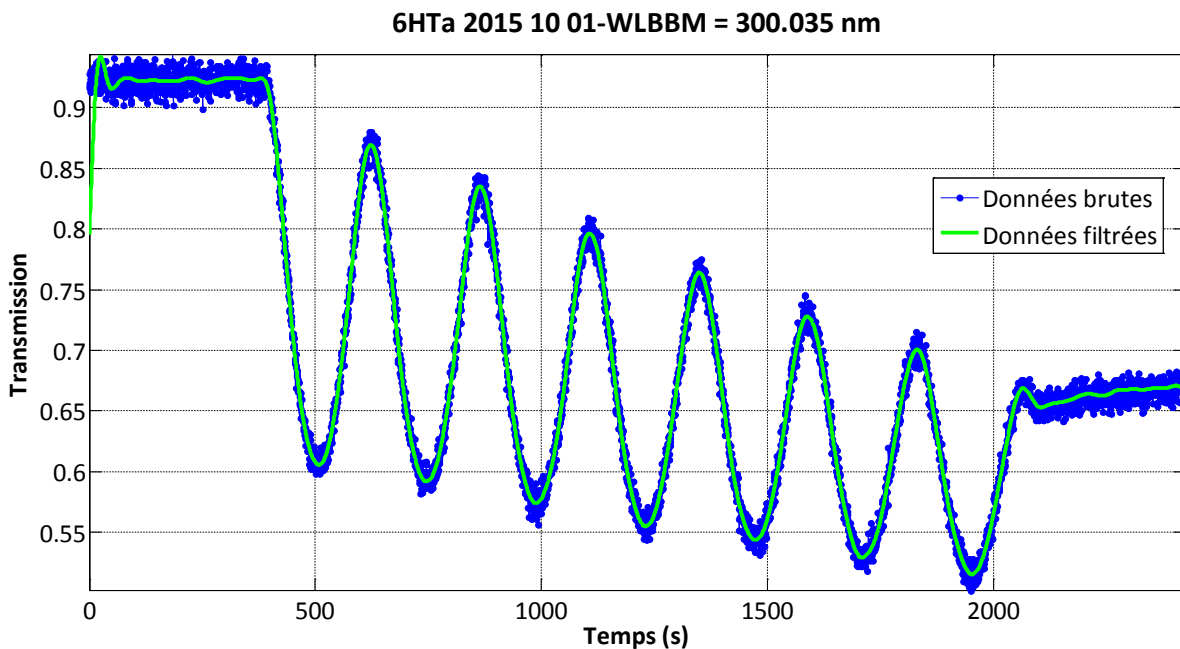


FIGURE 4.7 – Effet du filtrage de FOURIER sur le rapport signal à bruit des données BBM enregistrées à 300 nm (en bleu, les signaux bruts acquis; en vert, signaux filtrés avec $f_c = 14,4$ mHz).

Il nous reste toutefois à vérifier que cette amélioration est suffisante pour permettre une détermination fiable de la dérivée temporelle de la transmission (c'est ce que confirme

le graphique de gauche de la Figure 4.8), et que l'hypothèse de stabilité de la vitesse de dépôt, que nous avons formulée au début de ce paragraphe 4.3.2, est effectivement vérifiée. Pour nous en assurer, nous avons choisi de tracer le numéro d'ordre des zéros de la dérivée, ou ce qui revient au même, l'épaisseur déposée exprimée en unités QWOT (*Quarter Wave Optical Thickness*) en fonction de leur position temporelle (graphique de droite de la Figure 4.8), puis d'évaluer la qualité de leur relation linéaire en calculant le coefficient de détermination R^2 associé.

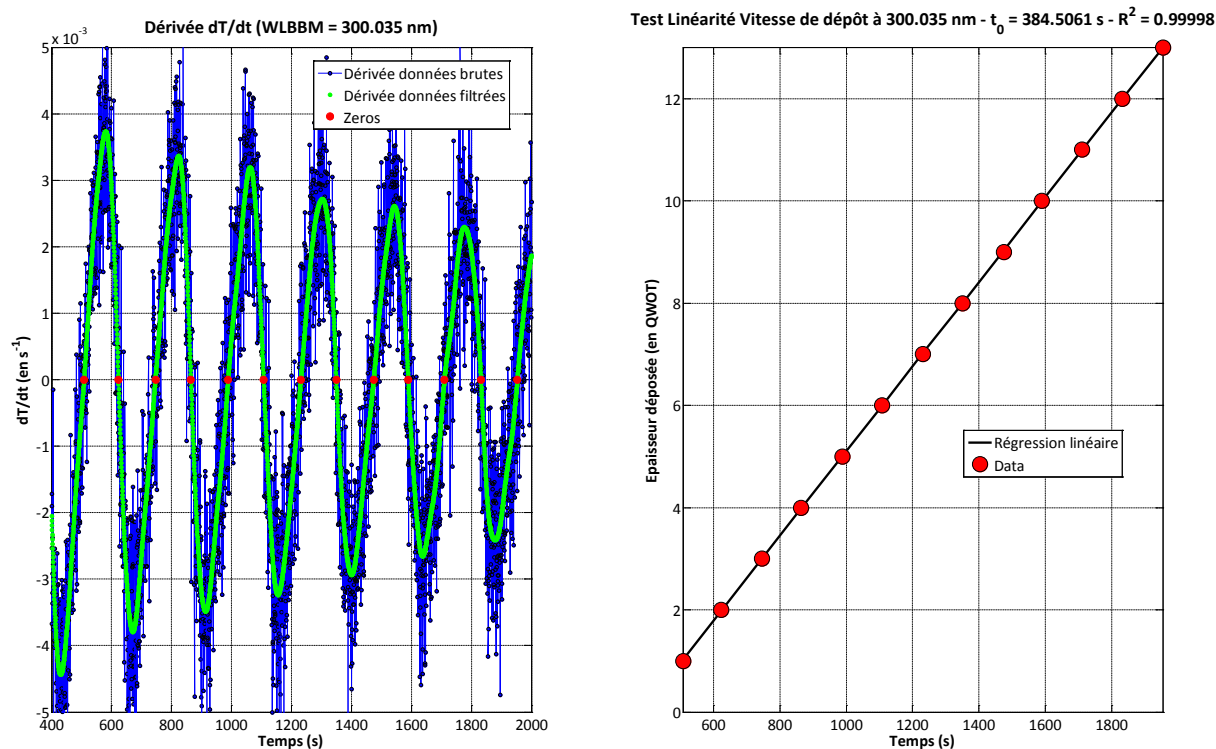


FIGURE 4.8 – Zéros de la dérivée temporelle des signaux enregistrés par la voie BBM à 300 nm. À gauche : dérivée numérique de ces signaux (en bleu, signaux bruts ; en vert, signaux filtrés ; en rouge, zéros de la dérivée des signaux filtrés). À droite : numéro d'ordre des zéros en fonction de leur position temporelle (en rouge, valeurs expérimentales ; en noir, régression linéaire).

Celui-ci est de 0,99998 dans le cas des signaux enregistrés à une longueur d'onde de 300 nm, alors que ceux-ci correspondent à un cas pire en terme de rapport signal à bruit. Nous pouvons donc être raisonnablement confiants sur la qualité des résultats obtenus à l'aide de cette procédure de traitement des données.

4.3.3 Dispersion d'indice

Les vérifications décrites au paragraphe 4.3.2 étant concluantes, nous pouvons procéder, avec la même approche, au traitement de l'ensemble des données enregistrées par les pixels dont le numéro d'ordre n est compris entre 134 et 994 ($300 \text{ nm} \leq \lambda \leq 1000 \text{ nm}$).

Nous désignerons par *dispersion d'indice* le rapport entre la valeur de l'indice de réfraction $n_1(\lambda)$ à une longueur d'onde λ quelconque située dans cet intervalle et celle $n_1(\lambda_0)$ cor-

respondant à une longueur d'onde de référence λ_0 ($\lambda_0 = 600$ nm), soit :

$$D(\lambda, \lambda_0) = \frac{n_1(\lambda)}{n_1(\lambda_0)} = \frac{\lambda}{\lambda_0} P(\lambda, \lambda_0) \quad (4.7)$$

où $P(\lambda, \lambda_0)$ désigne le rapport des pentes à ces deux longueurs d'onde. Le courbe en bleu placée sur la partie gauche de la Figure 4.9 présente les valeurs prises par ce coefficient de dispersion sur l'ensemble de la gamme 300 nm - 1000 nm. L'allure de cette courbe est tout-à-fait conforme à ce que l'on pouvait en attendre, même si l'on peut observer quelques irrégularités de comportement et quelques *accidents* localisés (autour de 440 nm ou de 820 nm, par exemple).

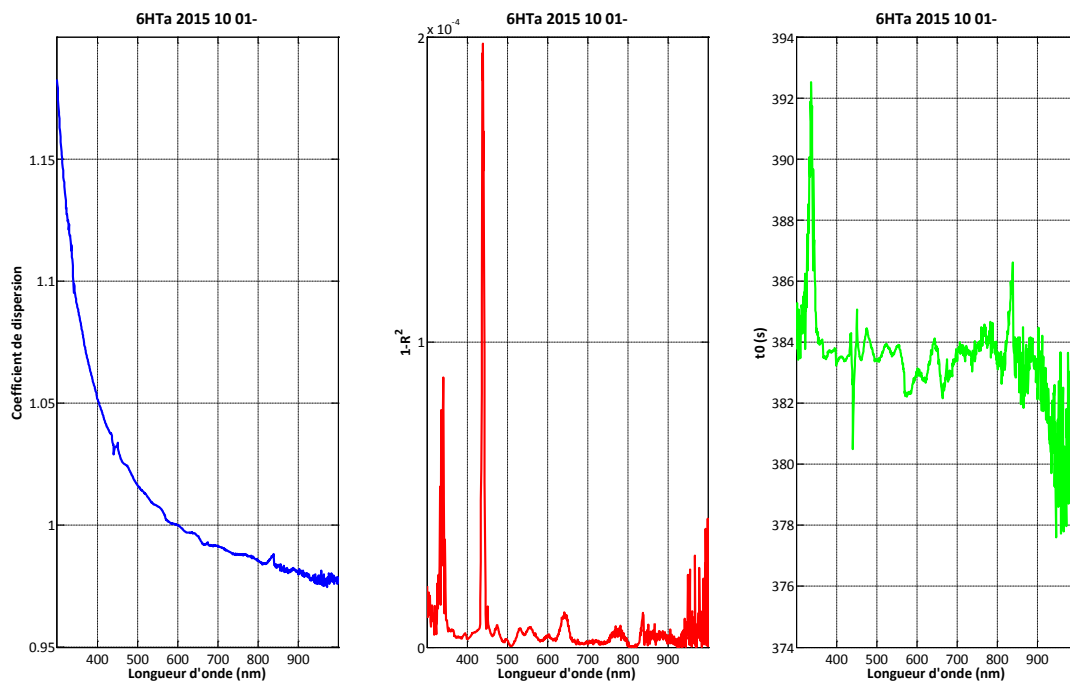


FIGURE 4.9 – Mesure expérimentale de la dispersion d'indice de réfraction d'une monocouche 6H à 600 nm de Ta_2O_5 . À gauche : dispersion d'indice (courbe bleue). Au centre : complément à 1 du coefficient de détermination de la régression linéaire entre numéro d'ordre du zéro de la dérivée temporelle de la transmission et position temporelle de ce zéro (courbe rouge). À droite : temps t_0 de début du dépôt (courbe verte).

Sur cette même figure, nous avons placé au centre (courbe rouge) le complément à 1 du coefficient de détermination R^2 de la régression linéaire entre numéro d'ordre du zéro de la dérivée temporelle et position temporelle de ce zéro. La corrélation linéaire entre ces deux grandeurs sera d'autant meilleure que la quantité $1 - R^2$ sera faible. Sur ce graphe, nous constatons que la valeur maximale de ce complément à 1 est de 2.10^{-4} , ce qui signifie que le coefficient de détermination R^2 est constamment supérieur à 0,9998.

Si nous regardons l'allure des signaux enregistrés dans ce cas pire, nous constatons la présence de parasites optiques (*cf.* partie gauche de la Figure 4.10), dont on peut raisonnablement penser qu'ils sont associés au rayonnement du plasma d'argon créé, à proximité de la cible, par le faisceau d'ions de pulvérisation. La partie droite de cette même Figure 4.10 montre le rayonnement caractéristique émis par ce plasma d'argon [49] et confirme qu'en effet son influence se fait majoritairement sentir entre 400 nm et 450 nm.

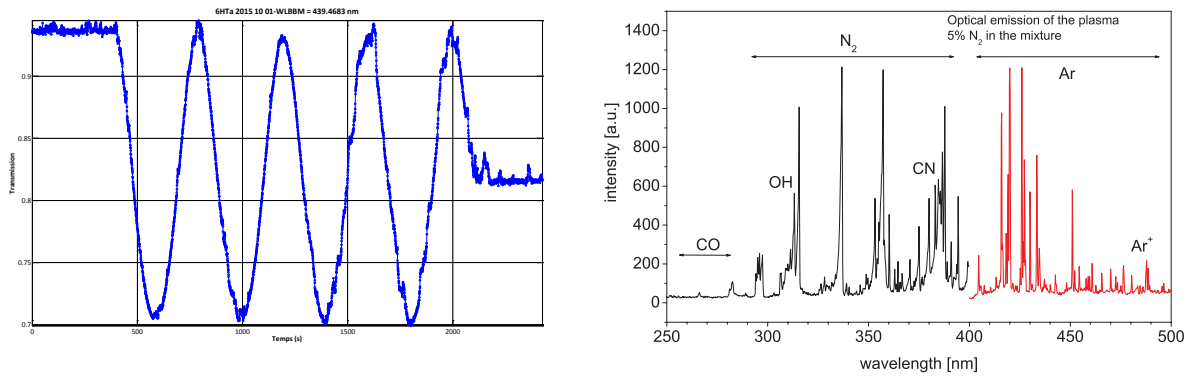


FIGURE 4.10 – Perturbations optiques associées à l'émission du plasma d'argon (à gauche, allure des signaux temporels enregistrés par la voie BBM à la longueur d'onde de 439,5 nm ; à droite, rayonnement caractéristique émis par un plasma d'argon, d'après [49]).

Quoiqu'il en soit, même dans cette situation peu favorable, la tendance linéaire sur laquelle est basée notre approche continue à être très bien vérifiée.

Lorsque nous procédons à cette régression linéaire entre nombre d'épaisseurs optiques quart d'onde déposées et temps t associés, nous avons également accès, outre la pente $p(\lambda)$ et le coefficient de détermination R^2 , à l'abscisse à l'origine de cette droite de régression, qui correspond en fait à **l'instant t_0 où débute la croissance de la couche**.

Compte tenu de sa signification, la valeur de ce temps t_0 n'a aucune raison de dépendre de la longueur d'onde. C'est la raison pour laquelle nous avons placé sur la partie droite de la Figure 4.9 une courbe montrant l'évolution de ce temps t_0 avec la longueur d'onde λ . On constate qu'il est majoritairement compris entre 382 et 386 secondes après le début des enregistrements, ce qui, compte tenu de la vitesse pressentie de dépôt (0,25 nm/s), montre que le début de croissance de la couche est identifiée avec une *incertitude en épaisseur* meilleure que le nanomètre.

Il semble donc pertinent de ne pas laisser totalement libre un tel paramètre et de procéder à l'ajustement linéaire des données en tenant compte de la valeur de cette abscisse à l'origine. Pour procéder à une estimation fiable de cet instant unique, nous avons calculé la moyenne d'ensemble \bar{t}_0 de nos déterminations, ainsi que leur écart-type σ_{t_0} . Nous obtenons les résultats suivants : $\bar{t}_0 = 383,37$ s et $\sigma_{t_0} = 1,45$ s.

Pour toutes les longueurs d'onde λ_n pour lesquelles l'instant $t_0(n)$ précédemment défini respecte la condition $|t_0(n) - \bar{t}_0| < s \sigma_{t_0}$, nous procédons à une seconde passe de traitement en imposant que la droite de régression linéaire passe maintenant par cette origine, ce qui revient à rechercher un fit du type :

$$m_n = p(\lambda_n) [t_{n,m} - \bar{t}_0] \quad (4.8)$$

Pour toutes les autres longueurs d'onde, nous considérons que les données dont nous disposons ne sont pas suffisamment fiables, soit par suite de la présence de signaux optiques parasites, soit parce que leur rapport signal à bruit est quelque peu insuffisant. Les résultats obtenus dans le cas où $s = 1$ sont présentés à la Figure 4.11 (l'optimisation du choix de ce paramètre s sera discutée au paragraphe 4.4).

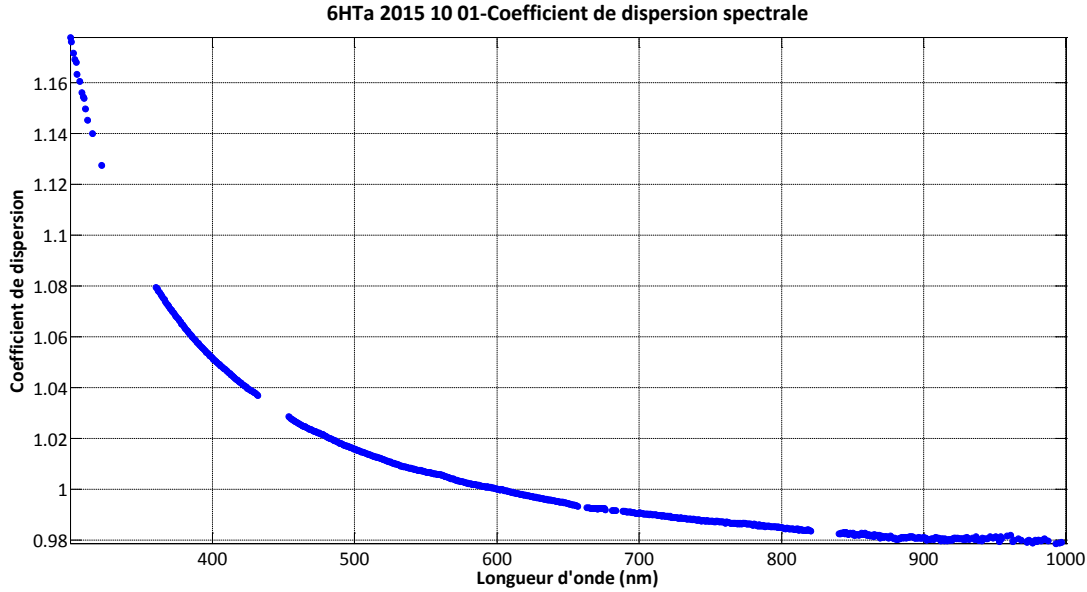


FIGURE 4.11 – Mesure expérimentale de la dispersion d'indice de réfraction d'une monocouche 6H à 600 nm de Ta_2O_5 . Les points manquants sont ceux qui ne respectent pas la condition de validité liée à la valeur de l'abscisse à l'origine t_0 .

On constate que les morceaux de courbe obtenus présentent un comportement beaucoup plus régulier, ce qui valide *a posteriori* notre approche.

4.3.4 Indice de réfraction

Comme le filtrage de FOURIER des signaux temporels enregistrés par la voie BBM nous a permis de déterminer avec une grande précision les instants $t_{n,m}$ où la transmission $T_e(\lambda_n, t)$ passe par un extremum, il nous est maintenant facile de sélectionner dans ces extrema ceux qui correspondent à un maximum et de définir la valeur de la transmission filtrée à ces instants précis.

C'est ce que nous avons représenté sous la forme de points rouges dans l'exemple d'exploitation des résultats de mesures donné à la Figure 4.12.

Or, nous avons montré au paragraphe 4.2 que ces points s'alignaient en première approximation sur une droite d'équation :

$$T_{\max}(\lambda_n, t) = \frac{2n_s}{1+n_s^2} \left\{ 1 - \kappa_1 \frac{(1+n_s)(n_1^2+n_s)}{n_1(1+n_s^2)} \frac{2\pi}{\lambda_n} v(t - \bar{t}_0) \right\} \quad (4.9)$$

Nous avons représenté en rouge sur la Figure 4.12 la droite de régression linéaire passant par ces différents points et mentionné dans le titre le coefficient de détermination associé à cet ajustement (soit $R^2 = 0,99667$ à la longueur d'onde de 350 nm).

L'intersection de cette droite avec celle verticale d'équation $t = \bar{t}_0$ (en noir sur la Figure 4.12) permet de déterminer la transmission $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)$ de la structure {substrat + monocouche} à l'instant où débute la croissance de cette monocouche.

La valeur obtenue doit donc normalement s'identifier avec celle $T(\lambda_n, 0)$ que l'on peut obtenir en calculant la moyenne des valeurs enregistrées avant le début du dépôt, c'est-à-dire entre les instants 0 et \bar{t}_0 (représentée sur la Figure 4.12 par une droite horizontale de couleur magenta et terminée par un point magenta placé à l'abscisse \bar{t}_0).

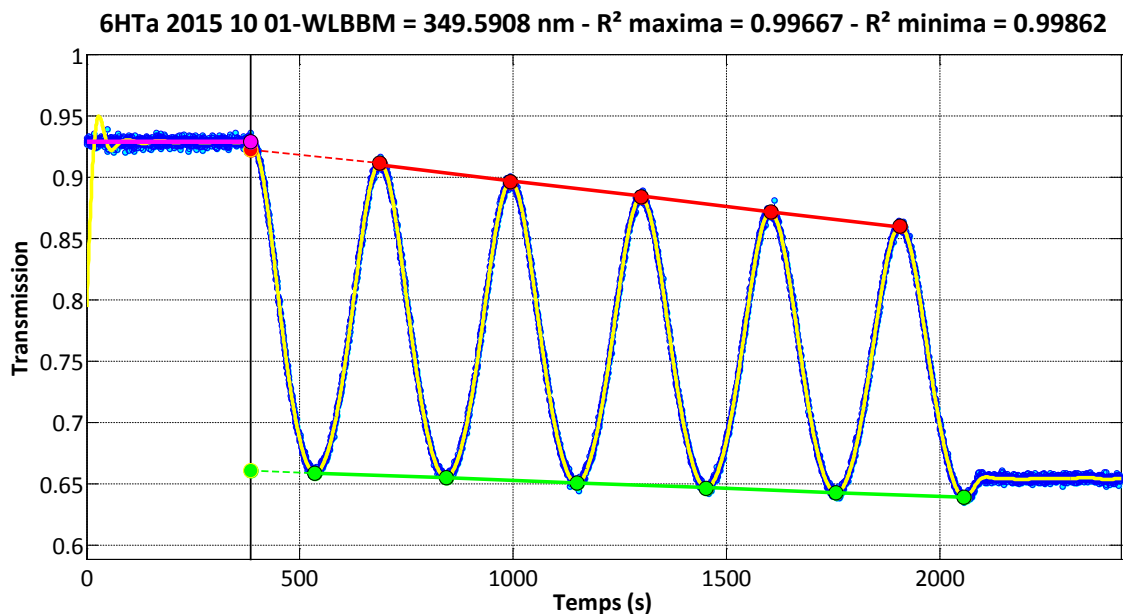


FIGURE 4.12 – Exploitation des mesures de transmission fournies par la voie BBM à la longueur d'onde de 300 nm durant la croissance de la monocouche 6H de Ta_2O_5 . En bleu, signaux bruts ; en jaune, signaux filtrés ; points rouges, valeurs maximales de la transmission filtrée ; ligne rouge, courbe de tendance linéaire associée à ces maxima ; point magenta, transmission du substrat nu ; points verts, valeurs minimales de la transmission filtrée ; ligne verte, courbe de tendance linéaire associée à ces minima.

Or, on constate, dans l'application numérique que nous avons choisi ($\lambda_n = 350$ nm) la présence d'un léger écart (0,6 %) entre ces deux valeurs : $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0) = 0,9224$ et $T(\lambda_n, 0) = 0,9285$. La Figure 4.13 présente une comparaison, longueur d'onde par longueur d'onde, de ces deux valeurs (graphique de gauche), en leur associant la transmission du substrat $T_s(\lambda)$ qui résulte de l'utilisation des données d'indice relatives à la silice et disponibles dans la littérature.

On constate que l'accord entre données théoriques $T_s(\lambda)$ et transmissions $T(\lambda_n, 0)$ mesurées avant le début du dépôt est quasiment parfait, alors que celui entre $T(\lambda_n, 0)$ et $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)$ n'est qu'approché, et compris entre moins d'un pour mille entre 700 nm et 800 nm et près de 2 % au voisinage de 300 nm. Cet écart peut avoir diverses origines parmi lesquelles on peut citer :

- la présence d'une absorption spécifique apparaissant dans les premiers instants du dépôt et qui pourrait être liée à un défaut de thermalisation du composant (nous n'utilisons en effet pas de pré-chauffage de celui-ci),
- un biais introduit par notre procédure de traitement, dont nous réexaminerons la possibilité d'occurrence au paragraphe 4.4.

Supposons pour l'instant que cette disparité des valeurs à l'instant origine ait une réelle signification physique. Nous pouvons en quantifier l'importance en formant le rapport

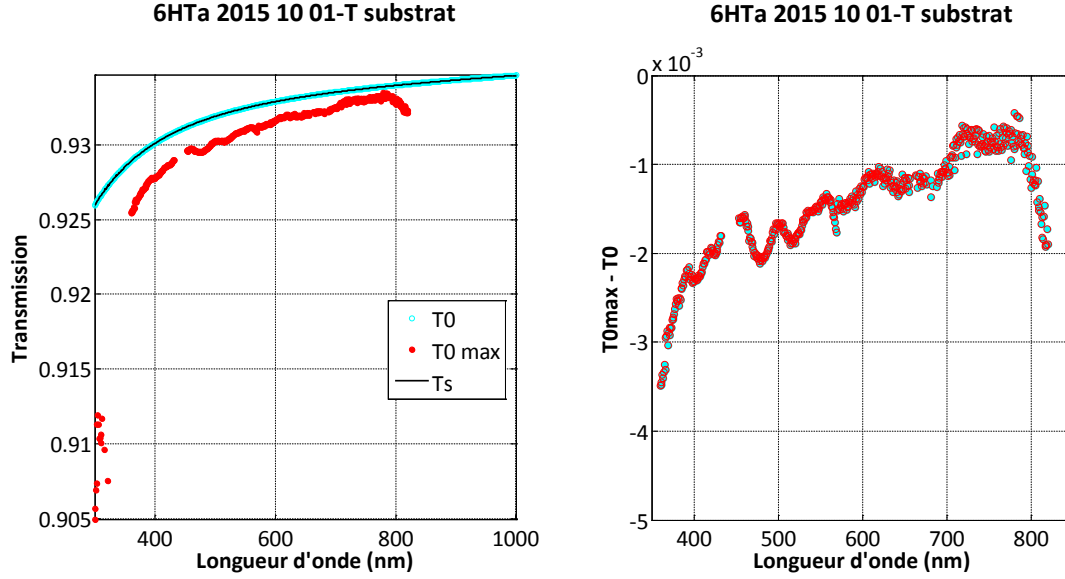


FIGURE 4.13 – Comparaison des mesures de transmission du substrat nu obtenues par différentes approches. À gauche : courbe noire, transmission théorique $T_s(\lambda_n)$; points cyan, moyenne $T(\lambda_n, 0)$ de la transmission avant le début du dépôt; points rouges, valeurs extrapolées $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)$ au temps origine \bar{t}_0 . À droite : dépendance spectrale de l'écart $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0) - T(\lambda_n, 0)$.

entre les deux valeurs concernées, soit :

$$\tau_n = \frac{T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)}{T(\lambda_n, 0)} \quad (4.10)$$

Une fois achevé le traitement de ces valeurs maximales de transmission, nous pouvons, avec une approche similaire, procéder à celui des valeurs minimales, représentées sous la forme de points verts sur la Figure 4.12. Ces points caractéristiques s'alignent en première approximation sur une droite d'équation :

$$T_{\min}(\lambda_n, t) = \frac{4n_s n_1^2}{(n_s^2 + n_1^2)(1 + n_1^2)} \left\{ \tau_n - \kappa_1 \frac{2n_1(1 + n_s)(n_1^2 + n_s)}{(n_s^2 + n_1^2)(1 + n_1^2)} \frac{2\pi}{\lambda_n} v(t - \bar{t}_0) \right\} \quad (4.11)$$

que nous avons représentée en vert sur la Figure 4.12 (coefficient de corrélation $R^2 = 0,99862$). L'intersection de cette droite avec celle d'équation $t = \bar{t}_0$ est fonction de l'indice n_s du substrat et de celui n_1 de la monocouche, puisque :

$$T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0) = \frac{4n_s n_1^2}{(n_s^2 + n_1^2)(1 + n_1^2)} \tau_n \quad (4.12)$$

Sous réserve de prendre en compte la présence de l'atténuation additionnelle quantifiée par τ_n , cette dernière équation va nous permettre de déterminer l'indice de réfraction $n_1(\lambda_n)$.

Il serait toutefois souhaitable que cette détermination se limite en fait à celle de la seule valeur $n_1(\lambda_0)$, afin de ne pas renoncer au gain significatif de précision que nous a apporté la mesure de dispersion définie au paragraphe 4.3.3.

4.3.5 Coefficient d'extinction

La pente de la droite de régression passant par les maxima de transmission a pour expression analytique :

$$p_{\max}(\lambda_n) = -\kappa_1(\lambda_n) \frac{2n_s(1+n_s)(n_1^2+n_s)}{n_1(1+n_s^2)^2} \frac{2\pi}{\lambda_n} v \quad (4.13)$$

Il nous suffit de mettre cette relation en regard de celle de la pente $p(\lambda_n)$ introduite au paragraphe 4.2 et largement étudiée depuis, soit :

$$p(\lambda_n) = \frac{4n_1(\lambda_n)}{\lambda_n} v \quad (4.14)$$

pour éliminer à nouveau la vitesse de dépôt v en divisant membre à membre les relations (4.13) et (4.14). Il vient :

$$\kappa_1(\lambda_n) = -\frac{1}{\pi} \frac{p_{\max}(\lambda_n)}{p(\lambda_n)} \frac{n_1^2(\lambda_n)[1+n_s^2(\lambda_n)]}{n_s(\lambda_n)[1+n_s(\lambda_n)][n_1^2(\lambda_n)+n_s(\lambda_n)]} \quad (4.15)$$

De la même manière, la pente de la droite de régression passant par les minima de transmission a pour expression analytique :

$$p_{\min}(\lambda_n) = -\kappa_1(\lambda_n) \frac{8n_s n_1^3(1+n_s)(n_1^2+n_s)}{(n_s^2+n_1^2)^2(1+n_1^2)^2} \frac{2\pi}{\lambda_n} v \quad (4.16)$$

En divisant membre à membre cette relation par la relation (4.14), nous obtenons une seconde détermination du coefficient d'extinction :

$$\kappa_1(\lambda_n) = -\frac{1}{4\pi} \frac{p_{\min}(\lambda_n)}{p(\lambda_n)} \frac{[n_s^2(\lambda_n)+n_1^2(\lambda_n)]^2[1+n_1^2(\lambda_n)]^2}{n_s(\lambda_n)n_1^2(\lambda_n)[1+n_s(\lambda_n)][n_s(\lambda_n)+n_1^2(\lambda_n)]} \quad (4.17)$$

Un test de consistance interne de notre méthode sera donc constitué par une analyse de la qualité de l'accord entre ces deux déterminations.

4.3.6 Vitesse de dépôt et épaisseur

Nous disposons maintenant d'un ensemble de données de base (longueurs d'onde λ_n associées à chaque pixel n du détecteur BBM, dépendance spectrale de l'indice de réfraction $n_s(\lambda_n)$ du substrat) et de résultats de mesures effectuées sur la monocouche de Ta_2O_5 (dépendances spectrales de l'indice de réfraction $n_1(\lambda_n)$ et du coefficient d'extinction $\kappa_1(\lambda_n)$), restreintes toutefois aux seules longueurs d'onde pour lesquelles la mesure de dispersion est considérée comme valide (*cf.* paragraphe 4.3.3).

Il nous est maintenant possible, pour cet ensemble restreint de valeurs de longueurs d'onde, d'estimer la vitesse de dépôt v en inversant la relation (4.14), soit :

$$v = \frac{\lambda_n}{4n_1(\lambda_n)} p(\lambda_n) \quad (4.18)$$

ce qui nous donne accès à l'épaisseur de la couche e à tous les instants t :

$$e(t) = vt \quad (4.19)$$

et notamment à celle e_1 obtenue à achèvement de son dépôt.

Nous disposons donc de tous les paramètres nécessaires à une description complète des propriétés optiques de cette monocouche et pouvons donc en dériver une expression $T_{\text{mod}}(\lambda_n)$ de sa transmission spectrale à l'aide du programme de simulation défini au Chapitre 2.

La qualité de ce résultat peut être en outre quantifiée de manière objective à l'aide d'une fonction de mérite M analogue à celle utilisée au paragraphe 2.3.3.2, telle que :

$$M = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N [\tau_n T_{\text{mod}}(\lambda_n) - T_{\text{exp}}(\lambda_n)]^2} \quad (4.20)$$

La valeur de cette fonction de mérite constitue évidemment un bon test de la consistance interne de notre approche.

On notera que la minimisation de cette fonction de mérite n'est pas ici utilisée comme moyen d'approcher le meilleur résultat possible, mais simplement comme mesure de la qualité du résultat obtenu à achèvement d'un processus *déterministe* de traitement des données. Ceci présente des avantages en terme de vitesse du processus de traitement, mais nous laisse un peu dans l'expectative sur l'existence d'une solution de meilleure qualité que celle à laquelle nous sommes parvenus.

Une variante intéressante de cette méthode de détermination d'indice pourrait consister à utiliser la solution ainsi obtenue comme point de départ d'un processus d'optimisation, dans lequel le seul paramètre variable serait l'indice de réfraction $n_1(\lambda_0)$. En effet, fixer ce paramètre revient à définir en cascade tous les éléments du problème, à savoir $n_1(\lambda)$ (par l'intermédiaire de la dispersion d'indice), puis $\kappa_1(\lambda)$ (par le biais des rapports de pentes), et enfin v et e_1 , comme explicité plus haut.

Un avantage important de cette variante est qu'elle conserverait une certaine forme de *déterminisme*, puisque la fonction de mérite ne dépendant que d'un seul paramètre, la recherche de son minimum absolu s'en trouverait grandement facilitée, surtout si l'on prend en compte l'existence d'un point de départ *objectif* à ce processus d'optimisation. Une analyse détaillée de cette variante sera présentée au paragraphe 4.4.4.

4.3.7 Description récapitulative

Les différentes étapes de la méthode dont nous venons d'analyser la mise en œuvre dans les paragraphes qui précèdent peuvent être synthétisées comme suit :

1. on enregistre avec la voie BBM l'évolution temporelle de la transmission spectrale $T(\lambda_n, t)$ du substrat test sur toute la durée du dépôt de la couche,
2. pour chaque longueur d'onde λ_n , on applique un filtrage de FOURIER à la dépendance temporelle de ces données, en utilisant une fréquence de coupure f_c égale à c fois leur fréquence propre de modulation $f_0(n)$,

3. on recherche la position temporelle des zéros de la dérivée par rapport au temps de cette transmission filtrée $T_F(\lambda_n, t)$,
4. pour chaque longueur d'onde λ_n , on détermine l'abscisse à l'origine $t_0(n)$ de la droite de régression entre le numéro d'ordre m de ces zéros et leur position temporelle t_m ,
5. on calcule la valeur moyenne \bar{t}_0 et l'écart-type σ_{t_0} de ce temps d'origine, puis on élimine les acquisitions ne satisfaisant pas le critère $|t_0(n) - \bar{t}_0| < s \sigma_{t_0}$,
6. pour ce jeu restreint de N longueurs d'onde, on détermine à nouveau la pente $p(\lambda_n)$ de la droite de régression $m(t_m)$, mais en imposant que celle-ci passe par le point $(\bar{t}_0, 0)$,
7. on en déduit la fonction de dispersion spectrale $D(\lambda, \lambda_0) = n_1(\lambda)/n_1(\lambda_0)$ du matériau de la couche, où λ_0 désigne une longueur d'onde particulière de la gamme spectrale couverte par les mesures et choisie comme référence,
8. à partir des valeurs des extrema de la transmission filtrée $T_F(\lambda_n, t_m)$, on détermine les pentes p_{\max} et p_{\min} des droites de régression $T_{\max}(t_{\max})$ et $T_{\min}(t_{\min})$,
9. on en déduit les valeurs extrapolées de transmission au temps origine $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)$ et $T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0)$,
10. pour chaque longueur d'onde du jeu restreint, on forme le rapport $\tau(\lambda_n)$ entre la valeur de la transmission maximale extrapolée au temps origine $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)$ et la valeur de la transmission mesurée avant le début du dépôt $T(\lambda_n, 0)$,
11. à partir de la valeur de la transmission minimale extrapolée au temps origine et corrigée de l'atténuation initiale $T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$ à la longueur d'onde de référence, on réalise une première estimation de l'indice de la couche $\tilde{n}_1(\lambda_0)$ à cette longueur d'onde particulière,
12. pour les N longueurs d'onde du jeu restreint, on en déduit aussitôt l'indice de réfraction $n_1(\lambda)$, deux déterminations du coefficient d'extinction $\kappa_1(\lambda)$, la vitesse v de dépôt et l'épaisseur e_1 de la couche à achèvement du dépôt de la couche,
13. on s'assure de la qualité de la correspondance entre les deux déterminations du coefficient d'extinction,
14. on en déduit la transmission spectrale modélisée $\tau(\lambda_n)T_{\text{mod}}(\lambda)$ correspondant à ces valeurs de paramètres, puis la valeur de la fonction de mérite $M[n_1(\lambda_0)]$ associée.

Même si cette séquence de calculs ne présente pas de difficultés particulières, il reste toutefois difficile, d'une part, d'évaluer *a priori* la pertinence du résultat auquel sa mise en œuvre numérique conduit, et, d'autre part, la valeur optimale de certains paramètres libres tels que :

- le rapport c entre la fréquence de coupure f_c et la fréquence de modulation f_0 ,
- le coefficient s qui détermine la sévérité du tri des acquisitions retenues pour le calcul d'indice.

Enfin, son analyse ne nous permet pas de fixer la valeur d'indicateurs de consistance interne, comme l'écart relatif RMS $\Delta\kappa/\kappa$ entre les deux déterminations du coefficient d'extinction, ou encore la valeur de la fonction de mérite M .

C'est la raison pour laquelle nous avons décidé d'effectuer une validation numérique complète de notre méthode, de manière à apporter des réponses à ces interrogations.

4.4 Validation numérique de la méthode

4.4.1 Définition des données de test

Les données de test que nous allons utiliser doivent permettre d'une part d'évaluer la *justesse* de notre méthode et être d'autre part représentatives de nos mesures expérimentales, notamment en matière de rapport signal à bruit.

Pour disposer de données de test satisfaisantes, nous allons donc procéder en deux étapes :

1. à l'aide du programme de simulation évoqué au Chapitre 2, nous allons tout d'abord générer une matrice de données $T(\lambda_n, t)$ construite à partir de valeurs vraisemblables d'épaisseur e , de vitesse de dépôt v et de constantes optiques $n_1(\lambda)$ et $\kappa_1(\lambda)$. Nous supposons ici qu'il n'y a pas d'atténuation additionnelle générée dans les tout premiers instants du dépôt ($\tau_n = 1$);
2. nous procéderons ensuite à un *bruitage* de ces données à l'aide d'un bruit blanc additif dont les paramètres caractéristiques (moyenne et écart-type) seront ajustés pour chaque longueur d'onde λ_n sur celles de nos enregistrements expérimentaux.

La Figure 4.14 montre l'évolution de ces paramètres caractéristiques avec la longueur d'onde λ_n associée à chaque pixel du détecteur.

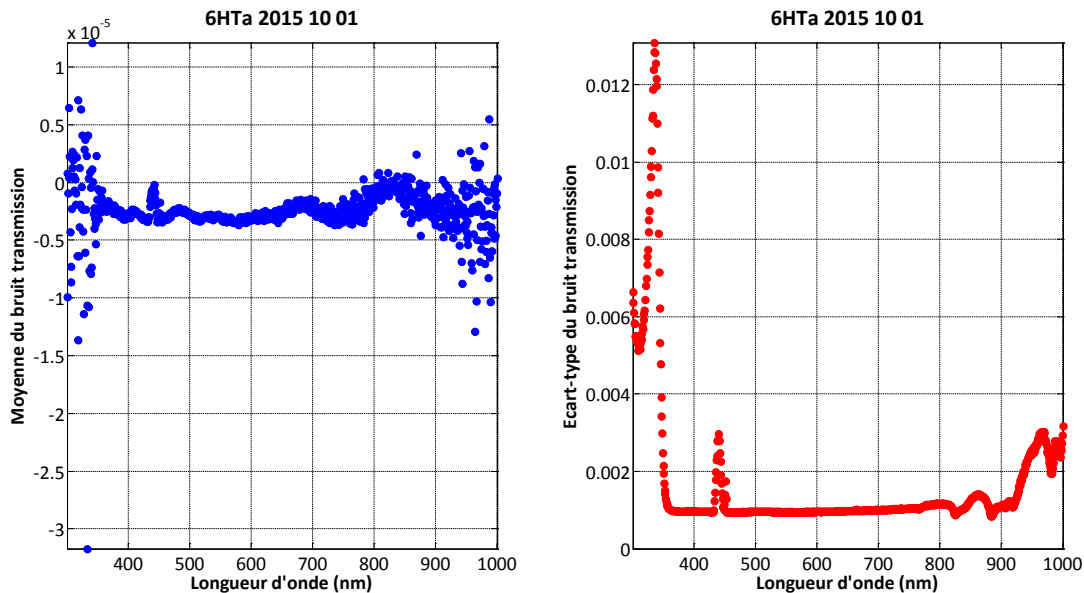


FIGURE 4.14 – Paramètres caractéristiques du bruit additif affectant les mesures expérimentales de transmission spectrale. À gauche : points bleus, valeur moyenne du bruit. À droite : points rouges, écart-type du bruit.

On retrouve sur la courbe décrivant la dépendance spectrale de l'écart-type de ce bruit additif des caractéristiques déjà identifiées au paragraphe 4.3.3, avec en particulier, l'existence d'un pic au voisinage de 440 nm (rayonnement du plasma d'argon).

4.4.2 Optimisation des paramètres libres

Cette première étape de validation a pour objectif de définir les valeurs que nous allons donner aux paramètres libres c et s .

Le choix du premier détermine la valeur de la fréquence de coupure $f_c = cf_0$. Pour minimiser l'impact du bruit sur le résultat de la détermination des constantes optiques de la monocouche, nous avons bien évidemment avantage à utiliser une valeur de c la plus petite possible. D'autre part, il est impératif que cette fréquence de coupure soit sensiblement supérieure à la fréquence de modulation f_0 , ce qui impose la condition : $c > 1,5f_0$. Aussi avons-nous choisi de tester pour c des valeurs multiples de 2, soit : $c = \{2; 4; 8; 16; 32\}$, en commençant par la valeur médiane ($c = 8$).

Dans un premier temps, nous utiliserons des données de test non bruitées, de manière à identifier d'éventuelles distorsions introduites par le processus de filtrage et fixerons à 3 la valeur du paramètre s , de manière à prendre en compte le maximum de données (en théorie, 99,7 %).

Pour analyser de manière relativement rapide et synthétique la qualité des résultats, nous utiliserons deux indicateurs dont les valeurs optimales s'établissent à 1, à savoir :

- le rapport $R(\lambda)$ entre la valeur calculée de la dispersion d'indice $D(\lambda, \lambda_0)$ et sa valeur théorique $D_{th}(\lambda, \lambda_0)$,
- le rapport $\tau(\lambda_n)$ entre valeur extrapolée au temps origine de la transmission maximale et transmission du substrat nu.

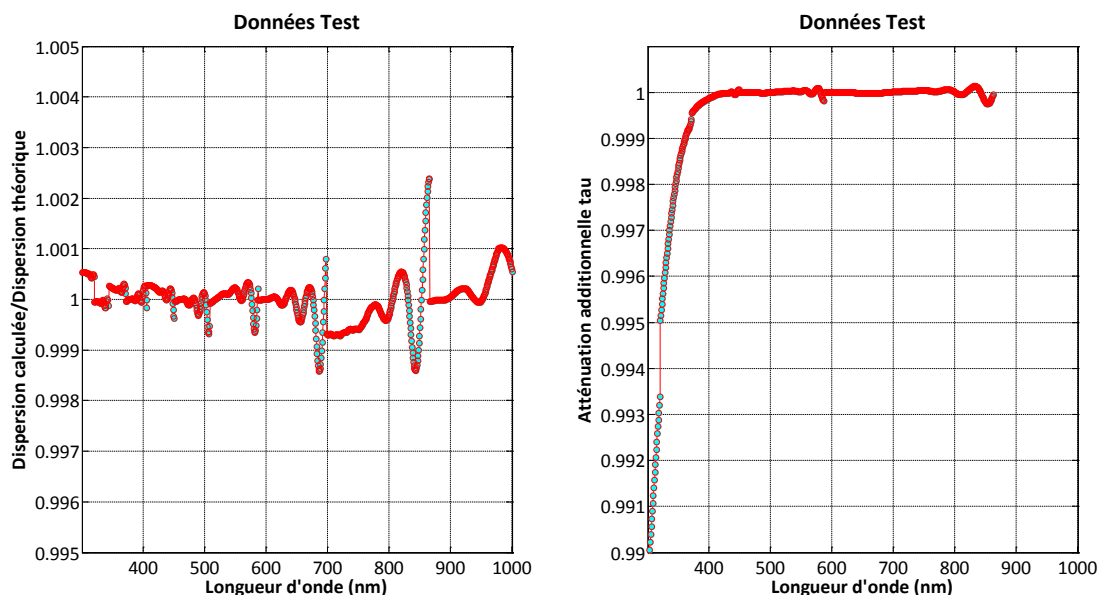


FIGURE 4.15 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 8$; $s = 3$; données non bruitées). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

La Figure 4.15 présente les valeurs prises par ces deux indicateurs sur l'ensemble du domaine spectral d'intérêt.

On constate que la dispersion d'indice est globalement retrouvée à mieux que le pour mille, mais qu'une atténuation initiale virtuelle de l'ordre du pour cent apparaît aux courtes longueurs d'onde.

Il semble donc que la valeur de la pente $p_{\max}(\lambda_n)$ soit légèrement sous-estimée dans les régions de forte absorption de la couche. Ceci pourrait trouver son origine dans le caractère simplement **approché** de la décroissance linéaire des valeurs maximales de transmission en fonction de la partie imaginaire du déphasage δ . En effet, lorsque les longueurs d'onde sont courtes, le nombre de maxima décrits par la transmission durant la croissance de la couche est relativement important, de sorte que le paramètre δ'' ne peut être considéré comme infiniment petit durant la totalité de celle-ci.

Une solution simple pour valider cette hypothèse consiste à restreindre aux deux premiers maxima de transmission les valeurs utilisées pour déterminer la pente $p_{\max}(\lambda_n)$, et ce faisant, la valeur extrapolée au temps origine. Le résultat de cette nouvelle approche est présentée sur la Figure 4.16.

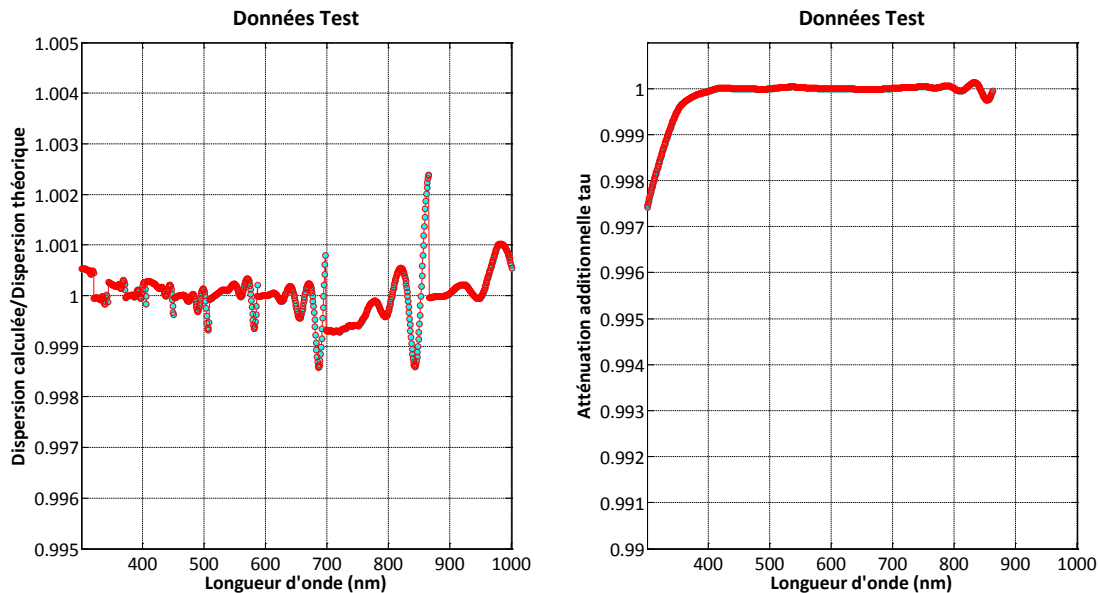


FIGURE 4.16 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 8$; $s = 3$; données non bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

On observe que la majorité du problème que nous avons identifié est corrigée (écart maximal de 0,25 % à comparer à 1 % avec l'approche initiale). Cette modification de l'estimation de la pente $p_{\max}(\lambda_n)$ n'a évidemment aucun effet sur la mesure de la dispersion d'indice, puisque celle-ci ne dépend pas de la valeur de ce paramètre.

Il convient toutefois de souligner la structure assez irrégulière, voire discontinue des variations spectrales du rapport $R(\lambda)$, ainsi que la présence d'une légère oscillation du coefficient $\tau(\lambda)$ au-delà de 750 nm. Ces deux caractéristiques sont en fait générées par le filtrage de Fourier que nous appliquons aux données pour réduire l'influence du bruit. Il suffit pour s'en convaincre d'étudier l'effet du paramètre c sur l'allure de nos deux indicateurs. C'est ce qu'illustrent les Figures 4.17 (pour $c = 16$) et 4.18 (pour $c = 4$).

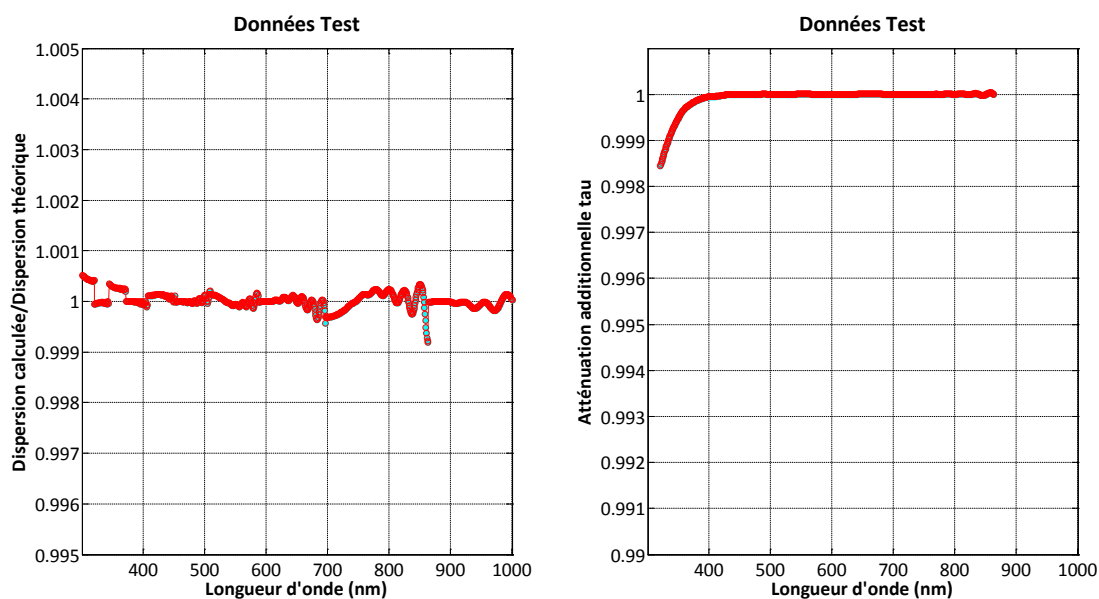


FIGURE 4.17 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 16$; $s = 3$; données non bruitées - régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

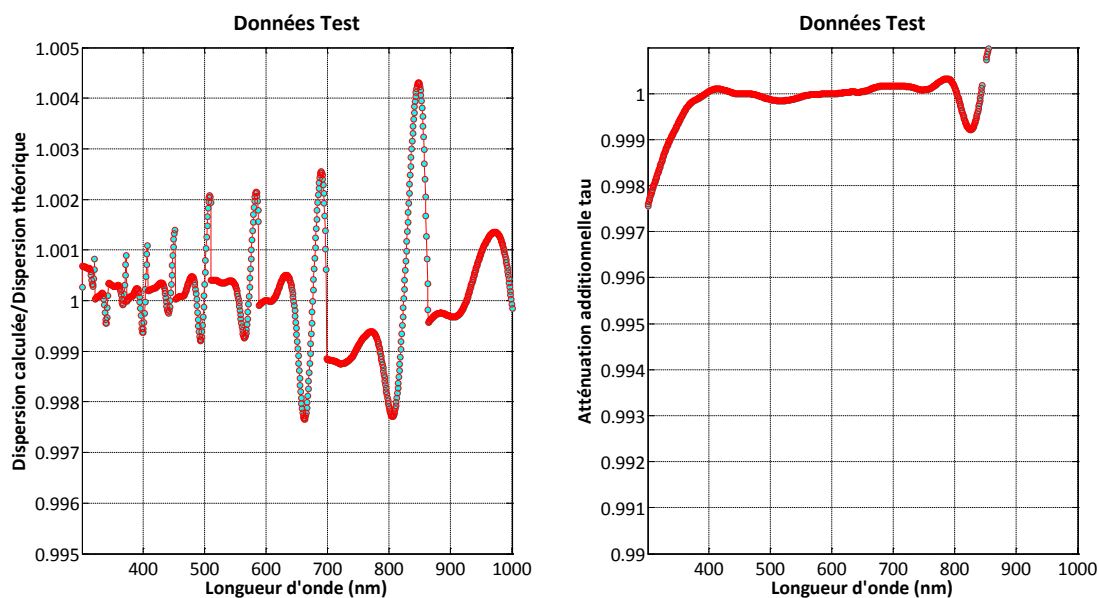


FIGURE 4.18 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 4$; $s = 3$; données non bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

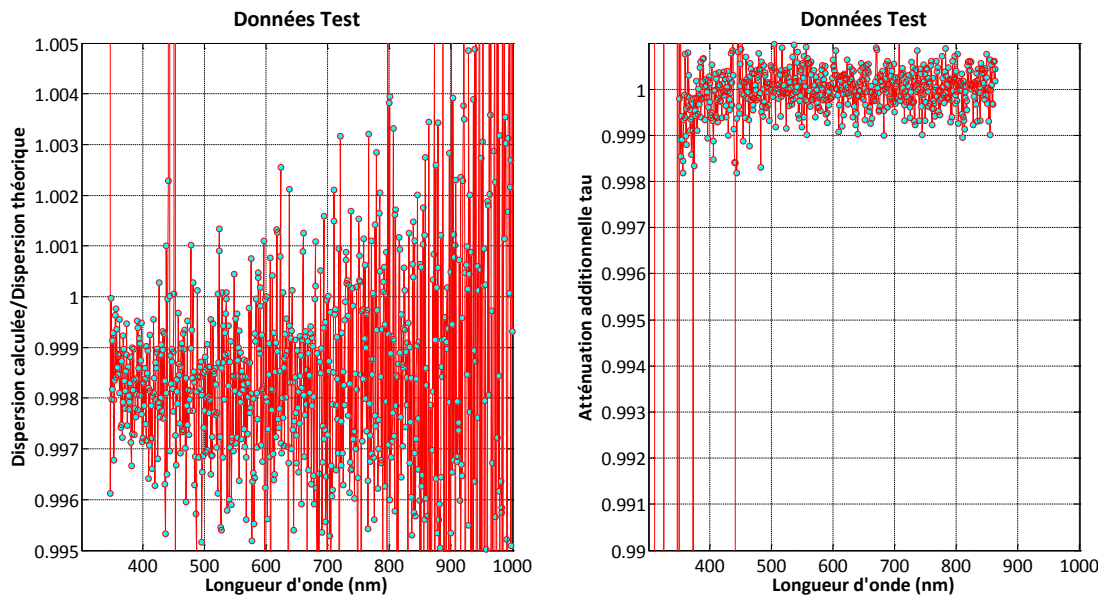


FIGURE 4.19 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 16$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

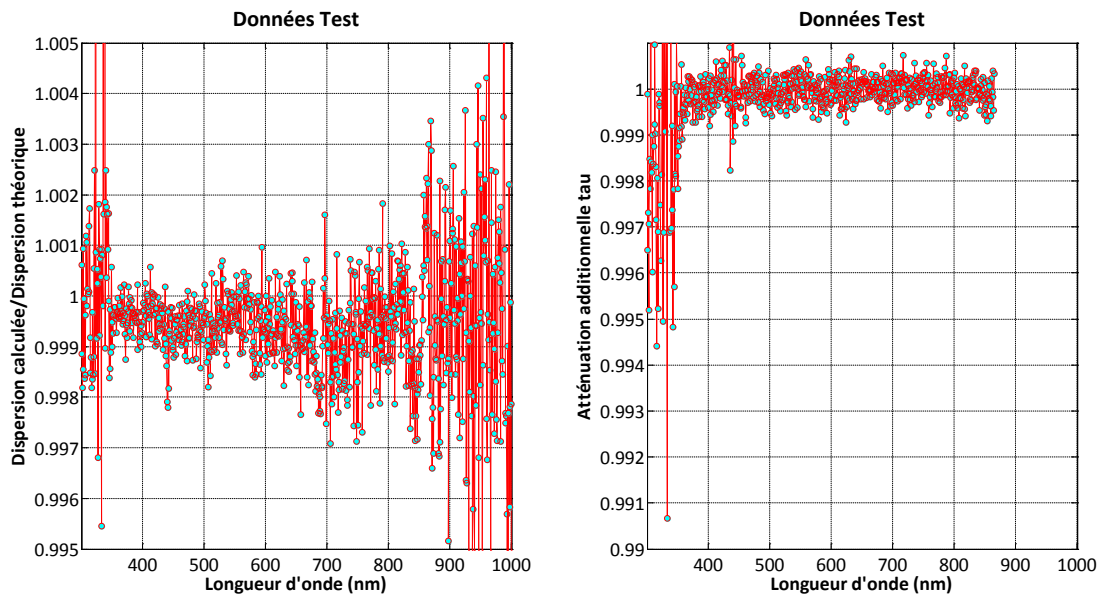


FIGURE 4.20 – Dépendance spectrale des indicateurs de qualité de la méthode de détermination des constantes optiques d'une monocouche ($c = 8$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : rapport entre la dispersion d'indice calculée et la dispersion d'indice théorique. À droite : rapport entre la transmission maximale extrapolée au temps origine et la transmission du substrat nu.

Ces résultats montrent de manière claire qu'une valeur minimale égale à 8 doit être utilisée pour le paramètre c si l'on souhaite atteindre une précision de l'ordre du pour mille lors de la détermination des constantes optiques de la couche. C'est maintenant qu'il nous faut prendre en compte le bruit de mesure pour affiner ce choix. C'est ce que présentent les Figures 4.19 (pour $c = 16$) et 4.20 (pour $c = 8$). Elles montrent que $c = 8$ constitue bien le choix optimal pour notre problème, vis-à-vis des deux indicateurs de qualité que nous avons utilisés dans ce paragraphe.

Enfin, la modification du paramètre de tri s n'a pas d'effet significatif sur la qualité des résultats à ce niveau d'analyse.

4.4.3 Tests de consistance et de justesse

Nous sommes donc en mesure de réaliser une première estimation directe de l'indice $\tilde{n}_d(\lambda_n)$ de la couche à toutes les longueurs d'onde à partir de $T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$, et une seconde, indirecte $\tilde{n}_i(\lambda_n)$, en estimant tout d'abord l'indice de la couche $\tilde{n}(\lambda_0)$ à la seule longueur d'onde de référence, puis en dérivant, à l'aide de la dispersion d'indice $D(\lambda_n, \lambda_0)$ déjà déterminée, les valeurs de cet indice à toutes les autres longueurs d'onde. En outre, nous pouvons également estimer la dépendance spectrale de l'indice du substrat à partir de $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$.

La Figure 4.21 présente une comparaison du résultat de ces différentes estimations avec les valeurs théoriques dans le cas de données bruitées et pour les valeurs $c = 8$ et $s = 3$ des paramètres libres.

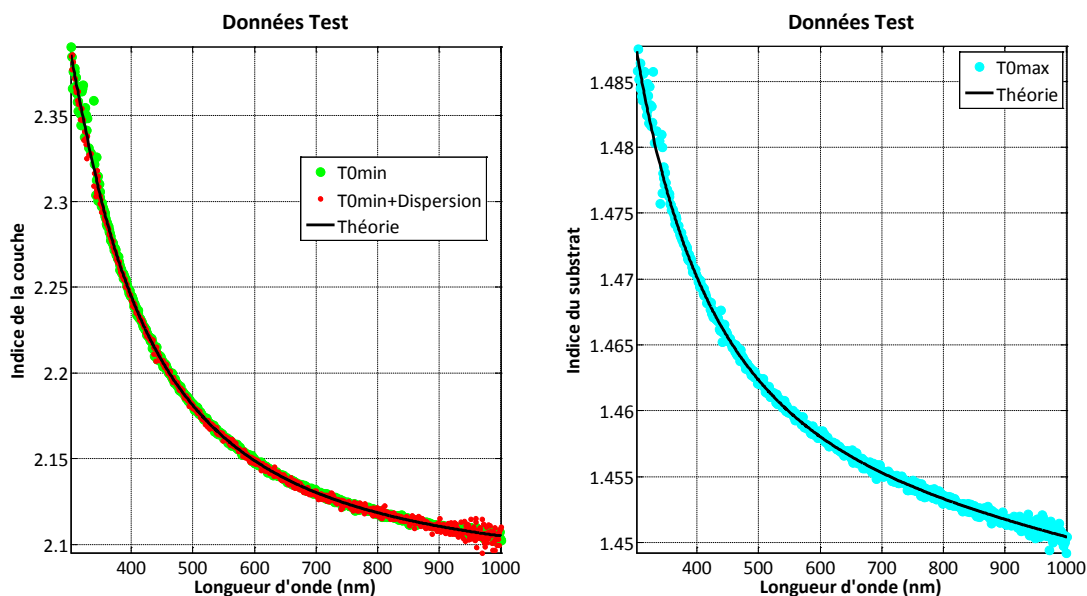


FIGURE 4.21 – Dépendance spectrale des indices de réfraction de la couche et du substrat ($c = 8$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). À gauche : points verts, valeurs estimées à partir de $T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$; points rouges, valeurs estimées à partir de $T_{\min}(\lambda_0, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_0)$ et de la dispersion $D(\lambda_n, \lambda_0)$; courbe noire, valeurs théoriques. À droite : points cyan, valeurs estimées à partir de $T_{\max}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$; courbe noire, valeurs théoriques.

L'accord obtenu semble, dans les deux cas, tout à fait satisfaisant. Comme indiqué au paragraphe 4.3.7, nous pouvons aussitôt en déduire deux déterminations indépendantes du coefficient d'extinction de la couche, à partir respectivement des pentes $p_{\max}(\lambda_n)$ et $p_{\min}(\lambda_n)$, et les mettre en regard des valeurs théoriques. C'est ce qu'illustre la Figure 4.22.

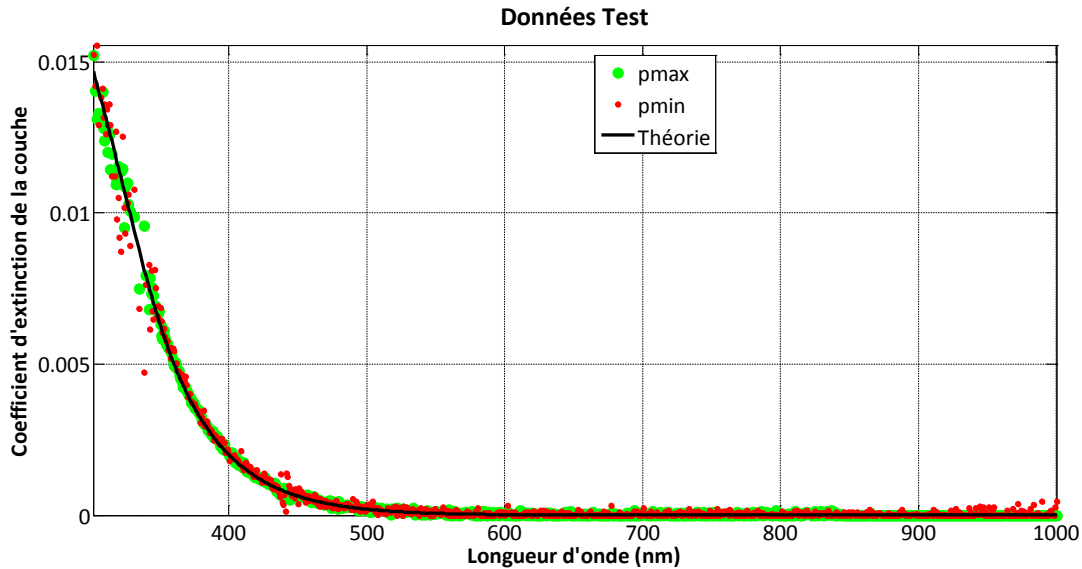


FIGURE 4.22 – Dépendance spectrale du coefficient d'extinction de la couche ($c = 8$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). Points verts, valeurs estimées à partir de $p_{\max}(\lambda_n)$; points rouges, valeurs estimées à partir de $p_{\min}(\lambda_n)$; courbe noire, valeurs théoriques.

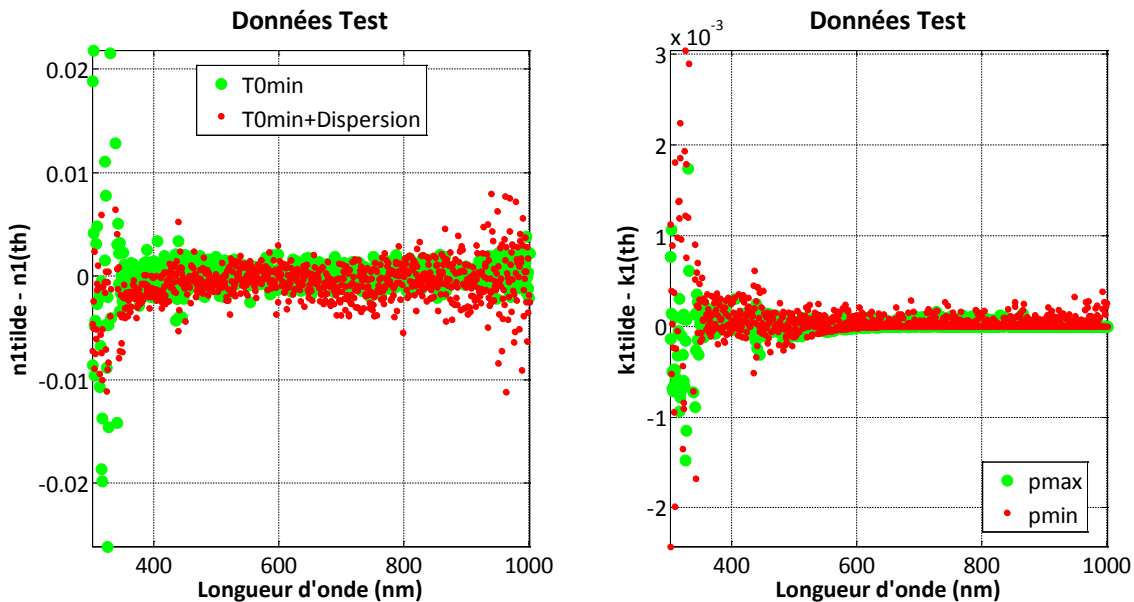


FIGURE 4.23 – Écart entre les valeurs estimées et les valeurs effectives pour n_1 (à gauche) et κ_1 (à droite) en fonction de la longueur d'onde ($c = 8$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema). Points verts, valeurs estimées à partir de $p_{\max}(\lambda_n)$; points rouges, valeurs estimées à partir de $p_{\min}(\lambda_n)$; courbe noire, valeurs théoriques.

Là encore, les résultats semblent tout-à-fait satisfaisants, aussi bien en termes de consistance interne que de justesse. Pour aller plus loin dans notre analyse, il est nécessaire de s'intéresser non plus aux valeurs, mais aux écarts entre valeurs estimées et valeurs effectives, et ce, aussi bien de manière qualitative (*cf.* Figure 4.23) que quantitative (*cf.* Table 4.1).

Variable	Moyenne	Écart-type
$\tilde{n}_d - n_{1,\text{th}}$	$-8,6 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
$\tilde{n}_i - n_{1,\text{th}}$	$-7,0 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$
$\tilde{\kappa}_{1,\text{max}} - \kappa_{1,\text{th}}$	$6,3 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$
$\tilde{\kappa}_{1,\text{min}} - \kappa_{1,\text{th}}$	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$3,0 \cdot 10^{-4}$

TABLE 4.1 – Quantification de la justesse des estimations préliminaires des constantes optiques de la monocouche.

En ce qui concerne l'indice de réfraction n_1 , la justesse de la méthode indirecte \tilde{n}_i semble légèrement meilleure que celle de la méthode directe, tandis que dans le cas du coefficient d'extinction, le meilleur résultat est obtenu avec $\tilde{\kappa}_{1,\text{max}}$. Ce sont donc ces deux estimations que nous utiliserons désormais.

Il nous est maintenant possible d'estimer la vitesse de dépôt \tilde{v} , qui ressort ici à 0,2 nm/s. Pour en déduire l'épaisseur \tilde{e}_1 à achèvement du dépôt, il nous faut donc déterminer l'instant t précis où le dépôt se termine (nous connaissons en effet l'instant \bar{t}_0 où celui-ci débute).

Dans ce but, nous allons mettre en œuvre une *détection d'événement*, dont le principe est le suivant :

- on commence par définir un intervalle de temps durant lequel on est certain qu'il n'y a plus de dépôt (il suffit pour ce faire de rechercher une zone de l'enregistrement ne présentant pas de variations de la transmission et de prendre quelques marges afin de se prémunir de tout risque d'erreur),
- on calcule alors la valeur moyenne de la transmission spectrale sur cet intervalle de temps. Soit $T_f(\lambda_n)$ le résultat de ce calcul,
- on définit ensuite une fonction $F(t)$ susceptible de détecter une évolution de cette transmission (l'*événement*), tel que :

$$F(t) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N [T(\lambda_n, t) - T_f(\lambda_n)]^2} \quad (4.21)$$

fonction qui n'est rien d'autre que l'écart quadratique moyen entre la transmission instantanée et la transmission à achèvement.

Les variations de cette fonction sont présentées à la Figure 4.24 pour illustration. On constate la présence sur ce graphe de deux régimes linéaires légèrement bruités, dont l'intersection définit justement la valeur de l'instant d'achèvement du dépôt. Il suffit pour en estimer la valeur de déterminer les équations des droites de régression associées à chaque régime de variation, et de calculer l'abscisse \bar{t}_1 de leur point d'intersection. L'épaisseur \tilde{e}_1 s'en déduit aussitôt, puisque :

$$\tilde{e}_1 = \tilde{v}(\bar{t}_1 - \bar{t}_0) \quad (4.22)$$

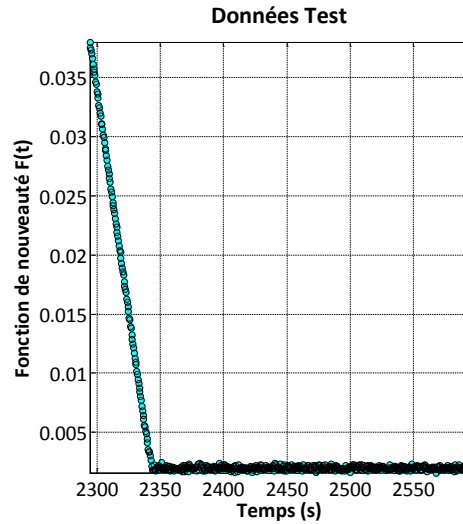


FIGURE 4.24 – Dépendance temporelle de la fonction de détection d'événement $F(t)$ ($c = 8$; $s = 3$; données bruitées; régressions linéaires sur les maxima limitées aux deux premiers extrema).

La valeur estimée de l'épaisseur ressort à 418,74 nm pour une valeur réelle de 418,82 nm.

Nous disposons donc d'ensemble les informations $\{\tilde{n}_i(\lambda_n), \tilde{k}_{1,\max}(\lambda_n), \tilde{\epsilon}_1, \tau(\lambda_n)\}$ nécessaires au calcul des valeurs modélisées de transmission à achèvement du dépôt $T_{\text{mod}}(\lambda_n)$, et donc de la fonction de mérite M . La Figure 4.25 présente le résultat de ces calculs, ainsi qu'une comparaison entre valeurs estimées et valeurs réelles.

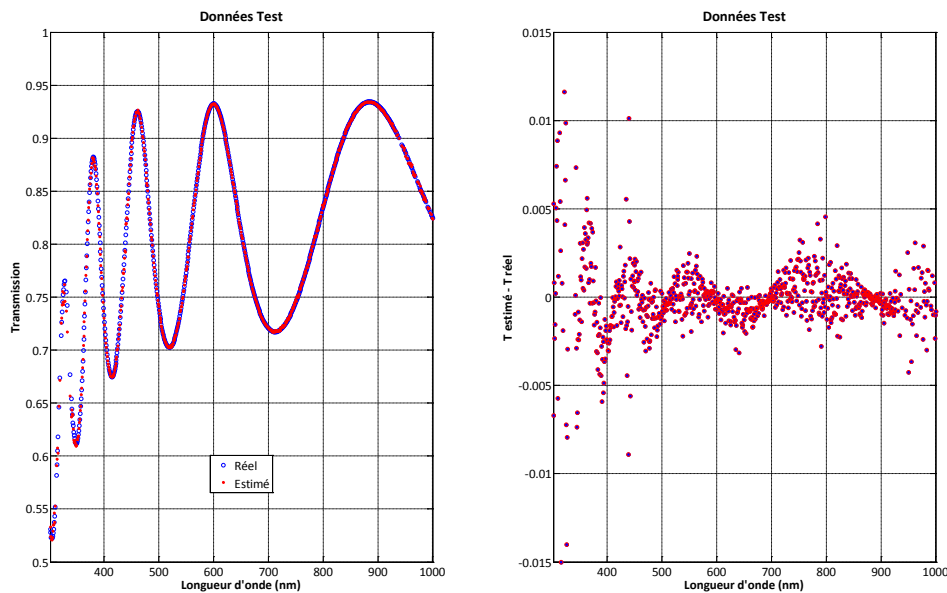


FIGURE 4.25 – Comparaison entre valeurs estimées et valeurs réelles de la transmission spectrale de l'ensemble $\{\text{substrat} + \text{monocouche}\}$. À gauche : cercles cyan, valeurs réelles ; points rouges, valeurs estimées. À droite : valeurs de l'écart $T_{\text{mod}}(\lambda_n) - T_f(\lambda_n)$.

La fonction de mérite M s'établit à 0,25 %, ce qui confirme la validité de notre méthode et la justesse des estimateurs qu'elle permet d'obtenir.

4.4.4 Amélioration de l'estimation initiale

La précision de la méthode que nous venons de valider est tributaire de celle avec laquelle nous sommes capables d'estimer la valeur de l'indice de réfraction à la longueur d'onde de référence λ_0 .

Nous allons décrire dans ce paragraphe trois méthodes différentes susceptibles d'améliorer la qualité de cette estimation. Il s'agit donc d'une étape complémentaire de *refining*. La mise en œuvre de ces méthodes fera l'objet de tests comparatifs au paragraphe 4.5.2.

4.4.4.1 Approximation polynomiale

Nous savons que l'indice de réfraction est une quantité à variations lentes en fonction de la longueur d'onde. Nous pouvons donc remplacer l'estimation $\tilde{n}(\lambda_0)$ obtenue en considérant uniquement la valeur prise par le rapport $T_{\min}(\lambda_n, \bar{t}_0)/\tau(\lambda_n)$ à la longueur d'onde λ_0 par une estimation correspondant à celle déduite d'un fit quadratique construit à partir de la même quantité, mais sur l'intervalle étendu $[\lambda_0 - 5 \text{ nm}; \lambda_0 + 5 \text{ nm}]$.

4.4.4.2 Minimisation d'une fonction de mérite

Le choix d'une valeur d'indice à la longueur d'onde λ_0 nous permet d'estimer en cascade l'ensemble des paramètres opto-géométriques de la couche, et donc de calculer la valeur prise par la fonction de mérite M .

Il nous suffit donc de balayer l'intervalle $[\tilde{n}(\lambda_0) - \epsilon; \tilde{n}(\lambda_0) + \epsilon]$, où ϵ désigne l'incertitude absolue sur la valeur de l'indice à la longueur d'onde de référence, pour identifier la valeur particulière d'indice qui minimise cette fonction de mérite.

4.4.4.3 Utilisation des données monochromatiques

La structure de notre système de contrôle optique *in situ* a été définie de manière à rendre possible deux mesures optiques simultanées de la transmission de l'échantillon, l'une en spectre large (voie BBM) et l'autre en spectre étroit (voie MM).

Nous pouvons évidemment appliquer aux données monochromatiques la même procédure que celle définie pour les données large bande (filtrage des données, identification de la position temporelle des zéros de la dérivée de cette transmission, détermination des valeurs de transmission associées aux minima successifs et enfin, de la valeur extrapolée de cette transmission minimale au temps origine du dépôt), et en déduire enfin une valeur d'indice $\tilde{n}_1(\lambda_0)$ qui soit à la fois plus précise (le rapport signal à bruit de la voie MM est *a priori* meilleur que celui de la voie BBM) et indépendante de la précédente.

4.5 Application au cas de la monocouche de Ta_2O_5

4.5.1 Détermination directe

La qualité des résultats obtenus durant la phase de validation numérique de notre méthode d'extraction d'indice nous permet de l'appliquer maintenant à la détermination de l'épaisseur et des constantes optiques de monocouches haut indice déposées à l'aide de notre machine DIBS.

Le premier essai que nous allons réaliser utilisera comme échantillon test la monocouche 6H de Ta_2O_5 ayant déjà fait l'objet des caractérisations *ex situ* rapportées aux paragraphes 2.3.2 et 2.3.3. La disponibilité de ces résultats sera en effet très utile pour juger de la qualité de ceux que nous allons ainsi obtenir.

La Figure 4.26 présente la dépendance spectrale des constantes optiques déterminées à l'aide de la méthode décrite au paragraphe 4.3.7, c'est-à-dire sans *refining*.

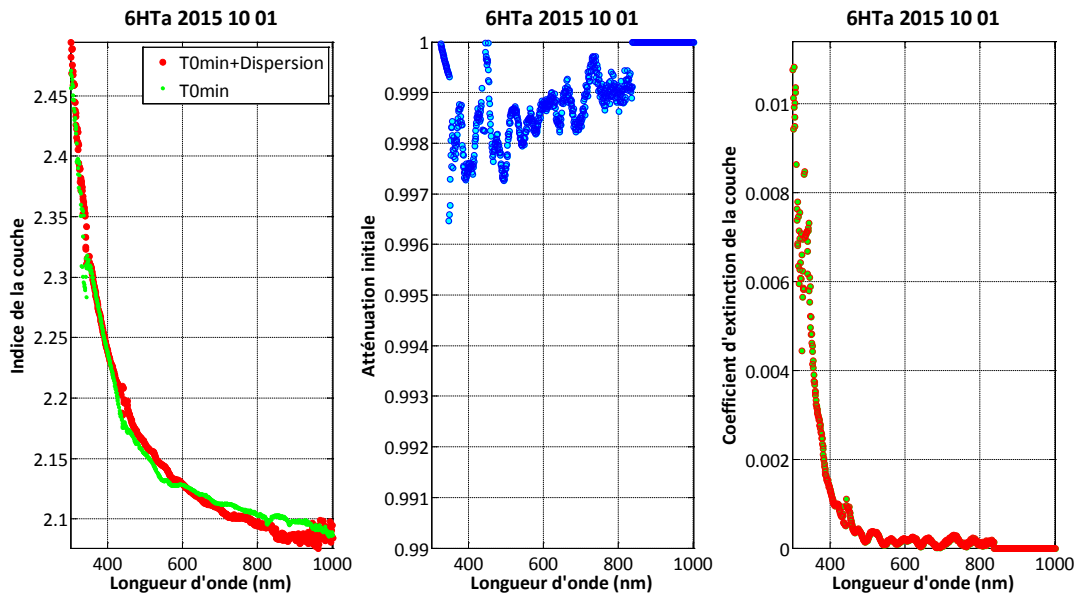


FIGURE 4.26 – Constantes optiques de la monocouche de Ta_2O_5 . À gauche : points verts, indice de réfraction déterminé à partir des transmissions des minima extrapolées au temps origine ; points rouges, valeurs obtenues en appliquant le coefficient de dispersion spectrale à la valeur d'indice obtenue par cette méthode à la longueur d'onde de référence λ_0 . Au centre : coefficient de transmission $\tau(\lambda_n)$ correspondant à l'atténuation initiale. À droite : coefficient d'extinction de la couche déterminée à partir des pentes $p_{\max}(\lambda_n)$.

On notera la consistance des estimations d'indice $\tilde{n}_1(\lambda_n)$ obtenues, d'une part, à partir des seules valeurs de transmissions minimales extrapolées au temps origine (cf. Figure 4.26 graphique de gauche en points verts), et d'autre part, en appliquant le coefficient de dispersion spectrale à la valeur $\tilde{n}_1(\lambda_0)$ obtenue par cette méthode à la seule longueur d'onde de référence (cf. Figure 4.26 graphique de gauche en points rouges).

Le graphique placé au centre de cette même Figure 4.26 (points bleus) représente la dépendance spectrale du coefficient d'atténuation initiale $\tau(\lambda_n)$. Même si les valeurs obtenues restent très faibles (moins de 0,3 %), elles présentent en moyenne une décroissance

quasi linéaire avec la longueur d'onde sur l'intervalle entre 300 nm et 820 nm, qui laissent à penser que le phénomène mis ainsi en évidence est bien réel (et non lié à un artefact de mesure ou de traitement).

Enfin, le graphique de droite de la Figure 4.26 présente la dépendance spectrale du coefficient d'extinction $\tilde{k}_1(\lambda_n)$ de la couche obtenu à partir du rapport entre les pentes $p_{\max}(\lambda_n)$ et $p(\lambda_n)$.

La vitesse de dépôt ressort à 0,2475 nm/s et l'épaisseur de la couche à 422,08 nm. L'ensemble de ces résultats conduit à la comparaison entre données mesurées et données modélisées présentée à la Figure 4.27.

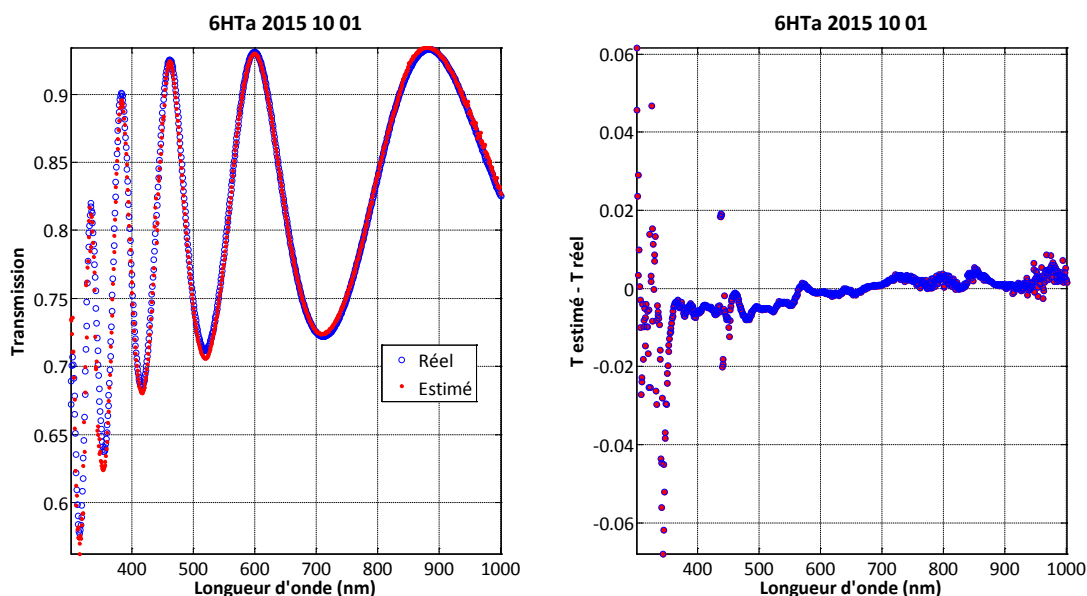


FIGURE 4.27 – Comparaison entre valeurs estimées et valeurs réelles de la transmission spectrale de l'ensemble {substrat + monocouche}. À gauche : cercles cyan, valeurs réelles ; points rouges, valeurs estimées. À droite : écart $T_{\text{mod}}(\lambda_n) - T_{\text{mes}}(\lambda_n)$.

Les écarts supérieurs au pour cent se trouvent regroupés d'une part dans la zone d'influence des raies parasites du plasma d'argon (autour de 440 nm) et d'autre part, dans la partie proche UV du spectre (en deçà de 350 nm). Nous pouvons insérer les résultats obtenus dans une nouvelle édition du tableau comparatif introduit au paragraphe 2.3.3.3.

Méthode	e (nm)	n à 600 nm	κ à 600 nm	Fonction de Mérite M (%)
Enveloppes	421,1	2,123	$2,26 \cdot 10^{-4}$	2,80
GAO-LEMARCHAND	421,2	2,134	0	0,31
OPTICCHAR	420,1	2,139	$1,59 \cdot 10^{-5}$	0,55
<i>In situ</i> , sans <i>refining</i>	422,1	2,129	$1,85 \cdot 10^{-4}$	0,80

TABLE 4.2 – Tableau comparatif de l'épaisseur et des constantes optiques d'une monocouche de Ta_2O_5 déterminées par 4 méthodes différentes.

Nous avons déjà mentionné au paragraphe 2.3.3.4 l'existence d'autres dépôts de monocouches de Ta_2O_5 réalisés dans un but de détermination d'indice (c'est-à-dire avec des

épaisseurs relativement importantes du type $6H$ ou $7H$). Il nous est donc possible d'appliquer le même type de traitement à ces différentes couches et de construire un tableau comparatif de leurs constantes optiques à 350 nm et 600 nm, ainsi que de la valeur de leurs fonctions de mérite M , la valeur de l'épaisseur e étant dans ce cas remplacée par celle de la vitesse \tilde{v} de dépôt, plus pertinente. Toutefois, pour éviter que cette comparaison soit perturbée par le défaut de rapport signal à bruit que nous constatons en deçà de 350 nm, le domaine spectral d'intérêt sera ici restreint à la bande 350 nm - 1000 nm.

Dépôt	n à 600 nm	κ à 600 nm	n à 350 nm	κ à 350 nm	M (%)	v (nm/s)
$6H^{(a)}$	2,126	$1,85 \cdot 10^{-4}$	2,314	$4,35 \cdot 10^{-3}$	0,47	0,2475
$6H8B^{(b)}$	2,130	$1,37 \cdot 10^{-4}$	2,316	$5,35 \cdot 10^{-3}$	0,47	0,2478
$7H6B^{(c)}$	2,129	$2,73 \cdot 10^{-4}$	2,310	$2,83 \cdot 10^{-3}$	0,37	0,2444

TABLE 4.3 – Tableau comparatif des constantes optiques de 3 monocouches de Ta_2O_5 réalisées au cours de runs différents sur un substrat de silice. Matériaux H : Ta_2O_5 ; B : SiO_2 . Référence des dépôts (a) : 2015 10 01 ; (b) : 2015 10 02 ; (c) : 2015 11 26.

On notera la stabilité de la vitesse de dépôt, ainsi que celle des valeurs d'indice de réfraction, aussi bien à 350 nm qu'à 600 nm. Par contre, les valeurs de coefficient d'extinction sont sensiblement plus dispersées, même si les ordres de grandeur restent bien évidemment comparables.

4.5.2 Refining

Comme annoncé au paragraphe 4.4.4, nous allons maintenant procéder à une étude comparée des différentes procédures de *refining* en utilisant comme dépôt test celui portant la référence 2015 11 26 ($7H6B$). Nous avons regroupé dans la Table 4.4 les résultats obtenus à l'aide des trois procédures préalablement définies, à savoir l'approximation polynomiale (POLY), la minimisation d'une fonction de mérite (FdM) et l'utilisation des données monochromatiques (MM). Par rapport à la Table 4.3, nous avons supprimé les colonnes ayant trait aux coefficients d'extinction, car ces derniers ne sont pas affectés, pour un même jeu de données, par de faibles évolutions de la valeur estimée de l'indice de réfraction.

<i>Refining</i>	e (nm)	n à 600 nm	n à 350 nm	M (%)
Sans	493,8	2,1294	2,3100	0,37
POLY	493,8	2,1293	2,3099	0,36
FdM	494,5	2,1264	2,3067	0,36
MM	492,3	2,1359	2,3170	0,42

TABLE 4.4 – Tableau comparatif des caractéristiques opto-géométriques d'une monocouche de Ta_2O_5 déposée sur un substrat de silice par technologie DIBS obtenues à l'aide de procédures de *refining* différentes.

On constate tout d'abord que l'approximation polynomiale n'a quasiment aucun impact sur les résultats. À l'inverse, le recours aux données de la voie monochromatique (MM) a un impact sensiblement plus marqué, mais conduit à une valeur de fonction de mérite M en net retrait : son emploi n'apporte donc pas de gain.

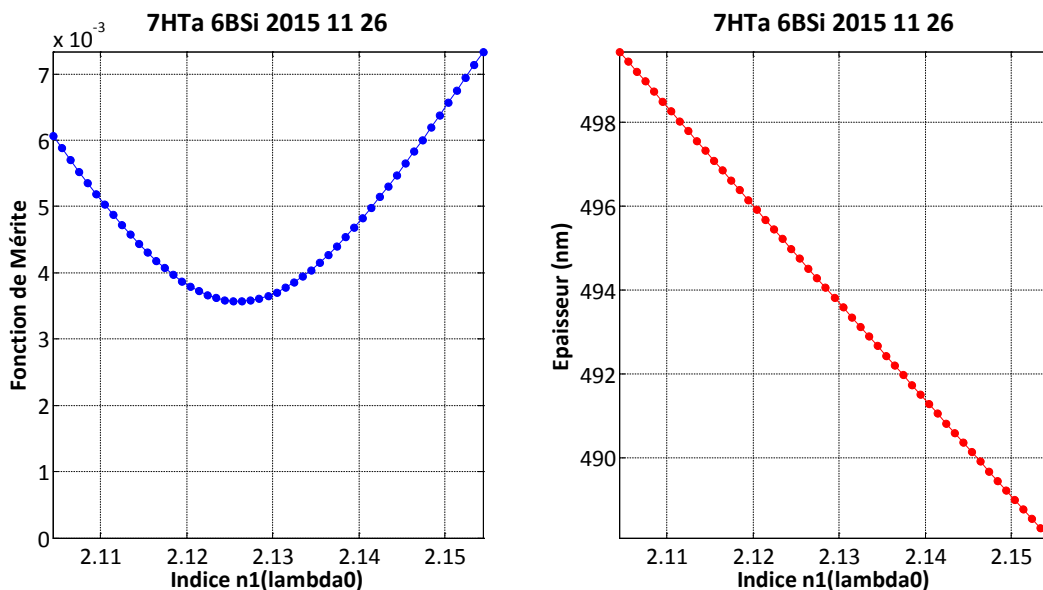


FIGURE 4.28 – Influence de la valeur de l'indice de réfraction \tilde{n}_1 à la longueur d'onde de référence λ_0 sur celles de la fonction de mérite M et de l'épaisseur \tilde{e}_1 . À gauche : valeurs de la fonction de mérite. À droite : épaisseur à achèvement du dépôt.

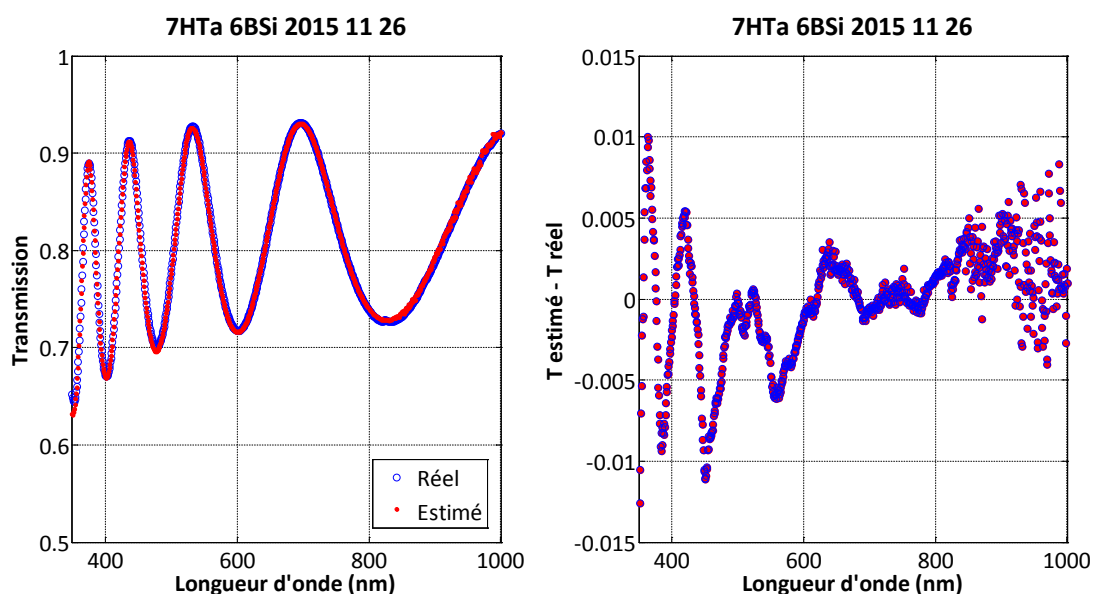


FIGURE 4.29 – Comparaison entre valeurs estimées et valeurs réelles de la transmission spectrale de l'ensemble {substrat + monocouche} par la procédure FdM. À gauche : cercles cyan, valeurs réelles ; points rouges, valeurs estimées. À droite : écart $T_{\text{mod}}(\lambda_n) - T_{\text{mes}}(\lambda_n)$.

La meilleure solution est, comme attendu, celle qui met en œuvre une minimisation directe de la fonction de mérite (procédure FdM). Pour comprendre ce résultat, il n'est pas inutile de considérer les deux graphes présentés à la Figure 4.28.

On constate, sur le graphique de gauche de la Figure 4.28 représentant les variations de la fonction de mérite M en fonction de la valeur estimée de l'indice de réfraction $\tilde{n}_1(\lambda_0)$, la présence d'un minimum net, mais relativement plat : ceci explique pourquoi

une modification de 3.10^{-2} de cet indice n'a que peu d'impact sur la valeur numérique de la fonction de mérite alors qu'elle induit de manière corrélée une décroissance de l'épaisseur à achèvement de près de 0,7 nm (*cf.* graphique de droite de la Figure 4.28).

En guise de conclusion de ce toutes ces analyses, nous avons choisi d'utiliser une visualisation de l'accord entre modélisation et expérience dans la configuration optimale identifiée par la procédure FdM (*cf.* Figure 4.29).

4.6 Évolution des constantes optiques de la couche au cours du dépôt

4.6.1 Principe de la méthode

Au paragraphe 4.5, nous avons démontré la capacité de notre méthode à fournir des estimations précises de l'épaisseur e_1 et de la dépendance spectrale des constantes optiques $n_1(\lambda)$ et $\kappa_1(\lambda)$ d'une monocouche de Ta_2O_5 .

Nous avons utilisé une fonction de mérite M pour quantifier la qualité de notre estimation, cette fonction de mérite ayant pour expression exacte :

$$M(\Lambda, \bar{t}_1) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \{T_{\text{mes}}(\lambda_n, \bar{t}_1) - T_{\text{th}}[\bar{e}_1, \tilde{n}_1(\lambda_n), \tilde{\kappa}_1(\lambda_n)]\}^2} \quad (4.23)$$

où Λ désigne un vecteur ligne correspondant au jeu de N longueurs d'onde utilisées tel que $\Lambda = (\lambda_1, \dots, \lambda_n, \dots, \lambda_N)$; \bar{t}_1 , l'estimation du temps à achèvement du dépôt de la couche; \bar{e}_1 l'estimation de l'épaisseur de cette couche, toujours à achèvement et $[\tilde{n}_1(\lambda_n), \tilde{\kappa}_1(\lambda_n)]$, l'estimation de ses constantes optiques.

Rappelons à cette occasion que l'ensemble de ces estimations résulte du traitement d'une matrice de données $T_{\text{mes}}(\lambda_n, t)$ et d'un ajustement fin du paramètre $\tilde{n}_1(\lambda_0)$ qui désigne la valeur estimée de l'indice de réfraction à la longueur d'onde de référence λ_0 .

Mais, comme nous avons déterminé avec grande précision la valeur de la vitesse de dépôt \tilde{v} , nous sommes capables d'en déduire la valeur de l'épaisseur \tilde{e} à tout instant t , tel que :

$$\tilde{e}(t) = \tilde{v}(t - \bar{t}_0) \quad (4.24)$$

et d'en déduire une nouvelle expression de notre fonction de mérite, à savoir :

$$M(\Lambda, t) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \{T_{\text{mes}}(\lambda_n, t) - T_{\text{th}}[\tilde{e}(t), \tilde{n}_1(\lambda_n), \tilde{\kappa}_1(\lambda_n)]\}^2} \quad (4.25)$$

où t prend n'importe quelle valeur entre \bar{t}_0 et \bar{t}_1 .

Si notre estimation de la dépendance spectrale des constantes optiques est valide sur l'ensemble de la durée du dépôt, alors cette fonction de mérite n'a pas de raison d'évoluer au cours du temps. A l'inverse, si ces valeurs estimées évoluent avec le temps, le tracé de la fonction $M(\Lambda, t)$ va nous permettre de mettre en évidence une telle évolution.

4.6.2 Mise en œuvre

Nous allons utiliser comme enregistrement d'épreuve celui qui correspond au dépôt 7H6B (référence de *run* : 2015 11 26) et employer comme valeurs estimées celles obtenues après application de la procédure FdM de *refining*. C'est en effet celle qui conduit aux valeurs de M les plus faibles, et qui rendra donc plus sensible la détection d'éventuelles évolutions d'indice.

La Figure 4.30 montre les variations de la fonction de mérite M en fonction de l'épaisseur de Ta_2O_5 déposée $e(t)$, tout d'abord sans aucun traitement additionnel (points bleu clair), puis après application d'un filtre de FOURIER analogue à celui introduit au paragraphe 4.3.2 (tracé rouge).

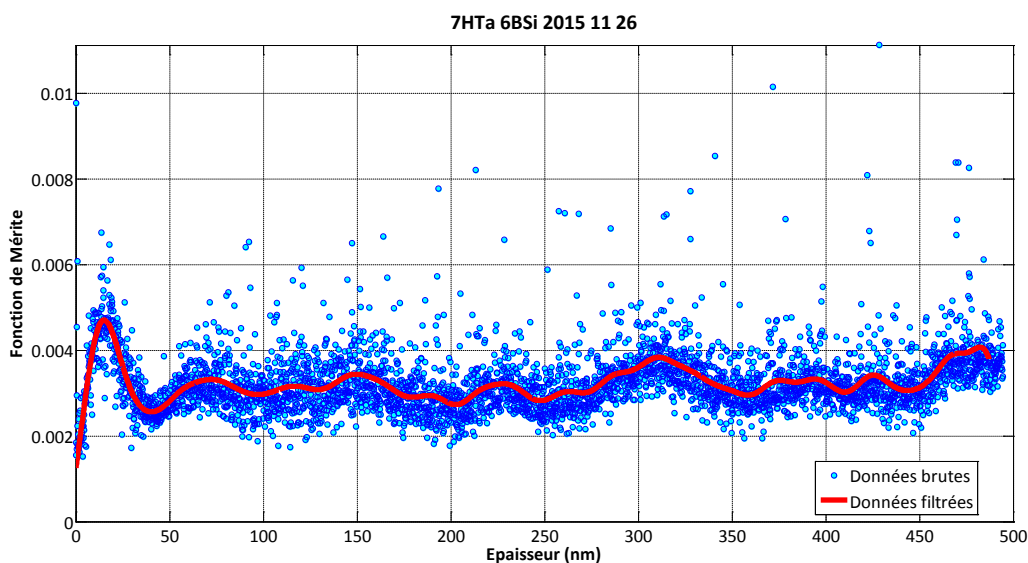


FIGURE 4.30 – Évolution de la fonction de mérite $M(\Lambda, t)$ en fonction de l'épaisseur déposée (points bleus, données brutes; courbe rouge, données filtrées).

Le résultat obtenu appelle plusieurs commentaires :

- la qualité de l'accord entre mesures expérimentales et modélisation se maintient sur la totalité de l'épaisseur de la couche ($M = 0,320 \pm 0,007 \%$) ;
- ceci valide de manière complète la méthode usuellement adoptée pour déterminer les constantes optiques d'un matériau en couche mince obtenu à l'aide d'un procédé énergétique, à savoir déposer une couche relativement épaisse (typiquement 6 QWOT à 600 nm), mesurer ses caractéristiques *ex situ* (le passage vide/air est ici sans impact, comme indiqué au paragraphe 4.1), et utiliser les valeurs d'indice de réfraction et de coefficient d'extinction qui en résultent, pour modéliser et/ou suivre la transmission des couches déposées ultérieurement, quelles qu'en soient les épaisseurs ;
- la valeur de la fonction de mérite obtenue à épaisseur nulle n'est pas égale à zéro, alors que l'on aurait pu raisonnablement s'y attendre. Ceci est tout simplement dû à l'existence d'un léger désaccord (typiquement 1,5 ‰) entre les valeurs mesurées de transmission du substrat nu et celles que le modèle calcule à partir des données tabulées de la silice ;
- on note enfin au tout début du dépôt, pour des épaisseurs comprises entre 0 nm et 60 nm, une structure très bien définie qui sort du bruit autant en termes de

niveau que de forme. La partie gauche de la Figure 4.31 en donne une vue agrandie qui permet de mieux visualiser ses caractéristiques. Sur la partie droite de cette même figure, nous avons placé les transmissions spectrales mesurées (courbes de couleur) et modélisées (courbes noires) pour quelques valeurs d'épaisseur régulièrement réparties sur la plage 0 nm - 60 nm. On constate que la qualité de l'accord entre mesures et modélisation n'est pas parfait et évolue de manière significative suivant la valeur d'épaisseur considérée.

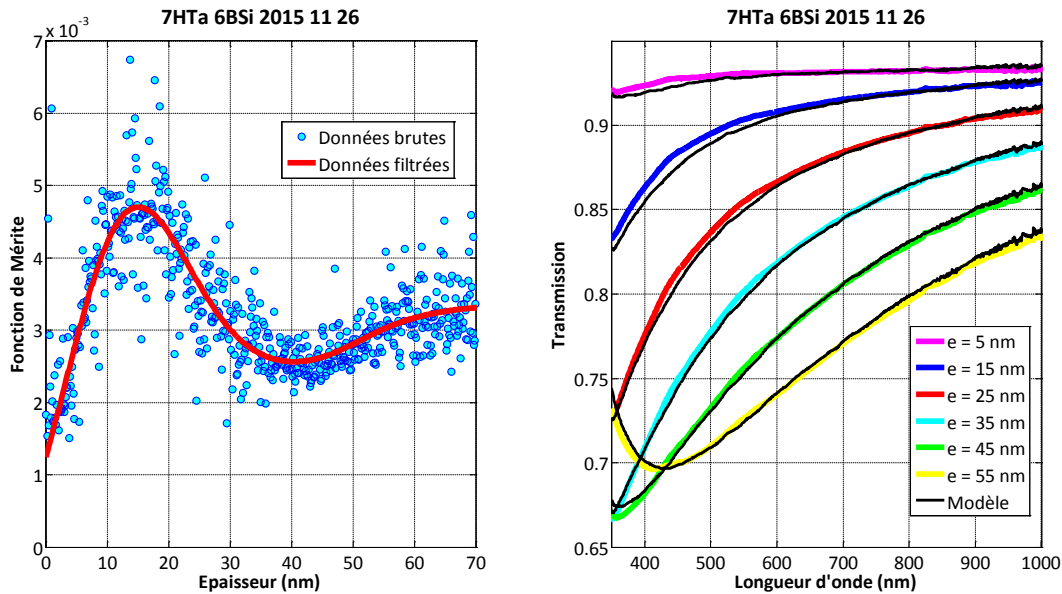


FIGURE 4.31 – Analyse *in situ* des premiers instants de la formation de la couche de Ta_2O_5 . À gauche : évolution de la fonction de mérite $M(\lambda, t)$ en fonction de l'épaisseur déposée $e(t)$ (points bleus, données brutes ; courbe rouge, données filtrées). À droite : transmission spectrale de l'ensemble {substrat + monocouche} pour quelques valeurs particulières d'épaisseur déposée (courbes de couleur, mesures expérimentales ; courbes noires, modélisations théoriques).

On peut raisonnablement penser que ce léger désaccord traduit une évolution de l'indice de réfraction dans les premiers instants de croissance de la couche. Pour en identifier l'ampleur, il nous suffit d'appliquer à la fonction de mérite obtenue durant cette période du dépôt la même procédure de *refining* que celle que nous avons utilisée pour déterminer l'indice de la couche à achèvement.

On rappelle que cette procédure utilise un balayage de l'indice $\tilde{n}_1(\lambda_0)$ autour de la valeur initialement estimée. Pour l'appliquer ici, il nous suffit simplement d'augmenter la largeur de la plage d'indice explorée. Par principe, les fonctions de mérite associées à ces valeurs optimales d'indice seront inférieures à toute épaisseur à celles qui apparaissaient à la Figure 4.30.

Le résultat de cette détermination d'indice en fonction de l'épaisseur de la couche est représenté à la Figure 4.32. Le graphique de gauche montre l'évolution de l'indice de réfraction de la couche sur la plage d'épaisseurs comprises entre 3 nm et 80 nm (la méthode n'est pas applicable pour des épaisseurs inférieures à 2,5 nm). On constate que l'indice obtenu est très inférieur à celui déterminé à achèvement ($n_1(\lambda_0) = 2,126$) et qu'il augmente très rapidement avec l'épaisseur déposée :

$$n_1(\lambda_0) = 1,651 \text{ pour } e = 3 \text{ nm}$$

$$n_1(\lambda_0) = 1,965 \text{ pour } e = 10 \text{ nm}$$

$$n_1(\lambda_0) = 2,070 \text{ pour } e = 20 \text{ nm}$$

pour tendre justement vers cette valeur à achèvement.

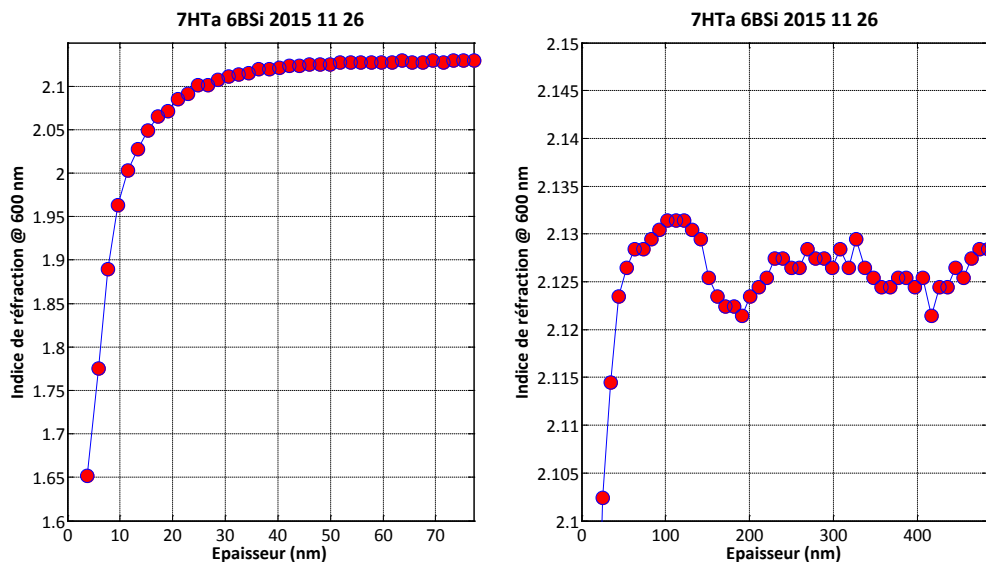


FIGURE 4.32 – Évolution de l'indice de réfraction de la monocouche de Ta_2O_5 en fonction de son épaisseur à $\lambda_0 = 600$ nm. À gauche : dans les premiers instants de croissance de la couche, entre 3 nm et 80 nm. À droite : sur la totalité de sa formation.

Le graphique de droite de la Figure 4.32 présente le résultat de cette même procédure d'optimisation de la valeur de l'indice, mais appliquée à des épaisseurs comprises entre 50 nm et 490 nm. On constate que les valeurs obtenues sont très stables ($n_1(\lambda_0) = 2,126 \pm 0,005$) et en parfait accord avec la valeur déterminée à achèvement. Ce résultat constitue, si nécessaire, une nouvelle preuve de la validité de notre méthode d'extraction de l'indice de réfraction.

Concernant l'interprétation physique de cette évolution d'indice, on peut faire appel à la description standard du processus microscopique de croissance d'une couche mince et rappeler que celui-ci débute par la création d'îlots de matière, dont les lacunes se trouvent progressivement remplies lorsque l'épaisseur de la couche augmente. On fixe habituellement entre 10 nm et 20 nm le seuil de percolation associé à un tel mécanisme, ce qui est en très bon accord avec les résultats que nous venons d'obtenir. On notera que ceci ne signifie pas que nos couches sont inhomogènes, mais que leurs propriétés optiques globales, tout en restant homogènes, sont fonction de l'épaisseur totale de la couche.

Ce résultat est réellement important, car il nous donne la possibilité de réaliser avec une grande précision des empilements faisant intervenir des couches de très faible épaisseur (typiquement entre 10 nm et 40 nm). En effet, autant dans la phase de synthèse que dans celle de fabrication, nous allons pouvoir remplacer notre loi d'indice $n_1(\lambda)$ habituelle par une loi étendue $n_1(\lambda, e)$ faisant intervenir l'épaisseur e de la couche considérée, et qui se confond avec la précédente dès que cette épaisseur est supérieure à 50 nm.

Chapitre 5

Conclusions et Perspectives

Les performances du contrôle optique multicritère que nous avons développé sont en conformité avec les objectifs que nous nous étions assignés. Il rend en effet possible la mesure **simultanée**, suivant deux modalités complémentaires (à une seule longueur d'onde ainsi que sur un large domaine spectral), de la transmission d'un empilement de couches minces optiques au cours de son dépôt sur un substrat transparent.

Cette mesure de transmission couvre l'ensemble du domaine spectral compris entre 300 nm et 1000 nm et est réalisée à une cadence de rafraîchissement de 2 Hz définie par la vitesse de rotation du porte-substrat. Grâce à la mise en œuvre d'une voie de référence (logement du porte-substrat laissé vide), elle bénéficie d'une grande justesse (de l'ordre du pour mille), ce qui rend possible son application à la détermination *in situ* de l'indice de réfraction de matériaux en couches minces en fonction non seulement de la longueur d'onde, mais aussi de l'épaisseur déposée, comme démontré ici dans le cas du pentoxyde de tantale.

Les performances de ce montage le rendent également éligible pour le suivi temps réel de la croissance des couches, la mise en œuvre de procédures variées d'arrêt de leur dépôt et le développement de nouvelles méthodes tirant parti de la disponibilité simultanée de mesures monochromatiques et large bande.

De nombreux travaux restent encore à mener pour tirer parti de ses performances ou qualifier son emploi, parmi lesquels on citera :

- la détermination des constantes optiques d'autres matériaux haut indice, tels que le pentoxyde de niobium (Nb_2O_5) ou le dioxyde d'hafnium (HfO_2),
- la généralisation de la méthode de détermination des constantes optiques au cas d'un bicouche, avec application à la caractérisation de la silice (SiO_2),
- la mesure, pour tous ces matériaux, de la dépendance en épaisseur de leur indice de réfraction, ainsi que de l'influence des conditions de dépôt sur l'ensemble de leurs propriétés optiques,
- la démonstration de l'apport de cette loi de comportement de l'indice avec l'épaisseur à la réalisation de traitements antireflets large bande,
- le développement de procédures d'arrêt **multicritères** ou *mixtes* utilisant, simultanément ou alternativement, contrôle optique monochromatique, contrôle optique large bande et contrôle au temps,

- l'implantation de ce nouveau type de contrôle sur d'autres bâtis de dépôt de l'Institut FRESNEL, tels que la machine HELIOS 4" ou la machine SYRUSpro 710.

Bibliographie

- [1] H. A. MACLEOD, *Recent developments in deposition techniques for optical thin films and coatings*, in *Optical thin films and coatings - From materials to applications*, A. Piegari and F. Flory, eds. (Woodhead Publishing, 2013), pp. 3-25.
- [2] E. PELLETIER, P. ROCHE, and B. VIDAL, *Nouv. Rev. Opt.* **7**, 353 (1976)
- [3] J. P. BORGOGNO, B. LAZARIDES, and E. PELLETIER, "Automatic determination of the optical constants of inhomogeneous thin films," *Appl. Opt.* **21**, 4020 (1982)
- [4] L. GAO, F. LEMARCHAND, M. LEQUIME, "Comparison of different dispersion models for single layer optical thin film index determination," *Thin Solid Films* **520**, 501 (2011)
- [5] A. V. THIKONRAVOV, M. K. TRUBETSKOV, T. V. AMOTCHKINA, *Optical monitoring strategies for optical coating manufacturing*, in *Optical thin films and coatings - From materials to applications*, A. Piegari and F. Flory, eds. (Woodhead Publishing, 2013), pp. 62-93
- [6] H. EHLERS, D. RISTAU, *Production strategies for high-precision optical coatings*, in *Optical thin films and coatings - From materials to applications*, A. Piegari and F. Flory, eds. (Woodhead Publishing, 2013), pp. 94-130
- [7] B. BADOIL, *Contrôle spectrophotométrique large bande de filtres interférentiels en cours de dépôt*, Thèse de Doctorat, Université Aix-Marseille (2007)
- [8] L. I. MAISSEL, R. GLANG, *Handbook of Thin Film Technology*, McGraw-Hill, New-York (1970)
- [9] R. F. BUNSHAH, *Deposition technologies for films and coatings : developments and applications*, Noyes Publications, 2nd Ed. (1994)
- [10] H. A. MACLEOD, *Thin-Film Optical Filters*, 4th ed., CRC Press, Taylor & Francis (2010)
- [11] P. W. BAUMEISTER, *Optical Coating Technology*, SPIE Press Book PM **137** (2004)
- [12] H. K. PULKER, *Coatings on Glass*, 2nd ed , Elsevier B.V. (1999)
- [13] R. P. NETTERFIELD, "Ion-Assisted Processes In Optical Thin Film Deposition", in *Optical Thin Films II : New Developments*, R. I. Seddon, ed., Proc. SPIE **0678** (1986)
- [14] P. J. MARTIN, H. A. MACLEOD, R. P. NETTERFIELD, C. G. PACEY, and W. G. SAINTY, "Ion-beam-assisted deposition of thin films", *Appl. Opt.* **22**, 178 (1983)
- [15] R. HERMANN and G. BRÄUER, "DC and RF-magnetron sputtering", in *Handbook of Optical Properties : Thin Films for Optical Coatings*, eds R. E. Hummel, K. H. Guenther (CRC Press, Boca Raton, Florida, 1995) Vol.1, pp.135-187

- [16] W. T. PAWLEWICZ, P. M. MARTIN, D. D. HAYS, and I. B. MANN, "Recent Developments in Reactively Sputtered Optical Thin Films," in *Optical Thin Films*, R. I. Seddon, ed., Proc. SPIE **325** (1982)
- [17] W. D. SPROUL, D. J. CHRISTIE, D. C. CARTER, "Control of reactive sputtering processes", *Thin Solid Films* **491**,1 (2005)
- [18] G. ESTE, W. D. WESTWOOD, "A quasi-direct-current sputtering technique for the deposition of dielectrics at enhanced rates", *J. Vac. Sci. Technol.* **A6**, 3 (1988)
- [19] T. RETTICH and P. WEIDEMUTH, "MF Sputtering- A power-ful process tool for large area coating", in *42nd Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters*, 147, 1999
- [20] A. ZOELLER, R. GOETZELMANN, H. HAGEDORN, W. KLUG, K. MATL, "Plasma Ion Assisted Deposition : a powerful technology for the production of optical coatings," in *Optical Thin Films V : New Developments* R. L. Hall ed., Proc. SPIE **3133**, 23 (1997)
- [21] C. GRÈZES-BESSET, G. CHAUVEAU, *Optical coatings for large facilities*, in *Optical thin films and coatings - From materials to applications*, A. Piegari and F. Flory, eds. (Woodhead Publishing, 2013), pp. 695-717
- [22] M. LEQUIME, "Optimization of the manufacturing strategies of high-quality coatings into a 2-meter optics magnetron sputtering deposition machine," in *57th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters*, Chicago, IL May 3–8, 2014
- [23] A. THELEN, "Multilayer filters with wide transmittance bands," *JOSA* **53**, 1266 (1963)
- [24] U. SCHULZ, P. MUNZERT, R. LEITEL, I. WENDLING, N. KAISER, and A. TÜNNERMANN, "Antireflection of transparent polymers by advanced plasma etching procedures," *Opt. Express* **15**, 13108 (2007)
- [25] U. SCHULZ, "Wideband antireflection coatings by combining interference multilayers with structured top layers," *Opt. Express* **17**, 8704 (2009)
- [26] J. A. DOBROWOLSKI, D. POITRAS, M. PENGHUI, V. HIMANSHU, and M. Acree, "Toward perfect antireflection coatings : numerical investigation," *Appl. Opt.* **41**, 3075 (2002)
- [27] U. B. SCHALLENBERG, "AR design with equivalent layers," *Appl. Opt.* **45**, 1507 (2005)
- [28] A. THELEN , "Equivalent Layers in Multilayer Filters ", *JOSA* **56**, 1533 (1966)
- [29] B. G. BOVARD, "Rugate filter theory : an overview ", *Appl. Opt.* **32**, 5427 (1993)
- [30] M. LAPPSCHIES, B. GOERTZ, and D. RISTAU, "Application of optical broadband monitoring to quasi-rugate filters by ion-beam sputtering," *Appl. Opt.* **45**, 1502 (2006)
- [31] L. HOLLAND and W. STECKELMACHER, "The distribution of thin films condensed on surfaces by the vacuum evaporation method," *Vacuum* **2**, 346 (1952)
- [32] C. GRÈZES-BESSET, F. CHAZALLET, G. ALBRAND, and E. PELLETIER, "Synthesis and research of the optimum conditions for the optical monitoring of non-quarter-wave multilayers," *Appl. Opt.* **32**, 5612 (1993)

- [33] M. SCHERER, U. SCHALLENBERG, H. HAGEDORN, W. LEHNERT, B. ROMANOV, A. ZOELLER, "High performance notch filter coatings produced with PIAD and magnetron sputtering," in *Advances in Optical Thin Films III*, N. Kaiser, M. Lequime, H. A. Macleod, eds., Proc. SPIE **7101**, 71010I (2008)
- [34] M. LEQUIME et C. AMRA, *De l'Optique électromagnétique à l'Interférométrie - Concepts et Illustrations*, EDP Sciences (2013).
- [35] A. R. FOROUHI, I. BLOOMER, "Optical properties of crystalline semiconductors and dielectrics," Phys. Rev. B **38**, 1865 (1988)
- [36] G. E. JELLISON JR., F. A. MODINE, "Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region," Appl. Phys. Lett. **69**, 371 (1996)
- [37] R. SWANEPOEL, "Determination of the Thickness and Optical Constants of Amorphous Silicon," J. Phys. E **16**, 1214 (1983)
- [38] L. GAO, *Détermination a posteriori des indices et épaisseurs de couches minces par méthode spectrométrique*, Thèse de Doctorat, Université Aix-Marseille (2012)
- [39] F. C. LAI, L. M. LIN, R. Q. GAI, Y. Z. LIN, Z. G. HUANG, "Determination of optical constants and thicknesses of In_2O_3 :Sn films from transmittance data," Thin Solid Films **515**, 7387 (2007)
- [40] F. LEMARCHAND, "Application of clustering global optimization to thin film design problems," Opt. Express **22**, 5167 (2014)
- [41] Site web OPTILAYER (<http://www.optilayer.com/products-and-services/optichar>)
- [42] L. ABEL-TIBERINI, *Filtres interférentiels à propriétés optiques spatialement maîtrisées*, Thèse de Doctorat, Université Aix-Marseille (2005)
- [43] Site web ENERGETIQ (<http://www.energetiq.com/fiber-coupled-laser-driven-light-source-long-life-compact.php>)
- [44] L. CRAUSE, M. BERSHADY, D. BUCKLEY, "Investigation of focal ratio degradation in optical fibres for astronomical instrumentation," in *Ground-based and Airborne Instrumentation for Astronomy II*, I. S. McLean, M. M. Casali, eds., Proc. SPIE **7014**, 70146C (2008)
- [45] Site web CERAMOPTEC (<http://www.ceramoptec.com/home.html>)
- [46] S. SORCE, L. ABEL-TIBERINI, M. LEQUIME, "Spectrophotometric bench dedicated to the characterization of micro-patterned optical coatings," in *Optical Fabrication, Testing, and Metrology IV*, A. Duparré, R. Geyl, eds., Proc. SPIE **8169**, 81690N (2011)
- [47] Site web STARNA (<http://www.starna.co.uk/ukhome/d.ref/holmium.html>)
- [48] Site web STARNA (<http://www.starna.com/ukhome/d.ref/didglass.html>)
- [49] J. KOUSAL, J. HANUS, A. CHOUKOUROV, O. POLONSKYI, H. BIEDERMAN, D. SLAVINSKA, "In Situ Diagnostics of RF Magnetron Sputtering of Nylon," Plasma Process. Polym. **6**, S803 (2009)